



HAL
open science

Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages à base de Ni

Wei Wang

► **To cite this version:**

Wei Wang. Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages à base de Ni. Autre. Université Paris Sud - Paris XI, 2014. Français. NNT : 2014PA112007 . tel-01024285

HAL Id: tel-01024285

<https://theses.hal.science/tel-01024285>

Submitted on 16 Jul 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.

UNIVERSITÉ PARIS-SUD
ÉCOLE DOCTORALE : Chimie de Paris-Sud

Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay

Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide

Sciences et Génie des matériaux

THÈSE DE DOCTORAT

soutenue le 14/01/2014

par

Wei WANG

**Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux
alliages à base de Ni**

Directeur de thèse :	Thierry BAUDIN	Directeur de recherche (Université Paris-Sud)
Co-encadrantes de thèse :	Isabelle DROUELLE	Maître de Conférences (Université Paris-Sud)
	Anne-Laure HELBERT	Maître de Conférences - HdR (Université Paris-Sud)

Composition du jury :

Président du jury :	Vincent JI	Professeur (Université Paris-Sud)
Rapporteurs :	Brigitte BACROIX	Directrice de recherche (Université Paris 13)
	Nathalie BOZZOLO	Professeur (Mines ParisTech)
Examineur :	Sylvie LARTIGUE-KORINEK	Chargée de recherche (ICMPE)

Table des matières

Remerciements	1
Résumé	2
Chapitre I : Introduction	3
Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales.....	6
II.1 Matériaux initiaux	6
II.2 Procédures expérimentales	7
II.3 Analyses expérimentales et préparation des échantillons	10
II.4 Techniques expérimentales.....	11
II.4.1 Analyse de la microstructure et de la texture locale.....	11
II.4.1.1 MEB/EBSD	11
II.4.1.2 MET/ASTAR.....	13
II.4.2 Analyse de la texture globale	14
II.4.2.1 Diffraction des rayons X	14
II.4.2.2 Diffraction des neutrons	15
II.4.3 Cartographie EBSD et ASTAR	16
II.4.3.1 Distribution des indices de qualité (IQ - Image Quality)	16
II.4.3.2 Distribution des plans {hkl} (IPF - Inverse Pole Figure).....	16
II.4.4 Présentation de la texture	17
II.4.4.1 Figure de pôles (FP)	17
II.4.4.2 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC).....	18
II.4.4.3 Calcul de la FDOC	19
II.4.5 Energie stockée.....	20
Chapitre III : Homogénéisation et précipitation.....	22
III.1 Problématiques	22
III.1.1 Taille de grains	22
III.1.2 Précipitation dans la nuance EM722	22
III.2 Homogénéisation de la nuance EM721	23
III.2.1 Procédure expérimentale	23
III.2.2 Résultats et discussion.....	25
III.2.2.1 Microstructure et texture de déformation.....	25
III.2.2.2 Microstructure et texture de recristallisation.....	27
III.2.2.3 Mécanismes de recristallisation	28
III.3 Homogénéisation de la nuance EM722 et analyse de l'état de précipitation.....	30
III.3.1 Vérification de la microstructure.....	30
III.3.2 Vérification de la précipitation.....	31
III.4 Conclusion.....	34

Chapitre IV : La déformation	35
IV.1 Bibliographie	35
IV.1.1 Texture de déformation	35
IV.1.2 Développement de la texture Laiton	37
IV.1.2.1 Effet du maclage	37
IV.1.2.2 Effet des bandes de cisaillement	38
IV.1.3 Energie stockée	42
IV.2 Techniques expérimentales	44
IV.3 Résultats et Discussion	45
IV.3.1 Evolution de la texture	45
IV.3.1.1 Après 20% de LAF	46
IV.3.1.2 Après 40% de LAF	48
IV.3.1.3 Après 60% et 80% de LAF	51
IV.3.2 Energie stockée	55
IV.4 Conclusion	56
 Chapitre V : Recristallisation	 58
V.1 Bibliographie	58
V.1.1 Cinétique de recristallisation	58
V.1.2 Mécanismes de recristallisation	62
V.1.2.1 SIBM	62
V.1.2.2 Maclage de recuit	65
V.1.2.3 PSN	66
V.1.3 Texture de recristallisation	67
V.1.3.1 Influence du mécanisme de recristallisation sur la texture	67
V.1.3.2 Le nickel pur et ses alliages	69
V.2 Techniques expérimentales	69
V.3 Résultats et discussion	70
V.3.1 Précipitation	70
V.3.2 Cinétique de recristallisation	71
V.3.2.1 Cinétique de recristallisation à 700°C	72
V.3.2.2 Cinétique de recristallisation à 900°C	77
V.3.3 Mécanismes de recristallisation	78
V.3.4 Texture de recristallisation	81
V.4 Conclusion	86
 Chapitre VI : Maclage pendant les traitements thermiques	 87
VI.1 Bibliographie	87
VI.1.1 Joints de macle cohérent, incohérent et CSL	87
VI.1.1.1 Différence de définition	87
VI.1.1.2 Différence morphologique	89
VI.1.2 Formation de macles de recuit pendant la croissance de grains	91
VI.1.3 Création de joints $\Sigma 3^n$ ($n \geq 1$) par GBE	96
VI.2 Techniques expérimentales	99
VI.3 Résultats et discussion	100

VI.3.1	Le maillage pendant la recristallisation primaire.....	100
VI.3.2	Evolution du maillage pendant la recristallisation primaire.....	108
VI.3.2.1	Vérification de la recristallisation complète.....	108
VI.3.2.2	Formation des macles.....	110
VI.3.2.3	Evolution du maillage en fonction du taux de déformation	113
VI.4	Conclusion.....	125
VI.4.1	Le maillage (ASTAR).....	125
VI.4.2	Evolution du maillage (EBSD).....	125
Chapitre VII : Simulation de la recristallisation et du maillage		127
VII.1	Bibliographie.....	127
VII.1.1	Restauration.....	128
VII.1.2	La recristallisation et la croissance normale	129
VII.1.3	Le maillage	131
VII.2	Simulation	132
VII.2.1	Données initiales pour la simulation	133
VII.2.2	Procédures pour la simulation	134
VII.2.2.1	Procédure pour simuler la recristallisation.....	136
VII.2.2.2	Procédure pour le maillage	142
VII.3	Résultats et discussion.....	146
VII.3.1	Germination.....	146
VII.3.2	Cinétique de recristallisation.....	147
VII.3.3	Microstructure	148
VII.3.4	Evolution de maillage.....	152
VII.3.5	Texture de recristallisation	155
VII.4	Conclusion.....	156
Conclusions.....		158
Perspectives.....		161
Références :.....		163
Annexe I : GOS (Grain Orientation Spread).....		174
Annexe II : KAM (Kernel Average Misorientation)		176
AII.1	Les microstructures	176
AII.2	Principe du KAM	177
AII.2.1	Influence du premier paramètre (taille du Kernel).....	179
AII.2.2	Influence du deuxième paramètre (désorientation maximale).....	180
AII.2.2.1	Les situations a et b des figures AII.1a et AII.1b :	181
AII.2.2.2	Les situations c et d des figures AII.1c et AII.1d :	182
Annexe III : Calcul d'une orientation maillée		188

Légendes des figures

Figure II.1 : Cartographies EBSD. (a) Distribution des plans {hkl} de l'état initial et (b) morphologie des joints de grains correspondants (sans considérer les joints de macles) pour la nuance EM721 et (c) et (d) pour la nuance EM722.....	6
Figure II.2 : (a) Micrographie MEB de l'état initial de la nuance EM722 et (b) spectre EDS.	7
Figure II.3 : Procédure expérimentale utilisée pour le chapitre III.....	7
Figure II.4 : Procédure expérimentale utilisée pour les chapitres IV et V.	8
Figure II.5 : Procédures expérimentales pour le chapitre VI : (a) pour étudier les premiers stades du maillage et (b) pour étudier l'influence de la déformation sur le maillage pendant la recristallisation primaire.	9
Figure II.6 : Schématisation du scellement d'un tube de quartz.....	9
Figure II.7 : Principe de l'EBSD : (a) production des électrons rétrodiffusés, (b) formation de la source ponctuelle divergente d'électrons, (c) formation de la ligne de Kikuchi, (d) formation de la bande de Kikuchi et (e) Détermination de l'orientation d'un cristal à partir du digramme de Kikuchi.	12
Figure II.8 : (a) Position de la caméra dans le MET et (b) principe du système ASTAR pour déterminer les indices de corrélation ainsi que l'orientation des cristaux [Depuis internet : http://nanocrystallography.research.pdx.edu/media/cms_page_media/15/BerlinASTARII.pdf].	14
Figure II.9 : Principe de la diffraction des rayons X avec un détecteur courbe et un goniomètre de texture de type Siemens-Lücke qui permet un mouvement de translation et deux mouvements de rotation.....	15
Figure II.10 : Exemple de distribution des plans {hkl} par rapport au plan de référence.	17
Figure II.11 : Description d'un pôle sur la FPs {001} pour deux cristaux orientés différemment.	18
Figure II.12 : Exemple de deux cristaux dont l'axe <001> est parallèle à la direction normale de l'échantillon. Même si les orientations sont différentes, au centre de la figure de pôles {001}, les deux cristaux sont décrits par le même point.	19
Figure II.13 : Angles d'Euler et rotations correspondantes [Schwartz et al, 2009].	19
Figure III.1 : Génération de dislocations (boucle d'Orowan) autour d'une particule de SiO ₂ dans un monocristal Cu-si faiblement déformé suivi d'un léger effet de réchauffement dû au faisceau des électrons pendant l'observation [Humphreys et Stewart, 1972].	23
Figure III.2 : Influence de la déformation sur la taille de grains après des recuits à différentes températures [Eastwood et al., 1935].	24
Figure III.3 : Cartographies EBSD de la nuance EM721 (a) après 50% de laminage et (b) après 70% de laminage. Distribution des IQ.....	25
Figure III.4 : Evolution de la texture de déformation (EM721) en fonction du taux de laminage. Coupes de la FDOC à $\varphi_2=0^\circ$, 45° et 65°	26

Figure III.5 : Microstructures EBSD après un recuit à 900°C pendant 3h pour la nuance EM721 laminée avec différents taux de réduction (a) 50%, (b) 70% et (c) 90%.	28
Figure III.6 : Texture de l'état de référence de la nuance EM721 (90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h).....	28
Figure III.7 : Cartographies EBSD de la nuance EM721 après 90% de LAF et un recuit à 700°C pendant 1h. (a) Distribution des IPF {hkl} et (b) zoom de (a) avec la superposition des joints de macle (en rouge) et des joints généraux (en blanc) sur la distribution des IQ.....	29
Figure III.8 : (a) Cartographie EBSD de la nuance EM722 (distribution des IQ) après 90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h et (b) distribution des joints fortement désorientés (> 15°) (en noir) et des joints de macle (en rouge).....	30
Figure III.9 : Texture de l'état de référence de la nuance EM722 (90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h).....	31
Figure III.10 : Spectres de RX pour l'état initial (après forgeage à chaud) et pour l'état de référence de la nuance EM722.	32
Figure III.11 : (a) Cartographie MEB de l'état de référence de la nuance EM722 et (b) extraction des précipités de W (en blanc).	33
Figure III.12 : Modélisation du diagramme de phases ternaire à 900°C avec le logiciel Thermocalc© - Base de données TTNI7 [Cury, 2007].	33
Figure IV.1 : Description en 3 dimensions de l'espace d'Euler mettant en évidence les fibres importantes se développant dans les matériaux de structure CFC après une forte déformation (par laminage) à froid [Humphreys et Hatherly, 2004].....	35
Figure IV.2 : Texture de type « Laiton » : coupes à φ_2 constant (de 0 à 45°) de l'espace d'Euler montrant les principales composantes de texture après une forte déformation (laminage à froid) dans les matériaux de structure CFC à basse énergie de défauts d'empilement.....	36
Figure IV.3 : Effet du maclage sur la formation de la texture Laiton – Coupe de l'ODF à $\varphi_2=45^\circ$ [Wassermann, 1963].	38
Figure IV.4 : Schéma montrant la formation de la fibre- γ et l'alignement des joints de macles parallèlement au plan de laminage (selon la théorie de Kamijo et Sekine [Kamijo et Sekine, 1970]).	39
Figure IV.5 : Schématisation d'un système de glissement lors d'un laminage à froid (description des cisssions résolues et des facteurs de Schmid).	40
Figure IV.6 : Micrographie (MET) montrant une zone maclée de forme rhomboédrique dans un acier inoxydable austénitique [Donadille et al., 1989].	41
Figure IV.7 : Micrographie MET faite en champ clair mettant en évidence la zone maclée, la bande de cisaillement ainsi que la zone de transition [Paul et al., 2004].	41
Figure IV.8 : (a) Organisation des dislocations avec formation de cellules et (b) enchevêtrement des dislocations sans formation de cellules [Humphreys et Hatherly, 2004].....	42
Figure IV.9 : Taille des cellules et désorientation entre elles en fonction de l'orientation des grains pour le fer laminé (CC) [Dillamore et al., 1972].....	43
Figure IV.10 : Evolution de l'énergie stockée dans les principales composantes de la texture, mesurée par diffraction des neutrons, en fonction du taux de réduction par laminage à froid de l'alliage Fe-53%Ni [Etter et al., 2002].....	44

Figure IV.11 : Evolution de la texture (analysée par diffraction des neutrons) en fonction de la déformation pour la nuance EM721.	45
Figure IV.12 : Evolution de la texture (analysée par diffraction des neutrons) en fonction de la déformation pour la nuance EM722.	46
Figure IV.13 : Micrographies MET montrant la microstructure de la nuance EM721 après 20% de LAF : (a) un grain au bord du trou de la lame et (b) le glissement des dislocations dans les plans {111} (lignes rouges en pointillées) du grain ; (c) un grain avec une macle et (d) le glissement des dislocations dans ce grain et sa macle.	47
Figure IV.14 : Micrographies MET montrant la microstructure de la nuance EM722 après 20% de LAF (a) un grain au bord du trou de la lame et (b) le glissement des dislocations dans les plans {111} (lignes rouges en pointillées) du grain ; (c) et (d) la déformation locale autour des précipités montrés par les cercles verts (ou le blocage du mouvement des dislocations par les précipités).	47
Figure IV.15 : Présentation des principales composantes C, D et G sur la figure de pôles {111}. Au début de la déformation, C tourne vers D.	48
Figure IV.16 : Nuance EM721 après LAF de 40%. (a) Micrographie MET, dans le plan de laminage (DL-DT), montrant le maclage de déformation et (b) cartographie EBSD (distribution des joints généraux en noir et des joints $\Sigma 3$ en rouge), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillées est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).	49
Figure IV.17 : Nuance EM722 après LAF de 40%. (a) Micrographie MET, dans le plan de laminage (DL-DT), montrant le maclage de déformation et (b) cartographie EBSD (distribution des joints généraux en noir et des joints $\Sigma 3$ en rouge), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillées est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).	50
Figure IV.18 : Nuance EM721 après LAF de 60%. Cartographie EBSD (distribution des joints généraux), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillées est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).	51
Figure IV.19 : Nuance EM722 après LAF de 60%. Cartographie EBSD (distribution des joints généraux), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillées est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).	52
Figure IV.20 : Schémas montrant (a) la formation des composantes C^T et D^T par maclage mécanique et (b) la rotation de la zone maclée induite par la bande de cisaillement qui forme G et G^T . (c) Coupe à $\phi 2=45^\circ$ de l'ODF.	53
Figure IV.21 : Schémas montrant (a) les directions et les plans d'un cristal et (b) la rotation de CT dans le plan longitudinal de l'éprouvette.	53
Figure IV.22 : Evolution de l'énergie stockée en fonction de la déformation pour les principales orientations de la nuance EM721.	55
Figure IV.23 : Evolution de l'énergie stockée en fonction de la déformation pour les principales orientations de la nuance EM722.	56
Figure IV.24 : Schématisation de la formation des composantes de texture pendant la déformation via différents mécanismes.	56

Figure V.1 : Exemple de cinétique de recristallisation.	59
Figure V.2 : Détermination du coefficient d'Avrami n dans le graphe $\ln[\ln(1/(1-X_V))]$ en fonction de $\ln(t)$	59
Figure V.3 : Graphe de $\ln[\ln(1/(1-X_V))]$ en fonction de $\ln(t)$ pour le tantale déformé de $\varepsilon=2,81$ puis recuit à différentes températures [Stüwe et al., 2002].	60
Figure V.4 : (a) Schématisation de la distribution hétérogène de l'énergie stockée entre les grains après déformation (plus la couleur du grain est sombre, plus l'énergie stockée est forte). (b) Germination préférentiellement localisée dans les régions qui ont le plus d'énergie stockée [Humphreys et Hatherly, 2004].	61
Figure V.5 : Exemple de germination localisée dans des bandes de cisaillement d'un monocristal Cu-2%Al (shear band (SB)) [Paul et al., 2002]. Les étoiles montrent le centre des germes.	61
Figure V.6 : Graphe de $\ln[\ln(1/(1-X_R))]$ en fonction de $\ln(t)$ pour les cinétiques de restauration, de recristallisation et de croissance de grains (X_R est la fraction recristallisée calculée à partir de la microdureté) [Kalu et Waryoba, 2007].	62
Figure V.7 : Schéma du mécanisme de SIBM. (a) Principe du SIBM, (b) gonflement d'un joint, la région balayée par le joint contient encore des dislocations (les hexagones schématisent des dislocations et non des cellules), (c) cas idéal ou simplifié à partir de (b), il n'y a pas de dislocations dans la région balayée par le joint et (d) formation d'un germe issu d'un sous grain du grain parent (les hexagones dans la partie inférieure schématisent des sous-grains) [Humphreys et Hatherly, 2004].	63
Figure V.8 : Différents stades de restauration pour former des sous-grains. (a) Enchevêtrement de dislocations, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation de sous-grains et (e) croissance de sous-grains [Humphreys et Hatherly, 2004].	65
Figure V.9 : Mécanisme de SIBM depuis un sous-grain, observé dans le Fe-36%Ni laminé de 95% puis recuit 2 min à 600°C (la ligne blanche en pointillés montre le joint migrant) [Julliard, 2001].	65
Figure V.10 : Mécanisme de PSN à côté d'oxydes (zones noires) dans le fer [Leslie et al., 1963].	66
Figure V.11 : Schématisation du maclage multiple.	68
Figure V.12 : Schématisation du re-maclage.	68
Figure V.13 : Micrographies (MEB) de la nuance EM722 après 60% de LAF et un recuit (a) à 700°C pendant 3h et (b) à 900°C pendant 1h (les points ou les lignes blanches sont des « clusters » de précipités).	71
Figure V.14 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan de laminage) et distributions du paramètre GOS correspondant pour la nuance EM721 après (a) 20% de LAF et (b) 40% de LAF, suivi d'un recuit de 4h à 700°C.	73
Figure V.15 : Cinétiques de recristallisation à 700°C de la nuance EM721 après 60% (rouge) et 80% (bleu) de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.	74
Figure V.16 : Cartographie EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) et distribution du paramètre GOS pour la nuance EM722 après 20% de LAF suivi d'un recuit de 4h à 700°C.	75

Figure V.17 : Cinétiques de recristallisation à 700°C de la nuance EM722 après 40% (vert), 60% (rouge) et 80% (bleu) de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.	75
Figure V.18 : Superposition des cinétiques de recristallisation à 700°C pour les nuances EM721 (rouge) et EM722 (bleu) après 80% de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.....	76
Figure V.19 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) de la nuance EM721 après (a) 20%, (b) 40%, (c) 60% et (d) 80% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min.....	77
Figure V.20 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) de la nuance EM722 après (a) 20%, (b) 40%, (c) 60% et (d) 80% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min.....	78
Figure V.21 : Micrographies MET de la nuance EM721 après 80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. La ligne verte montre le joint migrant et les lignes rouges, les joints de macle. Les flèches rouges indiquent les grains recristallisés. ..	79
Figure V.22 : Micrographies MET de la nuance EM722 après 80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 6min (les lignes rouges montrent les joints de macle).	80
Figure V.23 : Schématisation de la formation de joints Σ	81
Figure V.24 : Coupes de l'ODF d'un échantillon de la nuance EM721 après recristallisation complète (LAF de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h).	81
Figure V.25 : Coupes de l'ODF d'un échantillon de la nuance EM722 après recristallisation complète (LAF de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h).	82
Figure V.26 : Description des composantes (Goss, Laiton et Cuivre) et leurs macles de la première génération dans les principales coupes de l'ODF (les macles selon les différents axes $\langle 111 \rangle$ sont décrites par des couleurs différentes).	83
Figure V.27 : Relation entre des plans $\{011\}$ dans un cristal cubique pour montrer qu'une composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ peut former une autre composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ par maillage (rotation de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$).	84
Figure V.28 : La fraction des composantes principales sur la fibre $\{011\}$, à l'état déformé (après 80% de LAF) et à l'état recristallisé (LAF de 80% et recuit à 700°C pendant 3h), pour les deux nuances de matériaux. Les composantes BT2 et BT4 sont respectivement les macles de B selon les axes $[-111]$ et $[11-1]$. Les composantes GT2 et GT4 sont respectivement les macles de G selon les axes $[-111]$ et $[11-1]$. La fraction du reste de la fibre $\{011\}$ correspond à la fraction totale de la fibre sans les composantes B, BT2, BT4, G, GT2 et GT4.	85
Figure VI.1 : Morphologie des joints de macle dans un grain, les lignes rouges et vertes indiquent respectivement les joints de macle cohérent et incohérent.	89
Figure VI.2 : Arrangement des atomes dans le plan $\{110\}$ du grain A et de sa macle A' pour la troisième situation de la figure VI.1. « a » est le paramètre de maille. Les atomes dans le grain A et sa macle A' ont respectivement les couleurs bleue et verte. Les atomes noirs indiquent les sites en coïncidence dans les joints. Les lignes rouge et orange montrent respectivement les traces des plans des joints Σ_{3coh} et Σ_{3incoh} dans le plan $\{110\}$. Les lignes pointillées montrent les traces des plans $\{111\}$ et $\{112\}$ sur le plan $\{110\}$ dans le grain A et sa macle A'.	90

Figure VI.3 : Création de joints spéciaux Σ_{3n} ($n \geq 1$) pendant le processus de GBE : (a) migration d'un joint de grain, (b) le joint migrant devient un joint Σ_9 (ligne verte) du fait de la rencontre des deux joints Σ_{3coh} et (c) un joint Σ_{3incoh} (ligne orange) non rectiligne se forme suite à la migration du joint Σ_9 et à sa rencontre avec un joint Σ_{3coh} [Randle, 2004].	90
Figure VI.4 : Schéma de la théorie de Fullman et Fisher (la ligne rouge est le joint de macle AA').	91
Figure VI.5 : (a) Schéma de la théorie de Gleiter (les deux grandes flèches montrent la direction de croissance du grain II aux dépens du grain I) [Gleiter, 1969] et (b) empilement des plans $\{111\}$ pour des matériaux CFC.	92
Figure VI.6 : Schéma de la théorie de Meyers et Murr [référence]. Les lignes noires, bleues et rouges correspondent respectivement au joint de grains, au joint de macle incohérent et aux joints de macle cohérent. La flèche noire montre la migration du joint de macle incohérent.	93
Figure VI.7 : Densité normalisée de macles en fonction de la taille de grains à partir de résultats expérimentaux [Pande et al., 1990].	95
Figure VI.8 : Schéma de la formation d'une boucle partielle de Shockley pendant la migration du joint de grains [Mahajan et al., 1997].	95
Figure VI.9 : Vitesse de migration des joints de grains en fonction du nombre de macles par grain (recuit in-situ du cuivre dans un MEB) [Field et al., 2007].	96
Figure VI.10 : Exemple de dissociation d'un joint Σ_{27} en deux joints Σ_3 et Σ_9 [Kumar et al., 2002].	97
Figure VI.11 : Topologie (a-e) des joints généraux et (f-j) des joints spéciaux Σ_{3^n} ($n \geq 1$) après 5 itérations successives pour un alliage à base de nickel [Randle, 2004].	98
Figure VI.12 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la nuance EM721 après un laminage à froid de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. (b) Zone a1 et (c) zone a2. Les lignes rouges et blanches correspondent respectivement aux joints Σ_3 (désorientation de 60° selon l'axe $\langle 111 \rangle$) et aux joints généraux. Les lignes bleues dans (b) correspondent à la trace des plans $\{111\}$ des grains.	101
Figure VI.13 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la zone a3 de la figure VI.12a. Les lignes blanches et rouges montrent respectivement les mêmes types de joints que ceux décrits sur la figure VI.12. (b) Schématisation du maclage pendant la migration du joint AB. Les lignes noires pointillées et les chiffres décrivent la désorientation des joints AB et A'B. Ces désorientations sont calculées à partir de la figure VI.13a.	102
Figure VI.14 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la nuance EM722 après un laminage à froid de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. (b) Zone a2.	103
Figure VI.15 : Distribution du KAM dans les zones décrites sur les figures (a) VI.12a (EM721) et (b) VI.14a (EM722). Les lignes noires et rouges correspondent respectivement aux joints de grains généraux ($>15^\circ$) et aux joints Σ_3 . Les flèches blanches montrent les macles formées pendant la croissance du grain.	106
Figure VI.16 : Distribution du paramètre GOS pour la nuance EM721 après différents taux de déformation suivis d'un recuit à 900°C pendant 4 min.	109
Figure VI.17 : Distribution du paramètre GOS pour la nuance EM722 après différents taux de déformation suivis d'un recuit à 900°C pendant 4 min.	109

Figure VI.18 : Nuance EM721 après différentes déformations suivies d'un recuit à 900°C pendant 4min. (I) Distribution des joints de grains y compris les joints $\Sigma 3$. (II) Distribution des joints de grains sans tenir compte des joints $\Sigma 3$. (III) Fraction de joints spéciaux $\Sigma 3^n$ (n=1, 2 et 3). (a-c) $\epsilon=0,59$, (d-e) $\epsilon=1,06$ et (g-i) $\epsilon=1,86$. Les lignes noires et rouges décrivent respectivement les joints généraux ($>15^\circ$) et les joints $\Sigma 3$	111
Figure VI.19 : Nuance EM722 après différentes déformations suivies d'un recuit à 900°C pendant 4min. (I) Distribution des joints de grains y compris les joints $\Sigma 3$. (II) Distribution des joints de grains sans tenir compte des joints $\Sigma 3$. (III) Fraction de joints spéciaux $\Sigma 3^n$ (n=1, 2 et 3). (a-c) $\epsilon=0,59$, (d-e) $\epsilon=1,06$ et (g-i) $\epsilon=1,86$. Les lignes noires et rouges décrivent respectivement les joints de grains généraux ($>15^\circ$) et les joints $\Sigma 3$. Les lignes ou cercles bleues montrent les précipités de W.	112
Figure VI.20 : Différence entre les deux définitions proposées pour le calcul du nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain dans le cas simple d'un grain individuel possédant deux joints $\Sigma 3$ à l'intérieur.	114
Figure VI.21 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour les échantillons de la nuance EM721 après recristallisation complète à 900°C pendant 4 min. Les points noirs montrent le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille moyenne de grains sans considérer les macles (Tableau VI.4).	116
Figure VI.22 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour les échantillons de la nuance EM722 après recristallisation complète à 900°C pendant 4 min.....	116
Figure VI.23 : Pente des courbes de tendance de la figure VI.21 (EM721) en fonction du taux de déformation ϵ . La relation mathématique entre les deux paramètres est également présentée avec une courbe de tendance linéaire.	119
Figure VI.24 : Taille critique de grains pour commencer la formation de joints $\Sigma 3$ en fonction de l'inverse de la déformation (EM721).	120
Figure VI.25 : Cartographie EBSD (IQ) de la nuance EM721 qui montre la formation de joints $\Sigma 3$ pendant le mécanisme de SIBM. Les lignes rouges et blanches correspondent respectivement aux joints $\Sigma 3$ et aux joints généraux ($> 15^\circ$).	121
Figure VI.26 : Schématisation du mécanisme de SIBM et condition critique pour le déclencher.....	121
Figure VI.27 : Evolution de la taille critique de grains en fonction de l'inverse de l'énergie stockée (nuance EM721).	122
Figure VI.28 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour l'échantillon initial de la nuance EM721 (après homogénéisation).	124
Figure VII.1 : Structure d'une cartographie EBSD formée par des pixels hexagonaux.	128
Figure VII.2 : Evolution de l'énergie stockée pendant la restauration [Stüwe et al., 2002].	129

Figure VII.3 : Différences entre le modèle classique et notre modèle. (I) modèle classique : (a) pixel i choisi et (b) si le 1 ^{er} voisin croît, l'orientation du pixel i devient la même que celle du 1 ^{er} voisin et les désorientations avec ses premiers voisins vont varier (lignes vertes en pointillées) ; (II) notre modèle : (c) pixel choisi et (d) si le pixel i croît vers le 1 ^{er} voisin, l'orientation du 1 ^{er} voisin devient la même que celle du pixel i et les désorientations entre le 1 ^{er} voisin et ses voisins vont varier (lignes vertes en pointillées).....	135
Figure VII.4 : Procédure de simulation de la recristallisation et du maclage.	137
Figure VII.5 : Organigramme A sur la figure VII.4.	138
Figure VII.6 : Modèle proposé pour la simulation du maclage (les flèches bleues décrivent la direction de croissance et les traits verts, les axes $\langle 111 \rangle$ du pixel i . (a) Avant maclage et (b) après maclage.	143
Figure VII.7 : Représentations d'un joint avec le logiciel OIM.	143
Figure VII.8 : Directions possibles du joint en fonction de sa longueur. Un joint est défini (a) par un segment et (b) par deux segments.	144
Figure VII.9 : Exemple de l'ajustement de la direction du joint $\Sigma 3$ coh pendant sa croissance. (a) Le pixel rouge est la matrice ; (b) le maclage forme une interface contenant un segment de joint $\Sigma 3$ coh ; (c-d) la direction du joint $\Sigma 3$ coh est ajustée pour finalement devenir parallèle à la direction théorique (ligne orange) ; (f) cette direction est gardée pendant la croissance avec une légère oscillation qui est fonction de la forme des pixels.....	145
Figure VII.10 : Cartographies EBSD de la distribution des $\{hkl\}$ // plan du laminage superposée à celle des IQ. (a) Nuance EM721 déformée par LAF de 60% suivi d'un recuit de 1 mn à 900°C et (b) simulation après un pas Monte Carlo (les lignes rouges dans les germes sont les joints $\Sigma 3$ coh).	147
Figure VII.11 : Cinétique de recristallisation obtenue avec la simulation (fraction recristallisée en fonction du nombre de pas Monte Carlo).....	148
Figure VII.12 : Microstructures à l'état recristallisé (a) après le recuit à 900°C pendant 4 min et (b) après la simulation (les couleurs ne correspondent pas à l'orientation des grains, elles ne sont utilisées que pour distinguer les grains sans considérer les joints de macle).	149
Figure VII.13 : Distributions de la taille de grains obtenues expérimentalement (analyse à partir d'une cartographie EBSD de 175 μ m x 500 μ m) et par simulation (analyse à partir d'une cartographie simulée de 50 μ m x 50 μ m).....	149
Figure VII.14 : Quatre morphologies différentes de macles et donc de joints de macle dans un grain [Mahajan et al., 1997].	150
Figure VII.15 : Deux autres morphologies de joints de macle observées par EBSD dans un échantillon EM721 après 60% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min (les lignes rouges, vertes et bleues correspondent respectivement à des joints $\Sigma 3$ coh, $\Sigma 3$ incoh et $\Sigma 9$).	151
Figure VII.16 : (a)-(e) Différentes morphologies de joints de macle obtenues par simulation (les couleurs ne montrent pas l'orientation des grains, elles ne sont utilisées que pour distinguer les grains et les macles). Les lignes noires, blanches et vertes correspondent respectivement aux joints $\Sigma 3$ coh, $\Sigma 3$ incoh et $\Sigma 9$).	151

- Figure VII.17** : Comparaison Simulation-Expérience de l'évolution du nombre de joints de macle $\Sigma 3$ ($\Sigma 3_{coh}$ et $\Sigma 3_{incoh}$) par grain en fonction de la taille de grains (la droite rouge correspond aux résultats expérimentaux obtenus pour la nuance EM721 après 60% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min et la droite bleue, à la simulation)..... 153
- Figure VII.18** : (a) Evolutions minimale, moyenne et maximale du nombre de macles en fonction de la taille de grains obtenues expérimentalement. (b) Evolution moyenne expérimentale (maximale ou critique pour la simulation) comparée à la cinétique moyenne simulée..... 154
- Figure VII.19** : (a) Le maclage dépend de la direction de croissance des grains. Si la direction de croissance (ligne bleue) est dirigée vers le 6ème voisin, un axe $\langle 111 \rangle$ (lignes vertes) parallèle (avec une dispersion) à cette direction de croissance n'est pas trouvé. (b) Au contraire, si l'axe de maclage est privilégié, il est facile de trouver un axe $\langle 111 \rangle$ (ligne verte en pointillées) qui est perpendiculaire à l'un des 6 côtés du pixel (avec une dispersion), pour macler (la ligne rouge est un joint de macle $\Sigma 3_{coh}$). 155
- Figure VII.20** : (I) Expérience : (a) Nuance EM721 laminée à froid de 60% (diffraction des neutrons) et (b) nuance EM721 laminée à froid de 60% et recuite à 900°C pendant 4min (analyse EBSD d'une zone de 350 μm x 150 μm). (II) Simulation : (c) Nuance EM721 laminée à froid de 60% (état initial pour la simulation) (analyse EBSD d'une zone 50 μm x 50 μm) et (d) état recristallisé (état final de la simulation). Les lignes rouges indiquent la fibre $\{011\}$ et la ligne orange verticale montre la position de la composante B..... 156
- Figure AII.1** : Trois exemples de distribution de GOS respectivement pour (a) une recristallisation complète, (b) une recristallisation partielle et (c) un état déformé (nuance EM721). 175
- Figure AII.1** : Classement des microstructures : (a) grain déformé, (b) grain recristallisé, (c) sous-grain contenant des dislocations et (d) sous-grain sans dislocations..... 176
- Figure AII.2** : Deux procédures de calcul du paramètre KAM : (a) « perimeter only » et (b) « all points ». 177
- Figure AII.3** : Couches de voisins considérés pour calculer le KAM. 178
- Figure AII.4** : Désorientation maximale utilisée pour le calcul du KAM. La ligne verte montre une interface qui a une désorientation supérieure à 5°. Si la désorientation maximale est fixée à 5°, les pixels C1, C2 et C3 de la deuxième couche ne seront pas pris en compte dans le calcul du KAM. 179
- Figure AII.5** : Désorientation cristalline créée par la présence de dislocations GND [Gao et al., 1999]. 179
- Figure AII.6** : Influence du choix des pixels voisins sur le calcul du KAM (la désorientation maximale est fixée à 15°). 180
- Figure AII.7** : Etude des situations a et b décrites sur les figures AII.1a et AII.1b. Les pixels bleus et rouges se trouvent dans le même grain. Les pixels rouges sont à proximité d'une interface. Les pixels oranges se trouvent dans le grain voisin. La ligne noire schématise le joint de grains ($>15^\circ$). 181

Figure AII.8 : Influence de la désorientation maximale dans le calcul du KAM pour les situations a et b des figures AII.1a et AII.1b. La ligne verte est un joint de grains dont la désorientation est supérieure à 15°.....	182
Figure AII.9 : Etude des situations c et d décrites sur les figures AII.1c et AII.1d. Les pixels bleus et rouges se trouvent dans la même sous-structure. Les pixels rouges sont à proximité d'une interface. Les pixels oranges se trouvent dans le sous-grain voisin. La ligne verte est un sous-joint de grains (>5° et <15°).....	183
Figure AII.10 : Distribution du KAM pour la situation c de la figure AII.1c. Désorientation maximale (a) de 5° et (b) de 15°.....	184
Figure AII.11 : Influence de la désorientation maximale lors du calcul du KAM pour la situation c de la figure AII.1c. La ligne jaune est un sous-joint de grains dont la désorientation est supérieure à 5° mais inférieure à 15°	185
Figure AII.12 : Distribution du KAM pour la situation d de la figure AII.1d. Désorientation maximale (a) de 5° et (b) de 15°.....	186
Figure AII.13 : Influence de la désorientation maximale lors du calcul du KAM pour la situation d de la figure AII.1d. La ligne jaune est un sous-joint de grains dont la désorientation est supérieure à 5° mais inférieure à 15°	187

Remerciements

Ce travail s'est déroulé à l'Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay ; je tiens tout d'abord à remercier M. Jean-Pierre MAHY, directeur de l'institut, de m'y avoir accueilli.

Cette thèse a été effectuée dans l'équipe de métallurgistes du Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide sous la direction de Thierry BAUDIN et la co-direction d'Anne-Laure HELBERT et d'Isabelle DROUELLE, à qui j'adresse mes sincères remerciements pour m'avoir dirigé durant ces 3 années, et ce avec beaucoup de patience et d'encouragement, et aussi pour les nombreuses discussions palpitantes.

Je remercie également les membres du jury, Mmes Brigitte BACROIX, Nathalie BOZZOLO et Sylvie LARTIGUE-KORINEK d'avoir examiné ce travail, ainsi que Mr Vincent JI pour avoir accepté d'être le président de mon jury de thèse.

Je remercie ensuite Aubert & Duval pour l'élaboration des matériaux, selon les compositions chimiques proposées par Thierry AUGER, que je remercie pour m'avoir fourni les matériaux et pour les discussions scientifiques.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à François BRISSET, Ingénieur de Recherche pour m'avoir appris les principes et l'utilisation des microscopes électroniques et pour m'avoir aidé à faire les analyses surfaciques.

Je remercie Denis SOLAS pour son aide sur l'utilisation des diffractomètres de rayons X et pour les discussions scientifiques que nous avons pu avoir ensemble.

Mes remerciements vont aussi à Marie-Hélène MATHON pour son aide dans l'étude de la texture globale et de l'énergie stockée par diffraction des neutrons réalisée au Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay.

Je remercie Julie BOURGON de l'équipe Métaux et Céramiques à Microstructures Contrôlées de l'Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est pour les analyses en MET.

Je tiens enfin à exprimer mes remerciements aux thésards Brahim NABI, Yanick ATEBA-BETANDA, Sébastien LE CORRE et à Jocelyn HOAHAU, notre technicien, pour leur gentillesse, leur disponibilité et pour tous les moments agréables que nous avons passés ensemble dans la salle de polissage, la salle des thésards, ..., pendant ces années de thèse.

Résumé

Les travaux portent sur deux nuances d'alliages Ni-Cr-W, l'une contenant des précipités de W (EM722) et l'autre non (EM721).

Les matériaux forgés, fournis par Aubert & Duval, présentaient des microstructures hétérogènes avec de très gros grains. Dans un premier temps, une procédure thermomécanique a été développée afin d'obtenir un état de référence avec une microstructure homogène avec une faible taille de grains et une texture relativement peu accusée.

A partir de cet état de référence, l'évolution de la texture, au cours du laminage à froid (différents taux de réduction), a été analysée par diffraction des neutrons et a montré un renforcement de la texture de type Laiton. Les mécanismes de déformation ont été étudiés en microscopie électronique en transmission et par EBSD (Electron BackScatter Diffraction) afin de comprendre la formation de ce type de texture. Les bandes de cisaillement sont supposées être un facteur important pour la formation de ce type de texture.

A partir des états déformés, la cinétique de recristallisation a été déterminée pour deux températures (700°C et 900°C) à partir de mesures de microdureté et a été confrontée par EBSD. Les mécanismes de recristallisation ont été étudiés par MET. Le mécanisme de SIBM (Strain Induced grain Boundary Migration) est le mécanisme prépondérant pour la nuance EM721. Pour l'autre nuance, EM722, possédant des précipités de W, le mécanisme de SIBM est présent, mais en plus, un second mécanisme de PSN (Particle Stimulated Nucleation) a été mis en évidence.

De plus, quel que soit le mécanisme de recristallisation, une fois que les germes sont formés, ils maclent très rapidement. Par conséquent, une étude complémentaire sur l'évolution des joints de macle pendant la recristallisation primaire a été réalisée, en employant l'EBSD et surtout le système ASTAR installé dans un MET. Il a lors été montré que cette évolution dépend à la fois de la taille des grains et de l'énergie stockée par les grains pendant la déformation.

Enfin, une simulation de la recristallisation primaire de type Monte-Carlo a également été mise en oeuvre. Son originalité réside notamment dans la prise en compte de la formation des joints de macles cohérents et rectilignes.

Mots-clés : Alliage Ni-Cr-W, Déformation, Recristallisation, Maclage, Diffraction des neutrons, EBSD, MEB, MET, ASTAR, Simulation Monte Carlo

Chapitre I : Introduction

Pour des raisons scientifiques et techniques (industrielles), les études sur les mécanismes de déformation et de recristallisation des matériaux métalliques se poursuivent depuis une centaine d'années. Avec le développement de la microscopie électronique, la plupart des analyses sur l'évolution de la microstructure a progressivement commencé à partir des années 1940. C'est à partir de cette époque que beaucoup de travaux se sont concentrés sur le laminage de matériaux de structure Cubique à Faces Centrées (CFC) qui fait l'objet de ce travail. C'est pour cette raison que ce rapport ne présente que des résultats obtenus sur les matériaux CFC et ne traite que du mode de déformation par laminage.

Les matériaux métalliques peuvent être séparés en deux classes : l'une possède une forte ou moyenne énergie de défauts d'empilement (EDE) comme par exemple l'aluminium ($\gamma_{EDE} \sim 170 \text{ mJ/m}^2$) et le cuivre ($36 \text{ mJ/m}^2 \leq \gamma_{EDE} \leq 80 \text{ mJ/m}^2$), l'autre une faible EDE ($\gamma_{EDE} \leq 26 \text{ mJ/m}^2$) comme le laiton et l'argent [Murr, 1975 ; Beyerlein et al., 2011]. Pendant la déformation, le glissement dévié (ou cross slip en anglais) est le principal mécanisme mis en jeu pour les matériaux à forte EDE [Humphreys et Hatherly, 2004 ; Rohatgi et al., 2001]. Pour les autres matériaux, le maclage mécanique est observé [Paul et al., 2004 ; Vercammen et al., 2004 ; Bracke et al., 2009]. Compte tenu de ces mécanismes, la première classe de matériaux présente des grains déformés lamellaires (parallèles à la direction de laminage) avec une sous-structure cellulaire dont la morphologie dépend de l'orientation initiale des grains [Liu et al., 1998 ; Delannay et al., 2001 ; Liu et al., 2002]. Pour la seconde classe, les matériaux présentent rarement des sous-structures cellulaires après une forte déformation, mais plutôt du maclage mécanique [Humphreys et Hatherly, 2004]. De plus, la texture de déformation est également différente : dans le premier cas, la texture est de type-cuivre (Copper-type) et dans le second, la texture est de type-laiton (Brass-type). Les composantes de la texture de type-cuivre sont $\{112\} \langle 111 \rangle$ (Copper ou C), $\{011\} \langle 211 \rangle$ (Brass ou B) et $\{123\} \langle 634 \rangle$ (S) [Delannay et al., 2002]. Celles de la texture de type-laiton sont $\{011\} \langle 211 \rangle$ (Brass ou B) et $\{011\} \langle 100 \rangle$ (Goss ou G) qui appartiennent à la fibre α [Dillamore et Roberts, 1964 ; Ray, 1995].

Pour les métaux purs avec une forte γ_{EDE} , le développement de la texture de type-cuivre pendant la déformation est lié au glissement des dislocations et les études de la recristallisation se sont focalisées sur la formation de la texture Cube (Cube ou W, $\{001\} \langle 100 \rangle$) [Etter et al. 2002 ; Helbert et al., 2012]. Au contraire, la formation de la texture de type-laiton dans les alliages avec une faible γ_{EDE} n'est pas encore parfaitement comprise [Leffers et Ray, 2009] et les études sur le développement de la texture pendant la recristallisation sont limitées. D'où l'intérêt scientifique de poursuivre l'analyse des mécanismes de déformation et de recristallisation dans ce type de matériaux. C'est ce qui a été fait dans le cadre de ce travail de thèse sur deux nuances d'alliages à base de Ni, de Cr et de W qui ont une faible γ_{EDE} (entre 4 mJ/m² et 10 mJ/m²).

Les alliages à base de nickel attirent de plus en plus notre attention en raison de leurs propriétés, comme la résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température [Dupont et al., 2009]. Depuis plusieurs années, les alliages à base de Ni, de Cr et de W sont étudiés [Cury, 2007] en vue de fabriquer les échangeurs de chaleur des VHTR (Very High Temperature Reactor). En effet, la faisabilité du concept pour le réacteur à haute température (HTR) qui fonctionne entre 850°C et 900°C a été démontrée aux Etats-Unis et dans certains pays européens [Clefs CEA, 2007]. Mais, comme le VHTR fonctionnerait à une température d'environ 1000°C, il est donc nécessaire d'élaborer de nouveaux alliages capables de résister à de telles températures pendant des décennies. Outre l'intérêt fondamental lié à la compréhension des mécanismes de déformation (chapitre IV) et de recristallisation (chapitre V), cette étude présente également un intérêt industriel via l'étude de l'ingénierie des joints de grains et notamment des joints de macle (chapitre VI), parce qu'ils ont une bonne résistance à la corrosion intergranulaire [Palumbo et al., 1991 ; Hu et al., 2011]. Il existe déjà de nombreuses études sur l'ingénierie des joints de grains (GBE : Grain Boundary Engineering) qui permettent d'augmenter la fraction de joints CSL (Coincidence Site Lattice) dans le matériau [Randle, 2004]. De plus, le mécanisme de maclage, pendant les traitements thermiques, a aussi été étudié et deux mécanismes principaux ont été proposés : un accident pendant la croissance de grains [Fullman et Fisher, 1951 ; Gleiter, 1969] ou la germination d'une macle [Meyers et Murr, 1978]. Au cours de cette thèse, nous avons essayé d'analyser le

mécanisme de maclage et d'étudier son effet lors de la recristallisation primaire. L'influence de l'énergie stockée induite par la déformation sur le maclage du recuit a également été démontrée. Finalement, une simulation de type Monte Carlo du maclage a été réalisée pendant la recristallisation primaire pour mieux comprendre l'évolution et le mécanisme de maclage en s'appuyant sur une validation expérimentale.

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1 Matériaux initiaux

Deux nuances d'alliages ternaires (EM721 et EM722) à base de Ni nous ont été fournies par la société Aubert & Duval. La composition de ces deux alliages est présentée dans le tableau II.1. Seule la teneur des éléments principaux est indiquée dans le tableau.

Tableau II.1 : Composition chimique des alliages

Wt%	Ni	Cr	W	C	Fe	Si	Mn
EM721	68,8	5,7	25,2	<0,002	<0,05	0,065	0,086
EM722	60,7	19,6	19,9	<0,002	<0,05	0,075	0,08

Les lingots initiaux des deux nuances ont été préparés par forgeage à chaud. Les microstructures obtenues sont alors très hétérogènes (Figure II.1). La taille de grains varie de 100 à 750 μm pour la nuance EM721 et de 10 à 150 μm pour la nuance EM722.

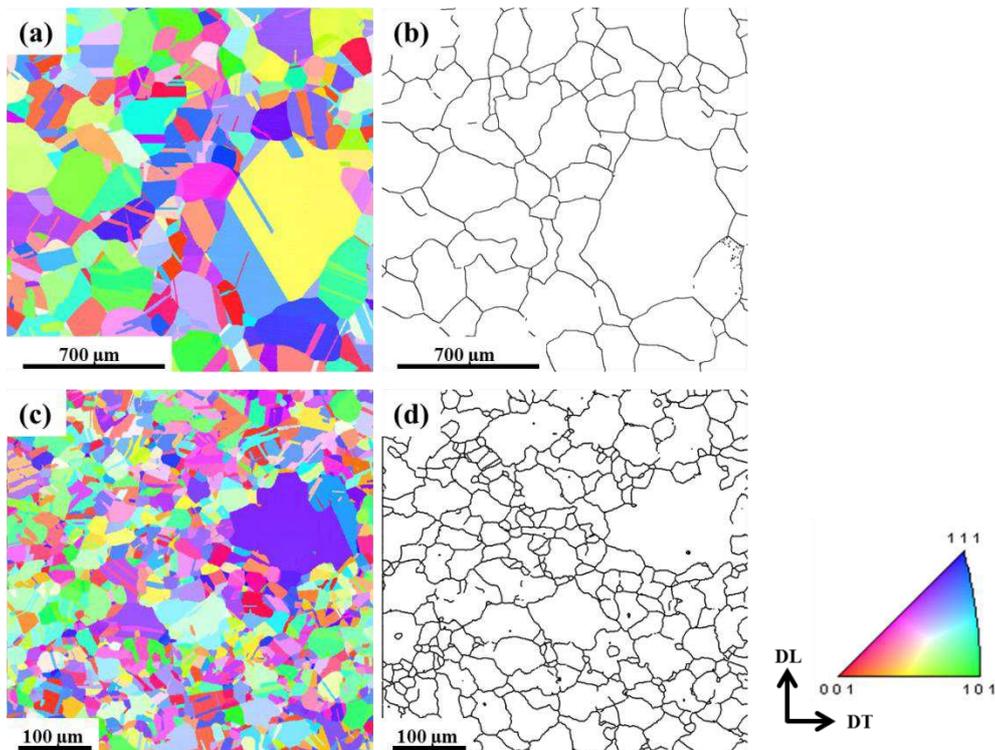


Figure II.1 : Cartographies EBSD. (a) Distribution des plans $\{hkl\}$ de l'état initial et (b) morphologie des joints de grains correspondants (sans considérer les joints de macle) pour la nuance EM721 et (c) et (d) pour la nuance EM722.

Contrairement à la nuance EM721 qui ne possède pas de précipités, la nuance EM722 possède des précipités majoritairement à l'aplomb des joints de grains. Ils ont été analysés par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) (EDS : Energy Dispersive Spectroscopy) (Figure II.2). Les précipités sont essentiellement constitués de tungstène.

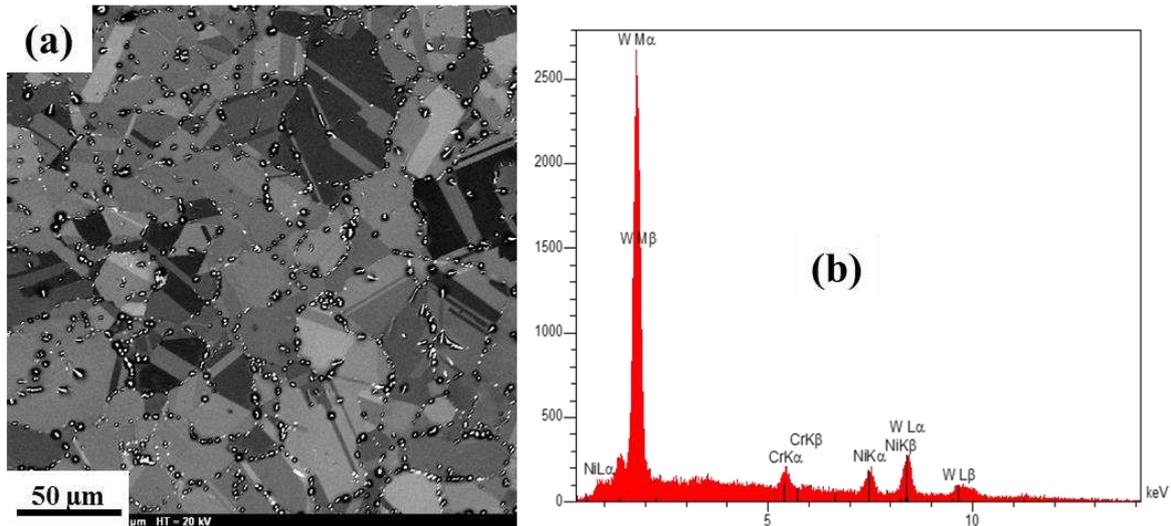


Figure II.2 : (a) Micrographie MEB de l'état initial de la nuance EM722 et (b) spectre EDS.

II.2 Procédures expérimentales

Les deux matériaux ont subi les mêmes traitements thermomécaniques. Tout d'abord, les microstructures initiales des deux échantillons doivent être homogénéisées (Chapitre III). Pour cela, des plaques d'1 cm d'épaisseur ont été découpées dans les lingots forgés puis laminées à froid (LAF) à différents taux de réduction (50%, 70% ou 90%). Enfin, un recuit sous argon à 900°C pendant 3h (Figure II.3) a été effectué.

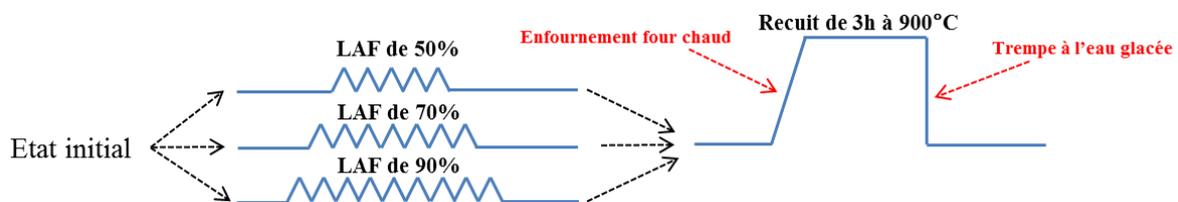


Figure II.3 : Procédure expérimentale utilisée pour le chapitre III.

Par la suite, les échantillons laminés de 90% et recuits à 900°C pendant 3h ont été choisis comme étant les nouveaux états de référence (Figure II.4). Les échantillons ont alors

subi un second laminage à froid à différents taux de réduction (20%, 40%, 60% ou 80%). L'analyse des états déformés est présentée dans le chapitre IV. Les échantillons déformés ont alors été recuits à 700°C ou à 900°C pendant différents temps. L'étude de la recristallisation est décrite dans le chapitre V. La procédure expérimentale incluant le laminage à froid et le recuit est décrite sur la figure II.4.

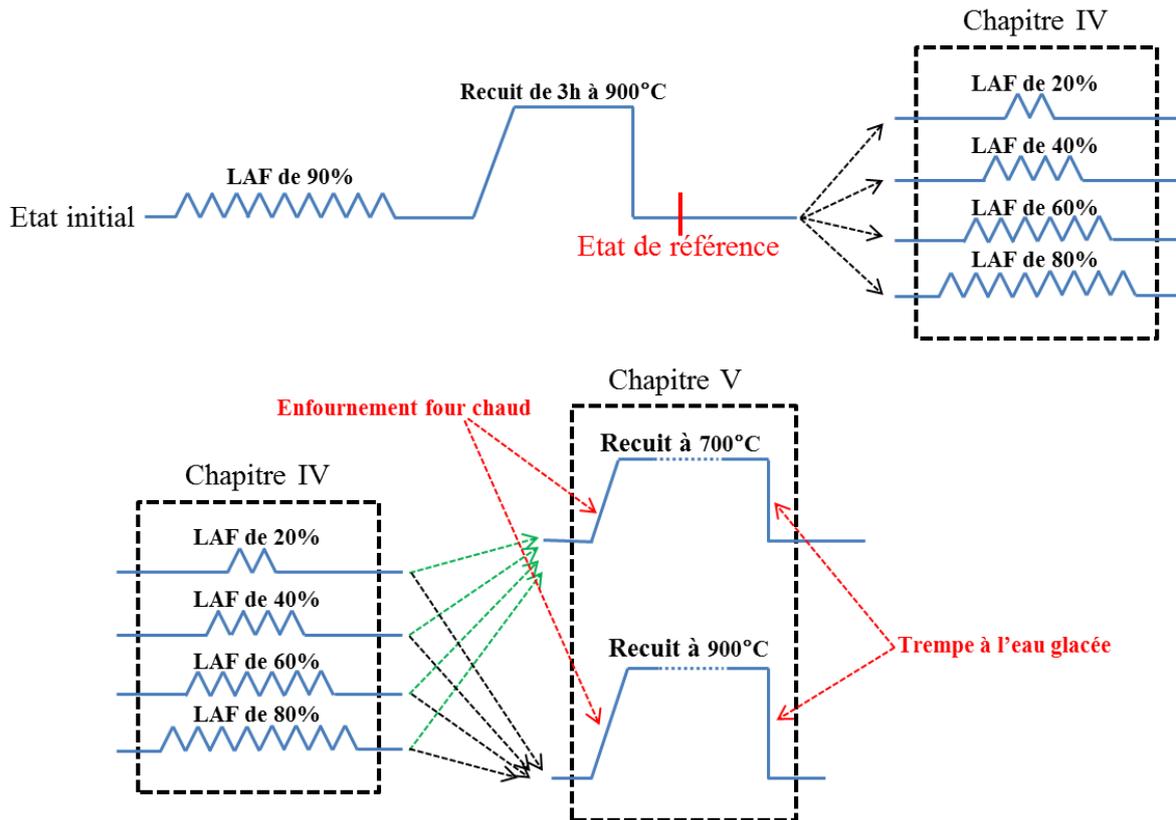


Figure II.4 : Procédure expérimentale utilisée pour les chapitres IV et V.

Parmi les échantillons utilisés dans le chapitre V, ceux qui ont été déformés par LAF de 80% et recuits à 700°C pendant 6 min (Figure II.5a) ont été choisis pour étudier les premiers stades du maillage de recuit. Les échantillons ayant subi différents taux de déformation et un recuit à 900°C pendant 4 min (Figure II.5b) ont été sélectionnés pour étudier l'influence de la déformation sur le maillage lors de la recristallisation primaire (Chapitre VI).

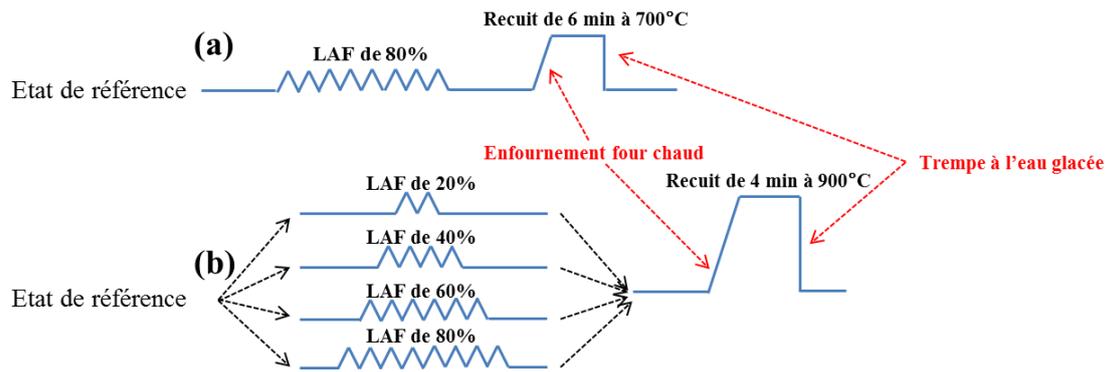


Figure II.5 : Procédures expérimentales pour le chapitre VI : (a) pour étudier les premiers stades du maillage et (b) pour étudier l'influence de la déformation sur le maillage pendant la recristallisation primaire.

Les traitements thermiques ont été réalisés sous « ampoules scellées » sous argon afin d'éviter l'oxydation des échantillons. La procédure de préparation des ampoules est décrite sur la figure II.6. Elle consiste à fermer l'extrémité d'un tube de quartz à l'aide d'un chalumeau afin de pouvoir y introduire l'échantillon. L'air qui est dans le tube est pompé, puis de l'argon y est injecté à plusieurs reprises. Une fois le système isolé, l'ampoule est fermée.

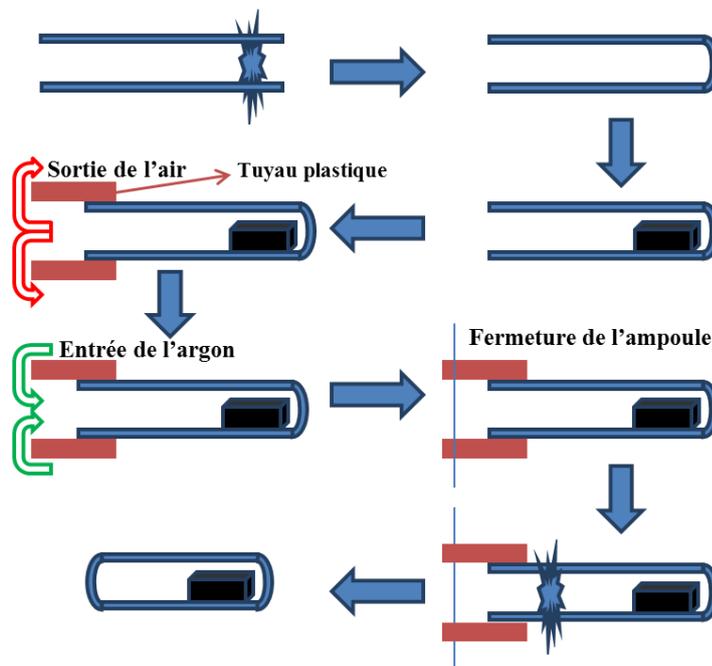


Figure II.6 : Schématisation du scellement d'un tube de quartz.

II.3 Analyses expérimentales et préparation des échantillons

Les microstructures de déformation et de recristallisation ainsi que la texture locale des échantillons ont été caractérisées à l'aide de Microscopes Electronique à Balayage MEB-FEG (Field Emission Gun) équipés d'un détecteur EBSD (Electron Back Scatter Diffraction). Deux microscopes Zeiss ont été utilisés : un SUPRA 55VP et un SIGMA HD. Les résultats ont été analysés à l'aide du logiciel OIMTM (Orientation Imaging Microscopy).

La distribution des précipités dans la nuance EM722 et leur composition chimique ont été étudiées par EDS.

Pour les analyses EBSD, les échantillons ont été polis avec des papiers SiC de grade 800 à 4000. Puis, ils ont été polis sur des feutres avec des pâtes diamantés de granulométrie décroissante de 3 à 0,25 μm . Enfin, un polissage OPS (suspension de silice colloïdale de 0,04 μm) a été réalisé.

La texture globale a été déterminée à partir de la Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC ou ODF en anglais, Orientation Distribution Function). Cette dernière a été calculée à l'aide de la méthode ADC (Arbitrarily Defined Cells) [Pawlik et al. 1991] en utilisant le logiciel Labotex, à partir de trois figures de pôles (FPs) {200}, {220}, {111} mesurées par diffraction des Rayons X (DRX) sur un goniomètre Siemens-Lücke du laboratoire ou par diffraction des neutrons sur le goniomètre 6T1 du Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay. L'énergie stockée γ (J/mol), après déformation, a également été mesurée sur ce goniomètre 6T1.

Les échantillons pour la DRX sont polis de la même manière que ceux caractérisés par EBSD. Les échantillons dédiés aux mesures par diffraction des neutrons sont construits en empilant les tôles afin de former un cube de l'ordre de 1 cm de côté.

La cinétique de recristallisation a été caractérisée à l'aide de mesures de microdureté, sous une charge de 100 g appliquée pendant 20s. La dureté Vickers HV est calculée à l'aide de l'équation II.1:

F est la force appliquée.

d est la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte.

$$HV = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (\text{II.1})$$

Cette cinétique a également été déterminée par EBSD à partir du paramètre Grain

Orientation Spread (GOS, voir annexe I) qui permet d'estimer le taux de recristallisation des échantillons.

Enfin, un microscope électronique à transmission (MET) de marque JEOL 2000EX a également été employé pour étudier les microstructures déformées et les premiers stades de la recristallisation. Le maclage, qui se produit au début de la recristallisation, a été étudié à l'aide du système ASTAR (qui permet de déterminer l'orientation des cristaux de manière automatique) installé sur un MET FEI Tecnai F20 de l'Institut de Chimie et des Matériaux de Paris-Est (ICMPE).

Les échantillons, observés par MET, nécessitent d'être polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 80 μm . Ensuite, des disques de 3mm de diamètre ont été découpés dans ces lames. Enfin, ces disques ont été électro-polis à l'aide d'un TENUPO-3. L'électrolyte utilisé contient 9% d'acide sulfurique, 0,9% d'acide hydrofluorique (à 40% de concentration), 1,3% d'acide nitrique (à 78% de concentration) et 88,8% de méthanol. La température de polissage, d'environ -30°C , est contrôlée par un bain d'azote liquide. L'intensité du courant est de l'ordre de 150-200 mA/m^2 [Cury, 2007].

II.4 Techniques expérimentales

II.4.1 Analyse de la microstructure et de la texture locale

II.4.1.1 MEB/EBSD

L'utilisation de la microscopie électronique à balayage est fondée sur les interactions électrons/matière afin d'observer et/ou d'obtenir des informations sur la surface ou la proche surface des échantillons. De ces interactions, plusieurs signaux sont réémis (les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés, les électrons Auger, et les rayons X, par exemple).

L'EBS est une technique qui utilise les électrons rétrodiffusés. Selon la figure II.7a, lorsque les électrons incidents arrivent sur l'échantillon, certains ont des interactions quasi-élastiques avec le noyau des atomes de l'échantillon. Puis, ils sont diffusés avec une faible ou « sans » perte d'énergie et leur direction de propagation est alors modifiée par cette interaction.

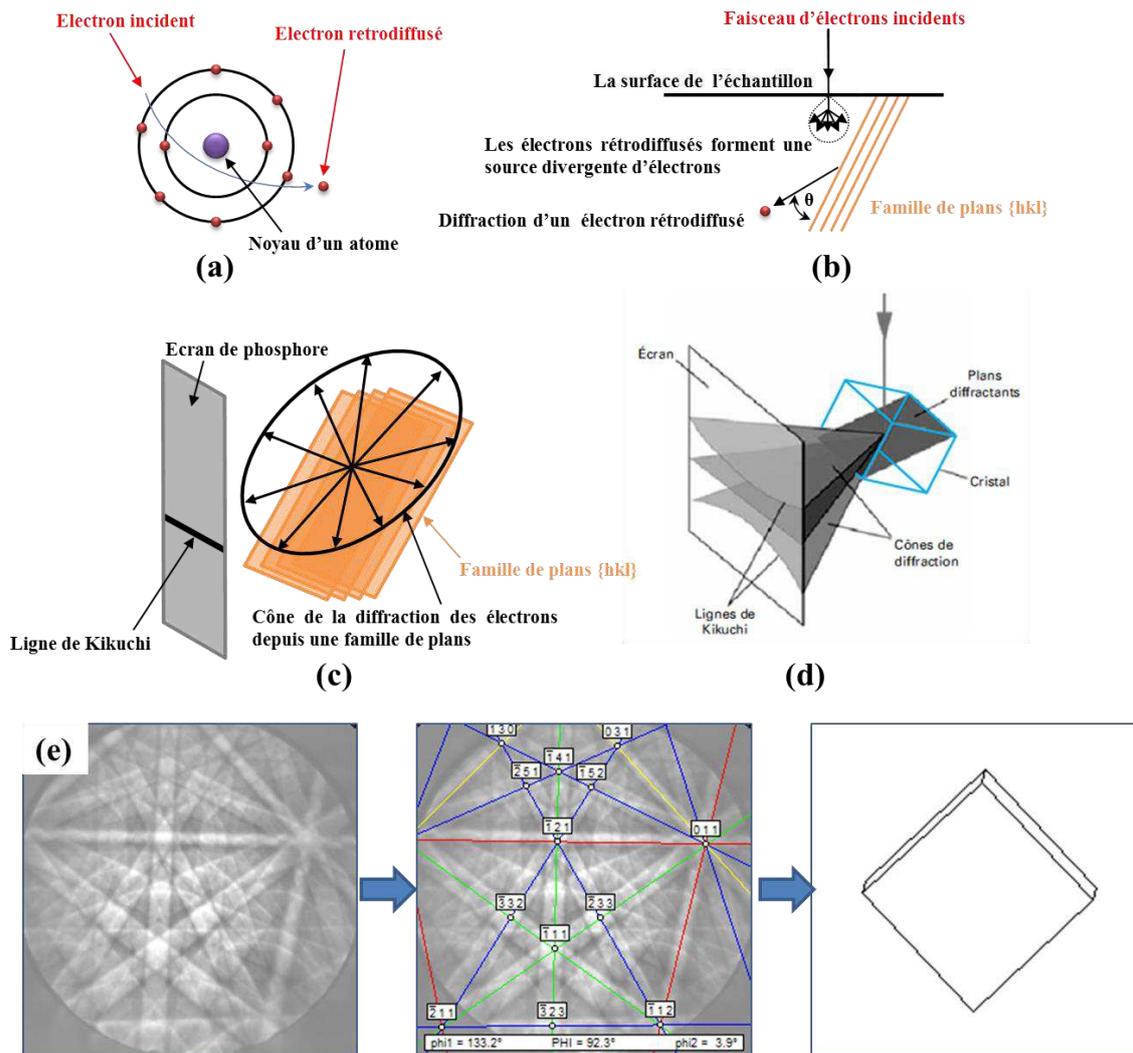


Figure II.7 : Principe de l'EBSD : (a) production des électrons rétrodiffusés, (b) formation de la source ponctuelle divergente d'électrons, (c) formation de la ligne de Kikuchi, (d) formation de la bande de Kikuchi et (e) Détermination de l'orientation d'un cristal à partir du digramme de Kikuchi.

Les électrons diffusés forment une source ponctuelle divergente en sous surface de l'échantillon (Figure II.7b). La propagation des électrons rétrodiffusés se fait dans toutes les directions et certains d'entre eux peuvent alors être diffractés par les plans cristallins {hkl} des grains d'un matériau cristallisé et satisfaisant la loi de Bragg. Les électrons diffractés par une famille de plans créent un « cône de diffraction » (Figure II.7c) et lorsque ce cône est intercepté par un écran phosphorescent (l'écran du détecteur), une ligne de Kikuchi est obtenue. En fait, selon la figure II.7d [Baudin, 2013], deux lignes de Kikuchi presque parallèles sont obtenues pour une famille de plans (elles forment une bande de Kikuchi). Par conséquent, pendant l'analyse, pour un cristal donné, plusieurs bandes de Kikuchi peuvent être obtenues. En comparant l'angle entre ces bandes à des angles théoriques, les plans

correspondants à chaque bande de Kikuchi peuvent être déterminés et de fait l'orientation du cristal (Figure II.7e).

II.4.1.2 MET/ASTAR

ASTAR, installé sur un MET FEI Tecnai F20, est un système permettant de déterminer l'orientation des cristaux comme l'EBSD, mais avec une meilleure résolution mais avec la nécessité de préparer une lame mince (au mieux, le pas d'acquisition est environ 5 nm, et dans notre cas, il a été choisi égal à 10 nm). Le principe de fonctionnement d'ASTAR est différent de celui de l'EBSD. La caméra est installée en dehors de la colonne du MET (Figure II.8a), au lieu d'être installée dans la chambre du microscope pour l'EBSD.

De plus, si l'EBSD fonctionne selon la diffraction des électrons rétrodiffusés, ASTAR quant à lui, utilise la diffraction des électrons incidents. L'EBSD détermine l'orientation cristallographique à partir de diagrammes de Kikuchi alors qu'ASTAR utilise des diagrammes de diffraction (diagrammes de points). Ainsi, selon la structure et la symétrie des cristaux, ASTAR génère un double-triangle standard (Figure II.8b). Des clichés de diffraction sont alors simulés pour toutes les orientations possibles présentes dans ce triangle avec un pas de 1°. Ensuite, le système compare le cliché de diffraction expérimental avec tous les clichés simulés, en calculant des indices de corrélation $Q(i)$ pour chaque orientation possible selon l'équation II.2. i est le numéro de l'orientation possible. $E(x_j, y_j)$ est le cliché expérimental et $S_i(x_j, y_j)$ est le $i^{\text{ème}}$ cliché simulé pour la $i^{\text{ème}}$ orientation possible. x_j et y_j sont les coordonnées du $j^{\text{ème}}$ point dans le diagramme de diffraction.

$$Q(i) = \sum_{j=1}^m E(x_j, y_j) S_i(x_j, y_j) \quad (\text{II.2})$$

Enfin, ASTAR compare les indices de corrélation $Q(i)$ de toutes les orientations. L'orientation cristalline correspond alors à celle qui a l'indice de corrélation le plus élevé.

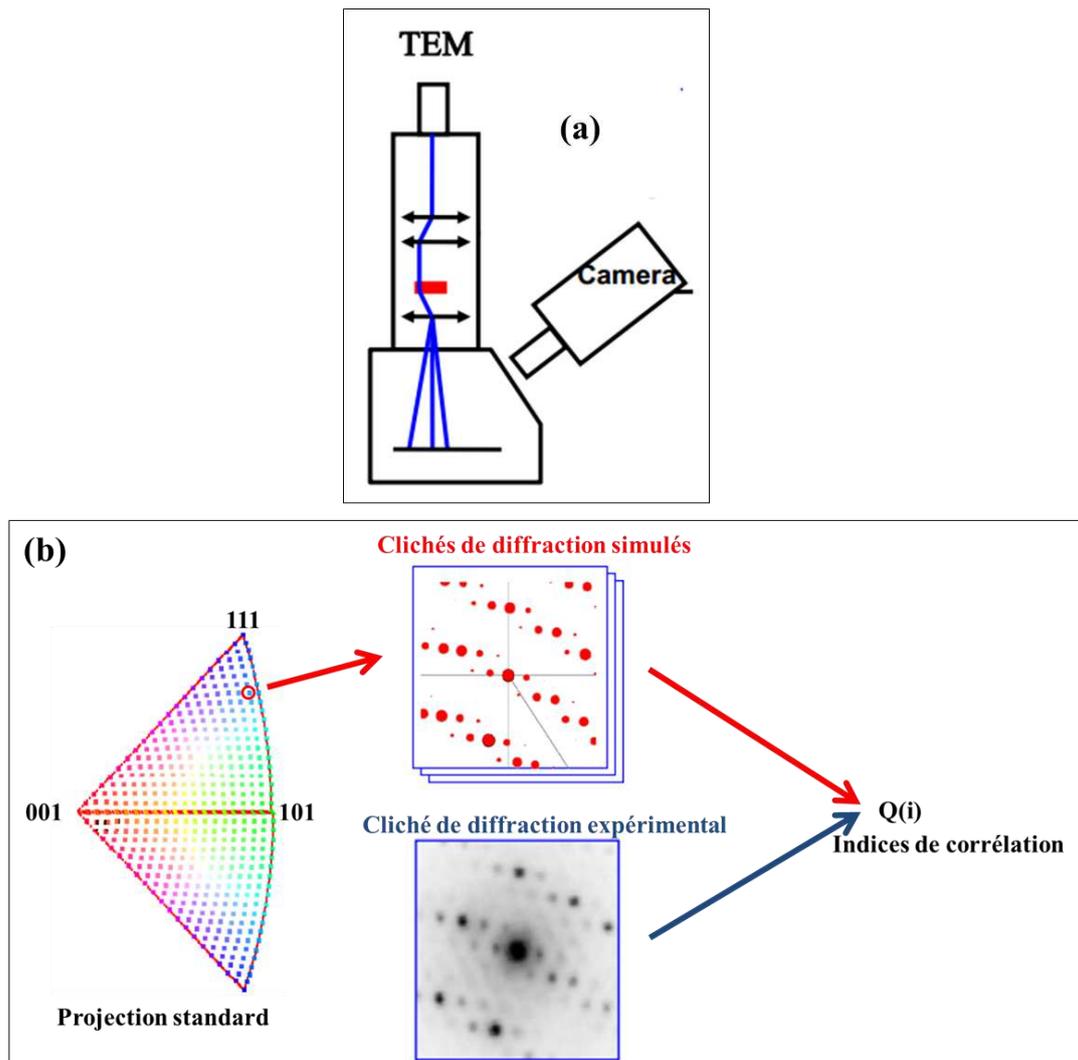


Figure II.8 : (a) Position de la caméra dans le MET et (b) principe du système ASTAR pour déterminer les indices de corrélation ainsi que l'orientation des cristaux [Depuis internet : http://nanocrystallography.research.pdx.edu/media/cms_page_media/15/BerlinASTARII.pdf].

II.4.2 Analyse de la texture globale

II.4.2.1 Diffraction des rayons X

La détermination de la texture par diffraction des rayons X est fondée sur la méthode en réflexion de Schulz [Schulz, 1949]. Selon la figure II.9, l'échantillon est placé au centre d'un goniomètre. Quand le faisceau d'électrons incident arrive sur l'échantillon, il est diffracté par certaines familles de plans cristallins selon la loi de Bragg. Le faisceau diffracté est détecté par un détecteur courbe ($0-120^\circ$) qui permet d'obtenir un spectre de diffraction contrairement à un détecteur ponctuel. Cela permet d'acquérir plusieurs figures de pôles simultanément.

Lors de la mesure, un mouvement de translation selon l'axe X_1 (Figure II.9) est imposé à

l'échantillon afin que le faisceau balaye une zone plus grande pour augmenter la statistique de comptage. Deux rotations radiale (angle χ entre 0 et 70° selon l'axe X_2) et azimutale (angle φ entre 0 et 360° selon l'axe X_3) sont effectuées sur l'échantillon à partir de sa position initiale. Comme la diffraction dépend des cristaux qui sont en position de diffraction ainsi que de l'orientation de l'échantillon par rapport au faisceau, les deux rotations permettent alors d'avoir tous les cristaux en condition de diffraction.

Les mesures de texture par diffraction des rayons X ont été réalisées au laboratoire au moyen d'un goniomètre de texture de type Siemens-Lücke avec une anticathode de $\text{Co K}\alpha$ ($\lambda = 1,788\text{\AA}$) et une tension d'accélération de 30kV. Trois figures de pôles $\{200\}$, $\{220\}$ et $\{111\}$ ont été mesurées avec un pas d'acquisition de 5° en φ et en χ .

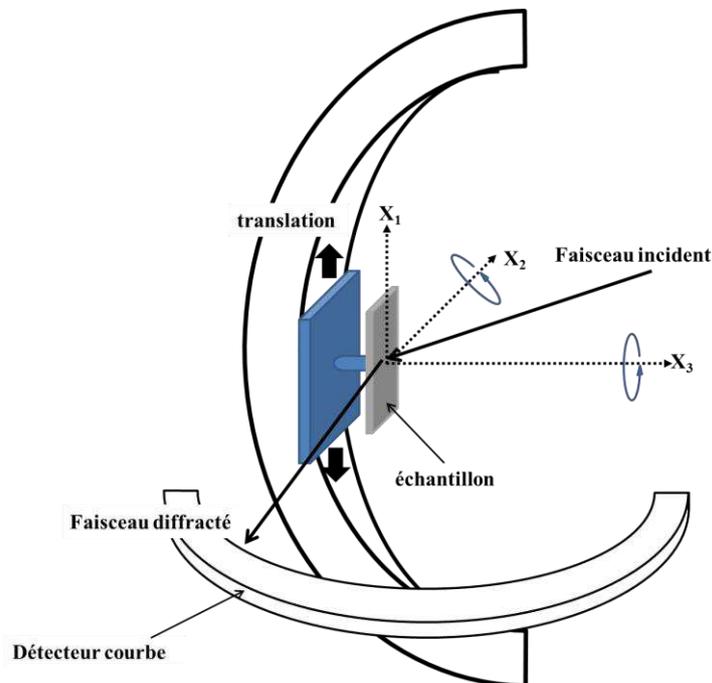


Figure II.9 : Principe de la diffraction des rayons X avec un détecteur courbe et un goniomètre de texture de type Siemens-Lücke qui permet un mouvement de translation et deux mouvements de rotation.

II.4.2.2 Diffraction des neutrons

La première utilisation de la diffraction des neutrons pour l'analyse de la texture a été réalisée par Brockhouse et Chalk en 1953 [Engler et Randle, 2010].

La diffraction des neutrons a été utilisée pour caractériser la texture globale des échantillons des deux nuances, à l'aide du goniomètre 6T1, du Laboratoire Léon Brillouin (LLB) du CEA de Saclay. Les neutrons sont émis par le réacteur Orphée avec une longueur

d'onde de 1,159Å.

La diffraction des neutrons présente deux principaux avantages par rapport aux autres techniques :

1. Tout d'abord, elle permet de mesurer, en transmission, une texture en volume d'échantillons de l'ordre du cm^3 . Il est donc possible d'accéder à des composantes mineures de la texture ou à la texture de matériaux à gros grains.
2. Ensuite, la préparation des échantillons est très simple. Il suffit de donner une forme cubique aux échantillons (empilement de tôles). Aucune préparation de surface n'est nécessaire.

II.4.3 Cartographie EBSD et ASTAR

Nous utiliserons principalement les deux outils suivants pour décrire les microstructures et l'orientation des grains.

II.4.3.1 Distribution des indices de qualité (IQ - Image Quality)

L'indice de qualité est un paramètre qui décrit la qualité des diagrammes de diffraction. Les distorsions du réseau cristallin dans le volume diffractant peuvent conduire à une qualité de diffraction (plus diffuse) moins bonne. Cela permet donc d'utiliser le paramètre IQ (ou la distribution des IQ) pour présenter la distribution de l'écroissage local dans la microstructure.

II.4.3.2 Distribution des plans {hkl} (IPF - Inverse Pole Figure)

La distribution des plans {hkl} est une méthode pour décrire des cristaux par rapport au plan de référence, à l'aide de différentes couleurs. Les trois plans de référence les plus utilisés sont le plan de laminage, le plan transverse et le plan longitudinal de l'échantillon.

Un exemple est montré sur la figure II.10. Si le plan de référence est le plan de laminage, la famille de plans {001} du grain est parallèle à ce plan. Par conséquent, ce grain est mis en rouge, selon le triangle standard qui permet de distribuer la couleur en fonction de la direction cristalline. Cependant, si le plan de référence est le plan de transverse ou le plan longitudinal, la famille de plans parallèle est {011} et le grain est donc colorié en vert. En utilisant cette façon pour colorier tous les grains analysés, la distribution d'une direction des cristaux

devient visible.

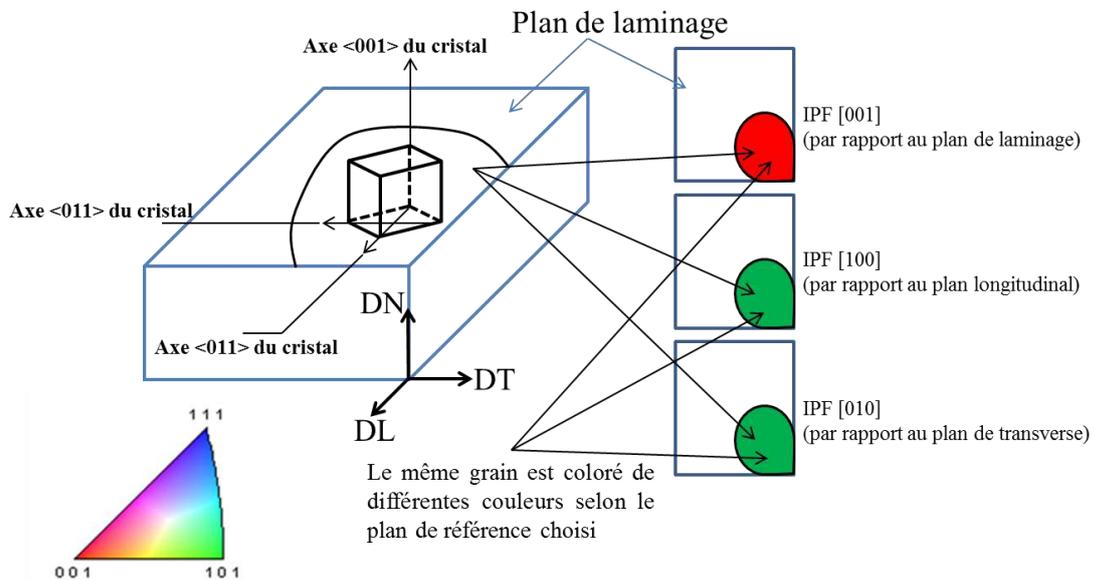


Figure II.10 : Exemple de distribution des plans $\{hkl\}$ par rapport au plan de référence.

Dans ce rapport, si ce n'est pas mentionné, le plan de laminage est choisi comme référence et la couleur correspondra donc au plan cristallographique parallèle au plan de laminage.

II.4.4 Présentation de la texture

II.4.4.1 Figure de pôles (FP)

La texture globale des échantillons peut être présentée sous la forme de figures de pôles (FP). Une FP est la projection stéréographique, sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon. Les trois FPs les plus utilisées pour les matériaux CFC sont les figures de pôles $\{200\}$, $\{220\}$ et $\{111\}$.

Pour chaque FP $\{hkl\}$, les points représentés décrivent les directions $\langle hkl \rangle$ normales aux plans $\{hkl\}$. La figure II.11 donne deux exemples pour la FP $\{001\}$. De fait, il n'y a donc que les directions $\langle 001 \rangle$ qui sont considérées. Pour le premier cristal, son axe $\langle 001 \rangle$ est parallèle à la direction normale de l'échantillon. Après projection, l'orientation de cet axe se trouve donc au centre de la FP $\{001\}$. Pour le second cristal, qui a subi une rotation selon la direction

de laminage, son axe $\langle 001 \rangle$ est alors incliné par rapport à la direction DN. Par conséquent, l'orientation de cet axe est sur l'axe DT, au lieu d'être au centre de la FP $\{001\}$.

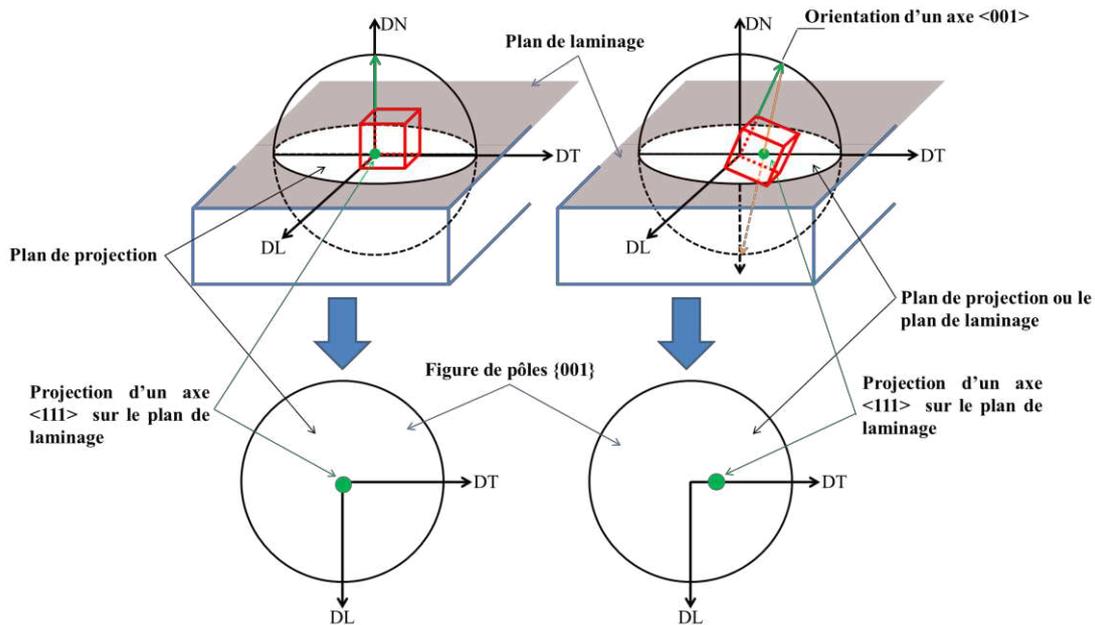


Figure II.11 : Description d'un pôle sur les FP $\{001\}$ pour deux cristaux orientés différemment.

II.4.4.2 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)

La représentation des textures reste cependant limitée avec les figures de pôles. Par exemple, selon la figure II.12, les deux cristaux (ou deux grains) ont deux orientations différentes. Cependant, comme les axes $\langle 001 \rangle$ sont parallèles à la direction normale de l'échantillon, ils sont décrits par le même point au centre de la figure de pôles $\{001\}$. Par conséquent, pour les distinguer et avoir un résultat quantitatif (densité d'orientations), il faut utiliser la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) $F(g)$ (ou Orientation Distribution Function, ODF). L'orientation g est alors couramment décrite par les trois angles d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$.

Les trois angles d'Euler permettent de relier le repère du cristal à celui de l'échantillon. Selon la figure II.13, les axes X, Y, Z correspondent aux axes de l'échantillon et les axes X', Y', Z' sont les axes du cristal. L'orientation de ce cristal peut être décrite par les trois rotations suivantes :

- la première rotation est une rotation de φ_1 autour de l'axe Z . Les axes Y' et

Y deviennent X' et Y' ;

- la deuxième rotation est une rotation de ϕ autour du nouvel axe X' . Les axes Z et Y' deviennent Z'' et Y'' ;
- la dernière rotation est une rotation de ϕ_2 autour du nouvel axe Z'' . Les axes X' et Y'' deviennent X''' et Y''' .

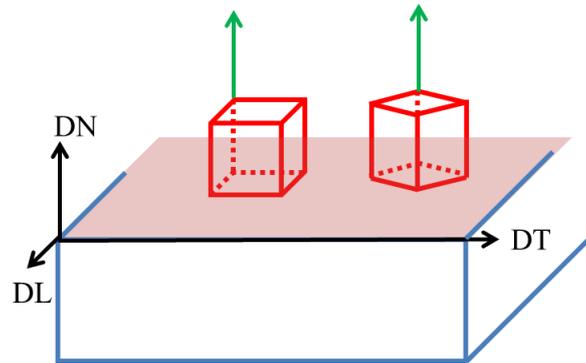


Figure II.12 : Exemple de deux cristaux dont l'axe $\langle 001 \rangle$ est parallèle à la direction normale de l'échantillon. Même si les orientations sont différentes, au centre de la figure de pôles $\{001\}$, les deux cristaux sont décrits par le même point.

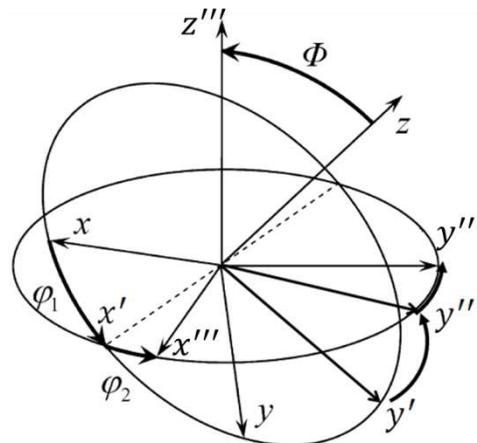


Figure II.13 : Angles d'Euler et rotations correspondantes [Schwartz et al, 2009].

II.4.4.3 Calcul de la FDOC

La fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) est calculée à partir de l'équation II.3 :

V est le volume totale,

dg est un élément différentiel de rotation de l'orientation g ,

dV est le volume des cristaux qui ont une orientation comprise entre g et $g+dg$.

$$\frac{dV}{V} = F(g) dg \quad (\text{II.3})$$

Le calcul de la FDOC revient à déterminer $F(g)$ à partir des figures de pôles expérimentales (Equation II.4) :

$q(\chi, \varphi)$ est la densité de points,

$d\gamma$ est l'élément différentiel de rotation autour de la normale au plan diffractant.

$$q(\chi, \varphi) = K \int_0^{2\pi} F(g) d\gamma \quad (\text{II.4})$$

La texture peut alors être représentée dans l'espace d'Euler où chaque orientation est décrite par les trois angles d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et l'intensité de $F(g)$ correspondante.

II.4.5 Energie stockée

L'énergie stockée des orientations $g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ est liée à l'élargissement des pics de diffraction mesurés par diffraction des neutrons (mesure de figures de pôles d'élargissement de pics de diffraction [Etter et al., 2002]). L'élargissement des pics est obtenu à partir du calcul de leur largeur intégrale normalisée $b_m(s)$. En utilisant l'approche de Stibitz [Stibitz, 1937], l'énergie stockée $E_{\{hkl\}}(\chi, \varphi)$ est donnée par l'équation II.5 :

E_{hkl} et ν_{hkl} sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson pour le plan $\{hkl\}$. Ils sont calculés avec le modèle de Kröner [Kröner, 1958],

$b_m(s)$ est associée à la microdéformation $\langle \varepsilon^2 \rangle$,

s est le vecteur de diffraction qui est égal à $\frac{2 \sin \theta}{\lambda}$ et

θ est l'angle de Bragg.

$$E_{\{hkl\}}(\chi, \varphi) = \frac{3}{2} \frac{E_{hkl}}{(1 + 2\nu_{hkl}^2)} \left(\frac{b_m(s)}{2 \tan(\theta)} \right)^2 = \frac{3}{2} \frac{E_{hkl}}{(1 + 2\nu_{hkl}^2)} \langle \varepsilon^2 \rangle \quad (\text{II.5})$$

$b_m(s)$ dépend à la fois de la taille des domaines diffractants (D) $b_D(s)$ et de la microdéformation (ε) $b_s(s)$ (Equation II.6) [Etter et al., 2002].

$$b_m^2(s) = b_D^2(s) + b_s^2(s) = \frac{1}{D^2} + 2\pi \langle \varepsilon^2 \rangle s^2 \quad (\text{II.6})$$

En faisant l'hypothèse que pour une déformation donnée, le terme de microdéformation $\langle \varepsilon^2 \rangle$ reste constant pour la même famille de plans et que D est constant quelle que soit la famille de plans $\{hkl\}$, la taille moyenne du domaine diffractant s'en déduit facilement à partir de deux ordres successifs d'une même famille de plans, comme $\{111\}$ et $\{222\}$ pour les matériaux cfc.

Chapitre III : Homogénéisation et précipitation

III.1 Problématiques

Avant d'aborder l'analyse de la déformation et de la recristallisation des nuances EM721 et EM722, il convient d'une part, d'homogénéiser les microstructures et d'autre part, de vérifier l'état de précipitation de la seconde nuance.

III.1.1 Taille de grains

Les microstructures des nuances EM721 et EM722, après forgeage à chaud, sont très hétérogènes avec une grande variation de la taille de grains, comme montré dans le chapitre II. Or, il est bien connu que la taille de grains a une influence sur les mécanismes de déformation et de recristallisation, donc cette microstructure hétérogène ne peut pas être utilisée comme point de départ de notre étude.

De plus, comme les grains ont une taille de quelques centaines de microns, ils rendent les analyses MEB/EBSD difficiles pour accéder à des résultats statistiques, c'est-à-dire représentatifs de la microstructure globale.

Donc, il a fallu mettre au point un traitement thermomécanique pour homogénéiser la microstructure et réduire la taille de grains.

III.1.2 Précipitation dans la nuance EM722

Dans la nuance EM722, il existe des précipités de W montrés sur la figure II.2(a) du chapitre II. Après analyse d'image, nous obtenons une fraction surfacique de cette deuxième phase d'environ 2%.

Les précipités ont une influence sur la déformation et la recristallisation. D'abord, pendant la déformation plastique, si les précipités sont solides (non-déformables) avec une taille assez grande, ils peuvent bloquer le mouvement des dislocations qui les contournent par le mécanisme d'Orowan (Figure III.1). De plus, comme ils sont non-déformables par rapport à la matrice, il existe une forte incompatibilité de déformation locale à l'interface précipité/matrice. Cela cause une création de dislocations autour des précipités. Par

conséquent, les précipités ont un effet sur la densité et la distribution des dislocations dans la matrice [Humphreys et Hatherly, 2004].

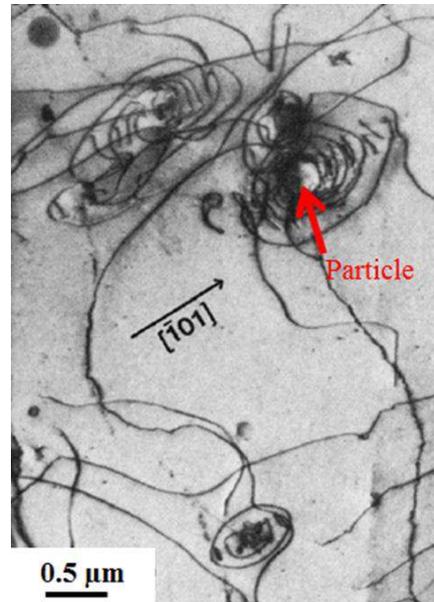


Figure III.1 : Génération de dislocations (boucle d'Orowan) autour d'une particule de SiO₂ dans un monocristal Cu-si faiblement déformé suivi d'un léger effet de réchauffement dû au faisceau des électrons pendant l'observation [Humphreys et Stewart, 1972].

Ensuite, pendant les traitements thermiques, ces zones deviennent des sites favorables pour la formation des germes. Ce mécanisme de PSN (Particle Stimulated Nucleation), conduit souvent à une recristallisation rapide. En considérant le rôle de ces précipités, il faut donc vérifier au préalable si la précipitation est bien finie avant les études proprement dites de la déformation et de la recristallisation.

III.2 Homogénéisation de la nuance EM721

Pour homogénéiser la microstructure et réduire la taille de grains, un traitement thermomécanique a été mis au point tout d'abord sur la nuance EM721. Lorsque ce traitement sera optimisé, il sera vérifié sur la nuance EM722.

III.2.1 Procédure expérimentale

La taille de grains finale après traitement thermomécanique dépend de la germination et

de la croissance des grains [Humphreys et Hatherly, 2004]. La germination dépend du taux de déformation des matériaux avant le traitement thermique. Une forte déformation augmente la fréquence de germination, donc beaucoup de germes se forment et la taille de grains finale est petite. Ce phénomène peut être observé à partir de la figure III.2 qui montre l'influence de la déformation (allongement en traction) sur la taille de grains du laiton α après des recuits de recristallisation à différentes températures [Eastwood et al., 1935]. De plus, selon cette figure, on peut remarquer que l'influence de la température de recuit sur la taille de grains est négligeable.

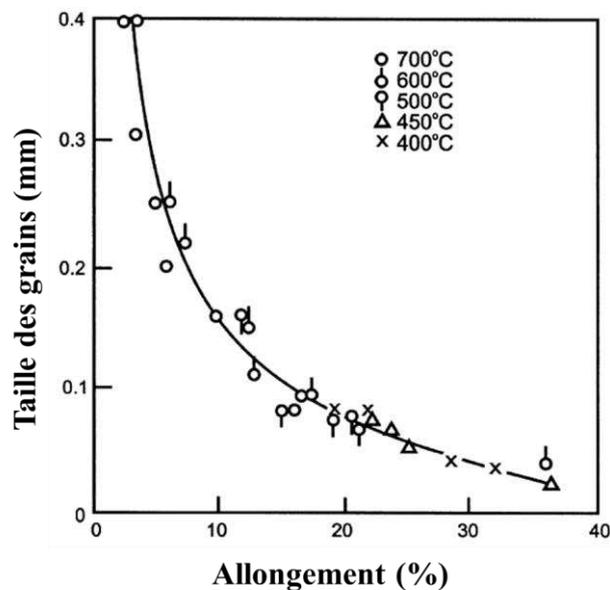


Figure III.2 : Influence de la déformation sur la taille de grains après des recuits à différentes températures [Eastwood et al., 1935].

Compte tenu de ces résultats, des tôles de nuance EM721 d'1 cm d'épaisseur ont été découpées dans les lopins cylindriques, bruts de forgeage à chaud. Ensuite, ils ont été laminés à froid (LAF) avec des taux de réduction différents (50%, 70% et 90%). Enfin, ils ont subi des traitements thermiques à 900°C pendant 3h (pour que la recristallisation soit complète) et une trempe à l'eau glacée.

Après les déformations et les recuits, les microstructures ont été analysées par EBSD (sauf celle après 90% de laminage qui est trop déformée pour être analysée par EBSD). Les textures de déformation et de recristallisation ont été caractérisées par diffraction des neutrons.

III.2.2 Résultats et discussion

III.2.2.1 Microstructure et texture de déformation

Les microstructures de la nuance EM721, après 50% et 70% de déformation, sont montrées sur la figure III.3.

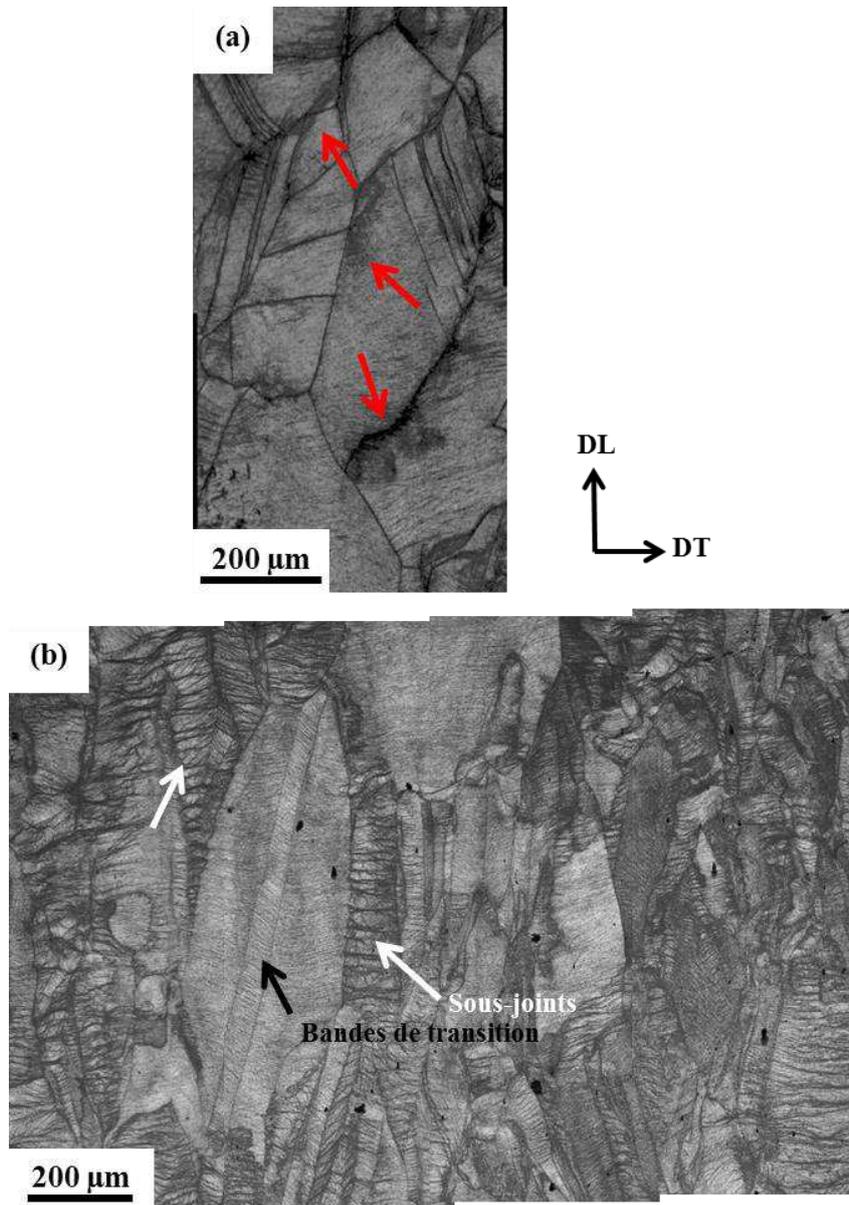


Figure III.3 : Cartographies EBSD de la nuance EM721 (a) après 50% de laminage et (b) après 70% de laminage. Distribution des IQ.

Après 50% de laminage (Figure III.3a), la localisation de la déformation peut être observée à proximité des joints de grains (flèches rouges), sans formation de sous-structure.

Au contraire, après 70% de laminage (Figure III.3b), la formation de sous-structures lamellaires est observée. En outre, la microstructure devient hétérogène. Ces sous-structures ne se forment que dans les petits grains comme le montrent les sous-joints (flèches blanches). Dans les gros grains, le glissement des dislocations est bien observé mais les sous-structures de dislocations ne sont pas visibles. Cependant, une bande de transition dans l'orientation laiton $\{011\} \langle 211 \rangle$ est également observée dans un gros grain (flèche noire). Ce type de bande a déjà été trouvée dans l'aluminium de haute pureté [Hjelen et al., 1991]. La différence de microstructure entre les petits et les gros grains est liée à l'influence de la taille de grains sur la déformation sur. Plus la taille de grains est petite, plus la densité de dislocations est grande après déformation [Kazeminezhad, 2008].

Les coupes de la FDOC de la figure III.4 montrent l'évolution de la texture en fonction du taux de déformation.

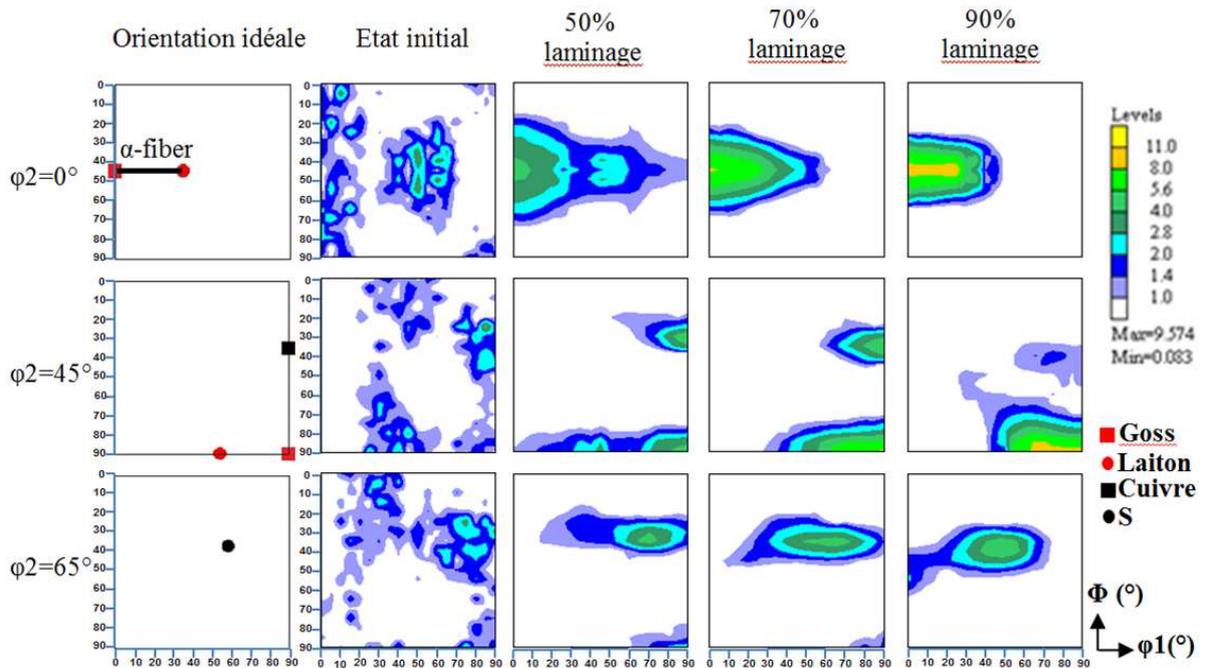


Figure III.4 : Evolution de la texture de déformation (EM721) en fonction du taux de laminage. Coupes de la FDOC à $\phi_2=0^\circ$, 45° et 65° .

Le renforcement de la fibre α (de l'orientation Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$ à l'orientation Laiton $\{011\} \langle 211 \rangle$) et de la composante S $\{123\} \langle 634 \rangle$ est observé quand le taux de déformation augmente. De plus, la composante Cuivre $\{112\} \langle 111 \rangle$ (et la composante D $\{4\ 4\ 11\} \langle 11\ 11\ 8 \rangle$ qui est très proche de la Cuivre) diminue avec l'augmentation de la déformation et disparaît après 90% de laminage. Au contraire, Julliard a trouvé un renforcement de la texture

de type Cuivre dans l'alliage Fe-36wt.%Ni (Invar) après forte déformation [Julliard, 2001]. De même, dans l'alliage Ni – 5at.%W, les composantes principales sont S, Laiton et Cuivre après 95% de laminage à froid avec une faible fraction de la composante Goss [Bhattacharjee et al., 2009].

Cette différence peut s'expliquer par la valeur d'énergie de défauts d'empilement (EDE γ_{EDE}) des alliages. Les alliages ternaires base Ni que nous avons étudiés ont une faible EDE ($\gamma_{EDE} = 4\sim 10 \text{ mJ/m}^2$) qui favorise la formation de la texture de type Laiton (fibre α), alors que la texture de type Cuivre ne se forme que dans les métaux et alliages qui ont une forte EDE, ce qui est le cas d'Invar (γ_{EDE} est environ de 122 mJ/m^2 [Schramm et Reed, 1976]) et de l'alliage Ni – 5at.%W (ou Ni – 14wt.%W, $\gamma_{EDE} = 88\sim 45 \text{ mJ/m}^2$ [Johnson et al., 1972]).

III.2.2.2 Microstructure et texture de recristallisation

Les microstructures de recristallisation après le recuit à 900°C sont montrées sur la figure III.5 pour les tôles ayant subi les trois taux de laminage. La microstructure des échantillons faiblement ou moyennement déformés (50% et 70% de LAF) est encore très hétérogène après le recuit. Au contraire, celle de l'échantillon fortement déformé (90% de LAF) est quasi homogène. De plus, sa taille moyenne de grains est d'environ $17 \mu\text{m}$ (sans considérer les macles), ce qui est beaucoup plus petit qu'à l'état brut de forgeage à chaud. Par conséquent, 90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h est un processus favorable pour développer un état de référence avec une microstructure homogène et à petits grains.

La texture cet état (analysée par diffraction de neutrons) est décrite sur la figure III.6. Il existe la fibre $\{011\}$ (ligne rouge en pointillés) qui contient les orientations de Goss, Laiton et les autres composantes $\{011\} \langle uvw \rangle$. On peut noter aussi la présence des composantes Cube $(001) \langle 100 \rangle$ et D. Selon la FDOC, l'intensité maximale est d'environ 4, la texture est donc peu accusée.

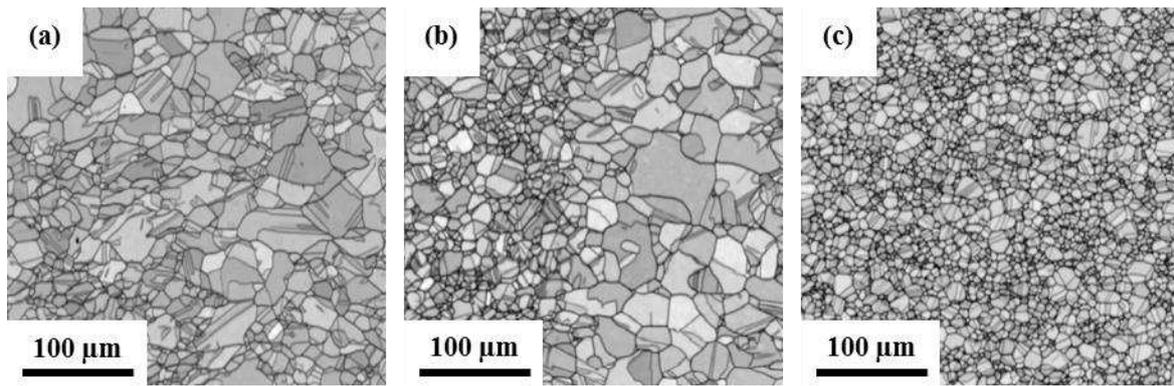


Figure III.5 : Microstructures EBSD après un recuit à 900°C pendant 3h pour la nuance EM721 laminée avec différents taux de réduction (a) 50%, (b) 70% et (c) 90%.

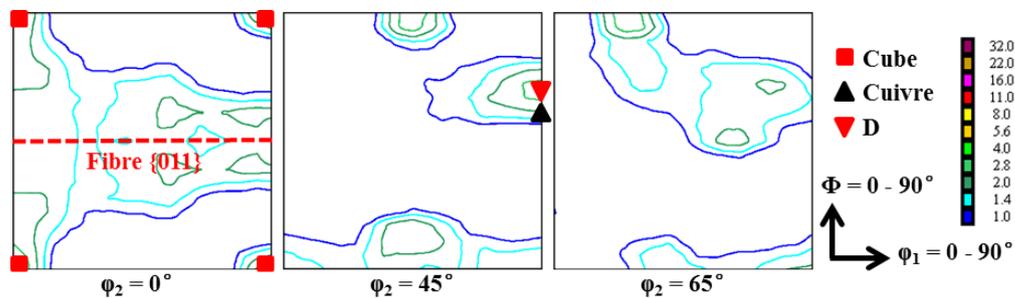


Figure III.6 : Texture de l'état de référence de la nuance EM721 (90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h).

III.2.2.3 Mécanismes de recristallisation

Un échantillon de la nuance EM721 après 90% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 1h, a été préparé pour développer une recristallisation partielle. Le but est d'étudier les mécanismes de recristallisation et de comprendre pourquoi la microstructure devient plus homogène après une forte déformation. La figure III.7 montre la microstructure de cet échantillon.

Selon cette image, au début de la recristallisation, les germes se forment principalement dans les petits grains déformés. En effet, comme décrit précédemment (Figure III.3), les sous-structures se forment d'abord dans les petits grains où il y a plus de systèmes de glissement activés par rapport aux gros grains (Figure III.3b). Ces sous-structures permettent une restauration plus rapide des petits grains et de fait, la germination commence plus tôt à l'aplomb des joints de ces petits grains déformés.

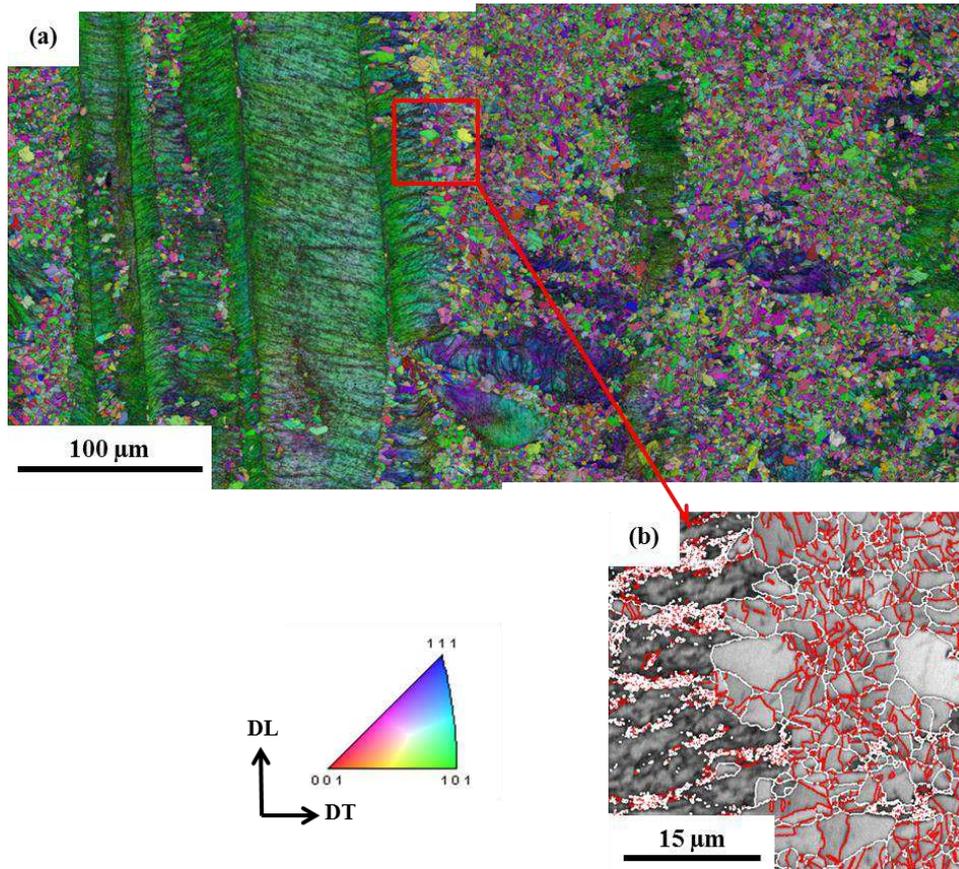


Figure III.7 : Cartographies EBSD de la nuance EM721 après 90% de LAF et un recuit à 700°C pendant 1h. (a) Distribution des IPF {hkl} et (b) zoom de (a) avec la superposition des joints de macle (en rouge) et des joints généraux (en blanc) sur la distribution des IQ.

Ensuite, lors de la croissance, ces nouveaux grains peuvent se rencontrer et voir leur croissance fortement ralentie puisque la différence d'énergie stockée entre les grains recristallisés est nulle et seule l'énergie de joint, faiblement motrice, subsiste. En revanche, les petits grains recristallisés à côté des gros grains déformés peuvent se développer aux dépens de ces derniers (forte différence d'énergie stockée). Cela correspond à un mécanisme de croissance par SIBM (Strain Induced grain Boundary Migration) à partir des sous-grains dont on reparlera au chapitre V.

Après une déformation faible ou moyenne, les gros grains déformés sont très larges et laissent donc la possibilité aux petits grains recristallisés voisins de fortement croître à leurs dépens. Dans ces conditions, on se trouve en présence d'une double population de grains, des petits qui ont du mal à croître compte tenu de leur environnement et des gros après avoir envahi les gros grains déformés. En revanche, après le fort taux de laminage, les gros grains déformés deviennent très fins (et très allongés) et de ce fait, ils limitent la croissance des

petits grains recristallisés. La microstructure devient donc beaucoup plus homogène en termes de taille de grains.

La figure III.7b montre les joints de macles (lignes rouges) qui se forment dans les nouveaux grains recristallisés. Ils se forment pendant la germination et la croissance par SIBM comme Julliard l'a montré dans l'Invar [Julliard, 2001]. Le maclage accompagne donc la recristallisation (des études plus détaillées seront présentées dans le chapitre VI). En outre, la formation de la fibre {011}, pendant la recristallisation, est aussi liée au maclage (voir chapitre V).

III.3 Homogénéisation de la nuance EM722 et analyse de l'état de précipitation

III.3.1 Vérification de la microstructure

Comme un LAF de 90% suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h permet d'homogénéiser la microstructure de la nuance EM721, le même traitement thermomécanique a été réalisé sur la nuance EM722. La microstructure (Figure III.8a) est plus homogène qu'à l'état initial (après forgeage à chaud) et la taille moyenne de grains est d'environ 7,8 µm (sans considérer les macles). Les joints de grains ($> 15^\circ$) et les joints de macles de la même zone sont respectivement décrits par les lignes noires et rouges sur la figure III.8b.

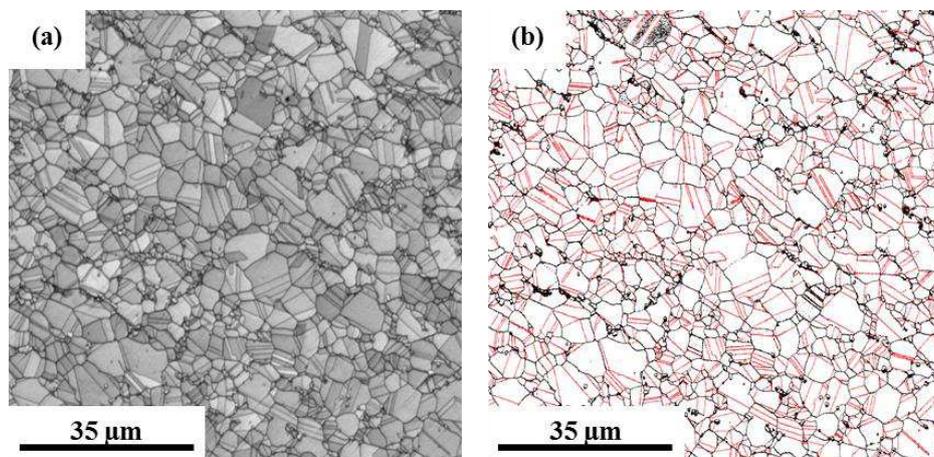


Figure III.8 : (a) Cartographie EBSD de la nuance EM722 (distribution des IQ) après 90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h et (b) distribution des joints fortement désorientés ($> 15^\circ$) (en noir) et des joints de macle (en rouge).

Comme pour la nuance EM721, la microstructure de la nuance EM722 devient homogène et cet état sera donc nommé « état de référence » " (ou « échantillon de référence »). La texture de cet état de référence a aussi été étudiée par diffraction des neutrons (Figure III.9). Comme pour la nuance EM721, l'état de référence de la nuance EM722 présente aussi la fibre {011} et la composante D. En revanche, il n'existe pas de composante Cube. Cette différence provient probablement des états initiaux qui n'ont pas tout à fait la même texture après forgeage à chaud. L'intensité maximale de la FDOC est d'environ 4, autrement dit la texture de l'état de référence de la nuance EM722 est très peu accusée.

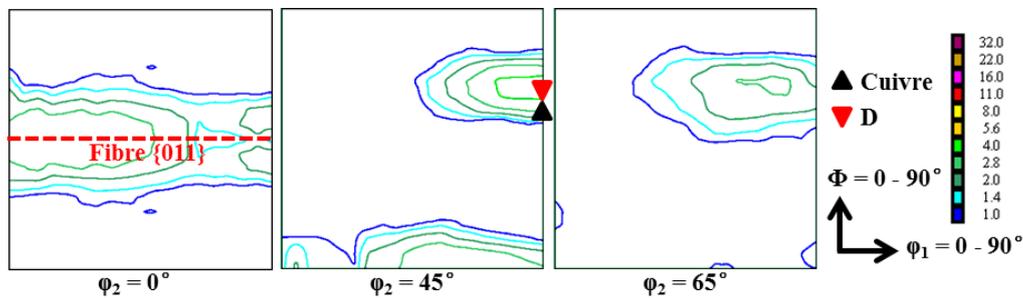


Figure III.9 : Texture de l'état de référence de la nuance EM722 (90% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 3h).

III.3.2 Vérification de la précipitation

On peut se demander si le traitement thermomécanique d'homogénéisation peut favoriser une nouvelle précipitation qui va modifier la fraction, la morphologie et la distribution des précipités. Par conséquent, les précipités de l'état de référence de la nuance EM722 ont aussi été étudiés par diffraction des rayons X et par MEB.

Le spectre de rayons X (RX) sur la figure III.10 montre l'intensité en fonction de l'angle de diffraction (2θ) pour l'état initial et pour l'état de référence. Il existe deux séries de pics dans ce spectre, l'une montre les pics provenant de la matrice (phase principale), et l'autre provenant des précipités de W.

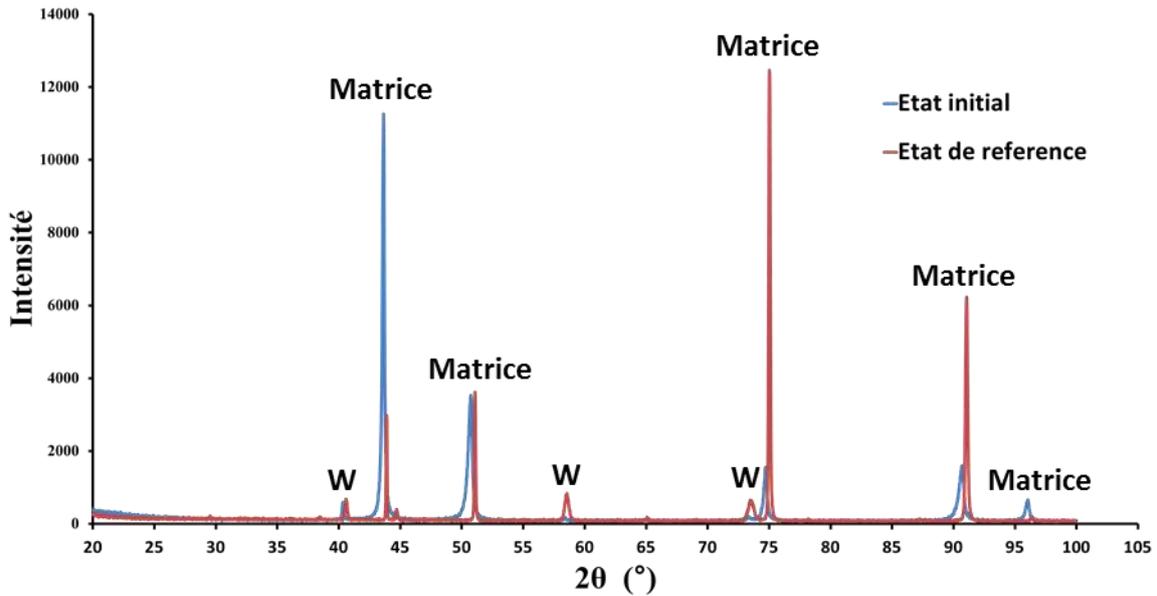


Figure III.10 : Diffractogrammes de RX pour l'état initial (après forgeage à chaud) et pour l'état de référence de la nuance EM722.

En comparant la position des pics de la matrice entre les deux états, un décalage peut être observé. De l'état initial à l'état de référence, les pics bougent vers la droite ce qui correspond à des angles de diffraction plus grands.

Selon la loi de Bragg (Equation III.1) et le calcul de la distance interréticulaire d pour une structure cubique (Equation III.2), plus le paramètre de maille a est grand, plus la distance d est grande et plus l'angle de diffraction θ est petit. λ est la longueur d'onde du faisceau. n est l'ordre de diffraction (nombre entier). h , k et l sont les indices du plan cristallographique. Donc, le mouvement des pics de la matrice, de gauche à droite (de l'état initial à l'état de référence), indique une diminution du paramètre de maille.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{III.1})$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{III.2})$$

Comme les atomes de W sont des atomes interstitiels dans la matrice et que la taille des atomes de W est plus grande que celle des atomes de Ni, donc plus il y a de W dans la matrice et plus le paramètre de maille est grand. Par conséquent, le mouvement des pics indique aussi qu'il y a des atomes de W qui sortent de la matrice pour continuer la précipitation de W.

La fraction de précipités a été calculée à partir du traitement de l'image de la figure III.11a. Après extraction des précipités de W (Figure III.11b), cette fraction est trouvée égale à

environ 4% et est donc une fois plus grande que celle de l'état initial (2%).

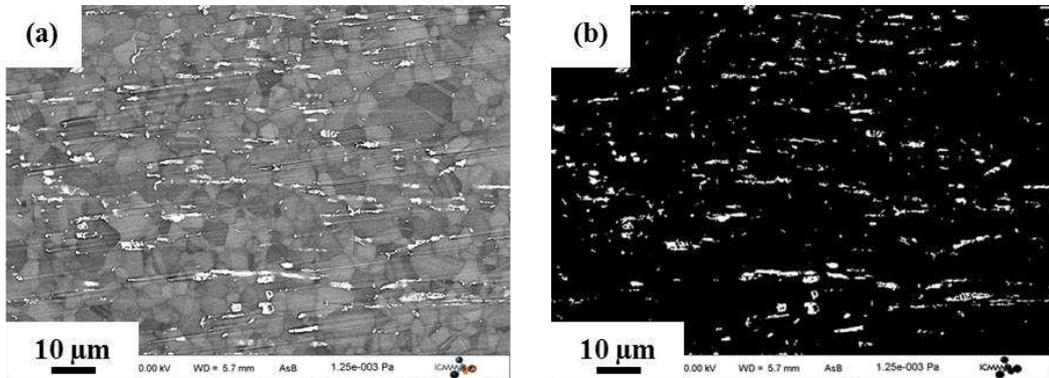


Figure III.11 : (a) Cartographie MEB de l'état de référence de la nuance EM722 et (b) extraction des précipités de W (en blanc).

Cette fraction de W a aussi été vérifiée qualitativement à partir du diagramme de phases modélisé avec le logiciel Thermocalc© - Base de données TTNI7 (Figure III.12) [Cury, 2007]. Selon ce diagramme, la nuance EM722 (point bleu) se trouve dans la zone biphasée entre la phase de W pur et la phase A (Ni-Cr-W en solution solide) et très proche du solidus du côté de la phase A. En utilisant la loi des segments inverses (ligne noire en pointillés), il devrait y avoir une phase de W très faible (autour de quelques pourcents) par rapport à la phase principale A.

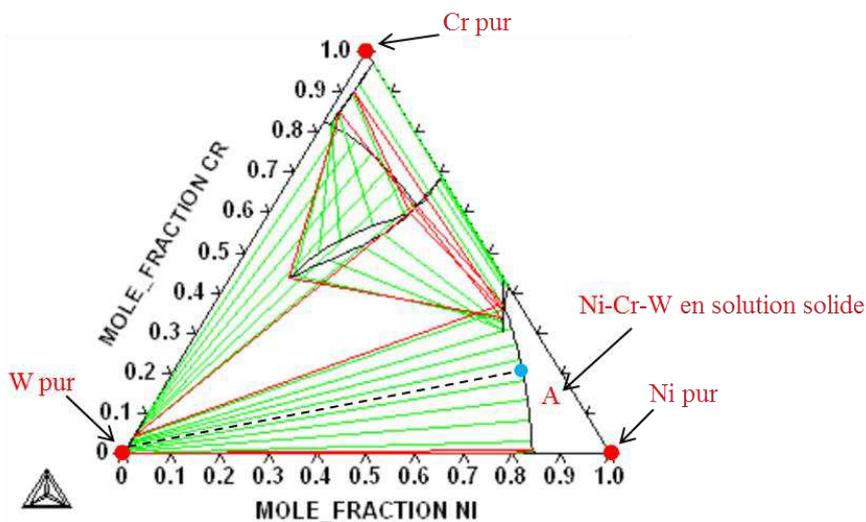


Figure III.12 : Modélisation du diagramme de phases ternaire à 900°C avec le logiciel Thermocalc© - Base de données TTNI7 [Cury, 2007].

Notons enfin qu'après homogénéisation du matériau, les précipités semblent se grouper pour former des « clusters » de précipités. Ceux-ci ne sont plus forcément situés à l'aplomb des joints de grains.

III.4 Conclusion

Selon les études réalisées sur la nuance EM721, la microstructure de déformation est très hétérogène. Il existe une différence de sous-structure entre les gros grains et les petits grains qui conduisent à une microstructure hétérogène après le recuit de recristallisation lorsque la déformation est faible ou moyenne. Au contraire, une forte déformation (90% de LAF) suivie d'un recuit à 900°C pendant 3h permet d'avoir une microstructure relativement homogène avec une taille moyenne de grains de l'ordre de 17 μm . En outre, après ce traitement thermomécanique, le matériau a une texture relativement peu marquée.

Le même traitement thermomécanique permet aussi d'homogénéiser la microstructure de la nuance EM722. Au cours de ce traitement, une précipitation de W se produit et les précipités tendent à se regrouper.

A l'issue de cette pré-étude, des échantillons de référence sont donc obtenus pour les deux matériaux EM721 et EM722. Les études suivantes (Chapitres IV et VII) sont faites à partir de ces échantillons de référence.

Chapitre IV : La déformation

IV.1 Bibliographie

Dans cette partie, les évolutions de la texture et de l'énergie stockée en fonction du taux de déformation (si ce n'est pas mentionné, il s'agit d'un laminage à froid) sont interprétées.

IV.1.1 Texture de déformation

Pour les métaux et alliages de structure cristalline CFC (cubique à faces centrées), deux types de texture se forment après une forte déformation par laminage : la texture de type Cuivre (Copper) et la texture dite « Laiton » (Brass).

La texture « Cuivre » est connue comme étant la texture des métaux purs, déformés par un fort laminage (comme par exemple l'aluminium et le cuivre, excepté l'argent pur). Elle contient principalement trois composantes qui se renforcent lors de la déformation : la composante Laiton $\{110\} \langle 112 \rangle$ (notée B par la suite), la composante S $\{123\} \langle 634 \rangle$ et la composante Cuivre $\{112\} \langle 111 \rangle$ (notée C par la suite). La fraction de la composante S est souvent légèrement plus forte que celle des deux autres. Ces trois composantes, associées à leur dispersion, forment la fibre β (Figures IV.1 et IV.2). En outre, cette texture contient aussi une petite fraction de l'orientation Cube $\{001\} \langle 100 \rangle$ (notée W par la suite).

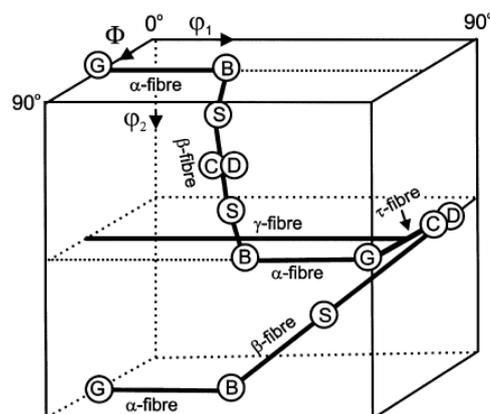


Figure IV.1 : Description en 3 dimensions de l'espace d'Euler mettant en évidence les fibres importantes se développant dans les matériaux de structure CFC après une forte déformation (par laminage) à froid [Humphreys et Hatherly, 2004].

La texture « Laiton » est la texture de laminage qui se forme typiquement dans le laiton, l'argent pur et ses alliages. Elle contient essentiellement la composante B et la composante de Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ (notée G par la suite). Ces deux composantes (B en fraction importante et G en faible proportion) forment la fibre α (Figures IV.1 et IV.2). Lors de la déformation, les composantes W, S et C deviennent de moins en moins importantes et tendent même à disparaître pour ne laisser que la fibre α .

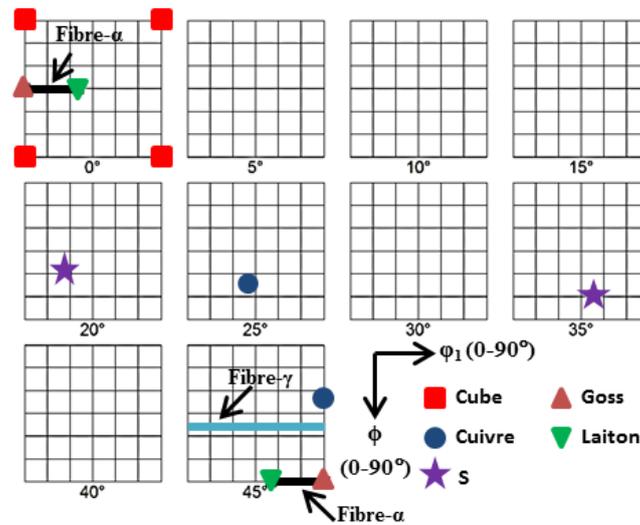


Figure IV.2 : Texture de type « Laiton » : coupes à ϕ_2 constant (de 0 à 45°) de l'espace d'Euler montrant les principales composantes de texture après une forte déformation (laminage à froid) dans les matériaux de structure CFC à basse énergie de défauts d'empilement.

Ces deux textures peuvent être classées en fonction de l'énergie de défauts d'empilement γ_{EDE} des matériaux. La texture Cuivre se développe dans les matériaux ayant une forte γ_{EDE} (aluminium pur $\sim 170 \text{ mJ.m}^{-2}$ et cuivre pur $\sim 80 \text{ mJ.m}^{-2}$). La texture Laiton se développe plutôt dans les matériaux ayant une faible γ_{EDE} ($< 25 \text{ mJ.m}^{-2}$) [Humphreys et Hatherly, 2004]. Par ailleurs, Leffers a montré qu'une grande vitesse de déformation avantage le développement de la texture Laiton et qu'une faible vitesse de déformation favorise le développement de la texture Cuivre [Leffers, 1968]. De plus, en considérant l'influence de la température de déformation (laminage à chaud), la formation de la texture Cuivre est favorisée par une température de laminage élevée alors que la texture Laiton est favorisée par une faible température de laminage [Hu et Cline, 1961 ; Hu et Goodman, 1963].

IV.1.2 Développement de la texture Laiton

Actuellement, le mécanisme de formation de la texture Cuivre est mieux compris que celui de la texture Laiton. Selon la revue de Leffers et Ray [Leffers et Ray, 2009], la première (Cuivre) se développe via le glissement planaire de dislocations, quant à la seconde (Laiton), deux mécanismes sont proposés : l'effet du maillage et l'effet des bandes de cisaillement.

IV.1.2.1 Effet du maillage

Le maillage est un mécanisme de déformation qui peut être observé dans les métaux CFC à faible énergie de défauts d'empilement γ_{EDE} . Il peut aussi être observé dans les matériaux CFC ayant une forte γ_{EDE} , si la température de déformation est faible ou si la vitesse de déformation est grande [Humphreys et Hatherly, 2004]. La macle est alors formée par la dissociation de dislocations et la propagation des dislocations partielles $\langle 112 \rangle$ sur le plan cristallographique $\{111\}$. Comme la dislocation partielle ne se déplace que dans une direction sur le plan de glissement, la formation de la macle ne dépend que de l'orientation cristallographique et de la contrainte appliquée [Karaman et al., 2000 ; Park et al., 2006]. La formation des macles dépend aussi de la taille des grains. Plus la taille de grains est grande et plus le maillage est favorisé [Hull, 1961 ; Leffers et Ray, 2009].

L'effet du maillage sur la formation de la texture Laiton a été proposé par Wassermann [Wassermann, 1963]. Selon cet auteur, au début de la déformation, les orientations C et B sont développées par le glissement des dislocations que ce soit dans les matériaux à faible ou à forte γ_{EDE} . Quand la déformation augmente, le maillage a lieu par une rotation de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$, la composante C devient alors l'orientation $\{552\} \langle 115 \rangle$. Enfin, l'orientation $\{552\} \langle 115 \rangle$ étant proche de l'orientation G, elle peut tourner vers G par simple glissement des dislocations (Figure IV.3). La texture finale est donc composée des orientations B et G, cette dernière ayant été formée par maillage. Ces deux composantes et leur dispersion forment la fibre α . Le développement de cette texture, lié à la fraction de macles, serait donc lié à un effet volumique des macles de déformation.

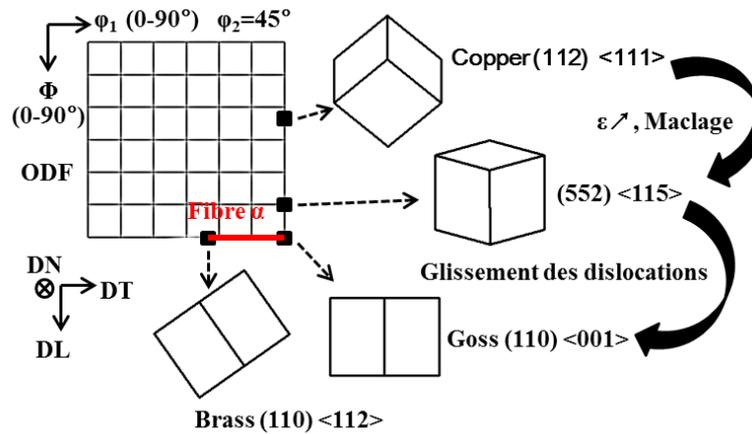


Figure IV.3 : Effet du maillage sur la formation de la texture Laiton – Coupe de l’ODF à $\phi_2=45^\circ$ [Wassermann, 1963].

Pour l’alliage Cu-15%Zn, Leffers et Kayworth [Leffers et Kayworth, 1973] ont trouvé que la texture Laiton se forme dès 40% de LAF. Lors d’une seconde étude, Leffers et Bilde-Sørensen [Leffers et Bilde-Sørensen, 1990] ont montré que la fraction de macles de déformation est de quelques pourcents seulement après un LAF de 37% (donc proche de 40%). Par conséquent, l’effet des macles ne doit pas être la seule explication pour la formation de la texture Laiton.

IV.1.2.2 Effet des bandes de cisaillement

Certains alliages (comme les alliages Ag-Zn, les laitons Cu-Zn et les aciers inoxydables austénitiques) peuvent développer la texture Laiton ainsi que la fibre γ ($\phi=55^\circ$ et $\phi_2=45^\circ$, Figures IV.1 et IV.2) lors de la déformation [Duggan et al., 1978 ; Hu et al., 1952 ; Sekine et Wang, 1999 ; Wang et al., 1996 ; Vercammen et al., 2004]. Elle ne se forme qu’après un LAF modéré (40% ~ 60%) et sa fraction atteint son maximum pour une réduction de l’ordre de 80%. Ensuite, quand la déformation augmente, sa fraction diminue [Leffers et Ray, 2009]. Toutefois, cette fibre $\gamma \{111\} \langle uvw \rangle$ n’est pas observée dans l’argent pur [Sekine et Wang, 1999].

Le maillage aurait un effet sur la formation de la fibre γ [Kamijo et Sekine, 1970]. Au début de la déformation, ces auteurs pensent que le maillage se développe sous la forme d’une structure lamellaire (Figure IV.4a). Puis, le glissement des dislocations se produit alors presque exclusivement dans le plan parallèle au plan du joint de macle. Dans les autres plans de glissement, ayant des intersections avec le joint de macle, le mouvement des dislocations

est alors très limité (Figure IV.4b). Avec un tel mécanisme de glissement, le plan du joint de macle pourrait donc tourner et s'aligner afin qu'il soit finalement parallèle au plan de laminage. La fibre γ se formerait alors au cours de cet alignement des plans des joints de macle (Figure IV.4c).

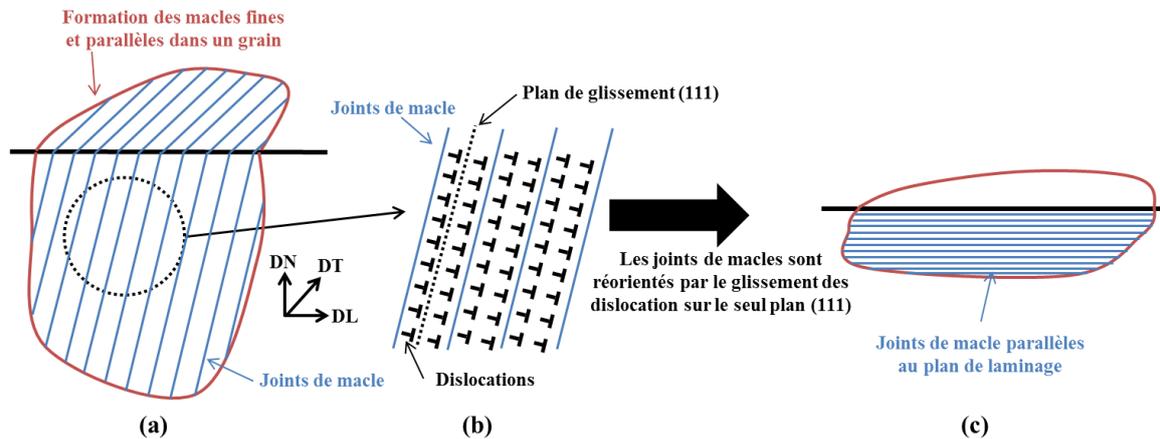


Figure IV.4 : Schéma montrant la formation de la fibre- γ et l'alignement des joints de macles parallèlement au plan de laminage (selon la théorie de Kamijo et Sekine [Kamijo et Sekine, 1970]).

Par la suite, des études portant sur le laiton de composition 70:30 [Duggan et al., 1978] ont mis en évidence le mécanisme de formation des bandes de cisaillement ainsi que l'influence de ces bandes sur la formation de la texture. Les mécanismes alors proposés par ces auteurs sont en partie complémentaires des travaux réalisés par Kamijo et Sekine [Kamijo et Sekine, 1970] (Figure IV.4). En effet, ils ont également observé la formation de fines macles et la formation de la fibre γ qui correspond à l'alignement de ces macles parallèlement au plan de laminage.

Le glissement des dislocations est lié à la cission résolue τ , qui permet de les faire bouger (Equation IV.1). Cette cission dépend du facteur de Schmid μ (Equation IV.2).

$$\tau = (F / S_0) \mu \quad (\text{IV.1})$$

$$\mu = \cos \chi \cos \theta \quad (\text{IV.2})$$

Pour le laminage, deux contraintes se développent respectivement selon la direction normale à la tôle et dans la direction de laminage. Il existe donc ainsi deux cissions résolues (τ_{DN} et τ_{DL}) et deux facteurs de Schmid (Figure IV.5). Duggan et al. ont proposé qu'après l'alignement des macles (voir la Figure IV.4c), le plan de glissement devient parallèle au plan

de laminage [Duggan et al., 1978]. Les angles θ_{DN} (entre σ_{DN} et la direction de glissement) et χ_{DN} (entre σ_{DL} et la normale au plan de glissement) valent alors 90° . Par conséquent, les deux facteurs de Schmid ainsi que les deux cisssions résolues sont nulles. Dans ce cas, il n'y a plus de système de glissement favorable pour le déplacement des dislocations. Dans ces conditions, la formation de bandes de cisaillement (déformation locale et hétérogène) est activée pour permettre la déformation globale de la matière.

Cisssions résolues :

$$\tau_{DN} = \sigma_{DN} \cos \chi_{DN} \cos \theta_{DN}$$

$$\tau_{DL} = \sigma_{DL} \cos \chi_{DL} \cos \theta_{DL}$$

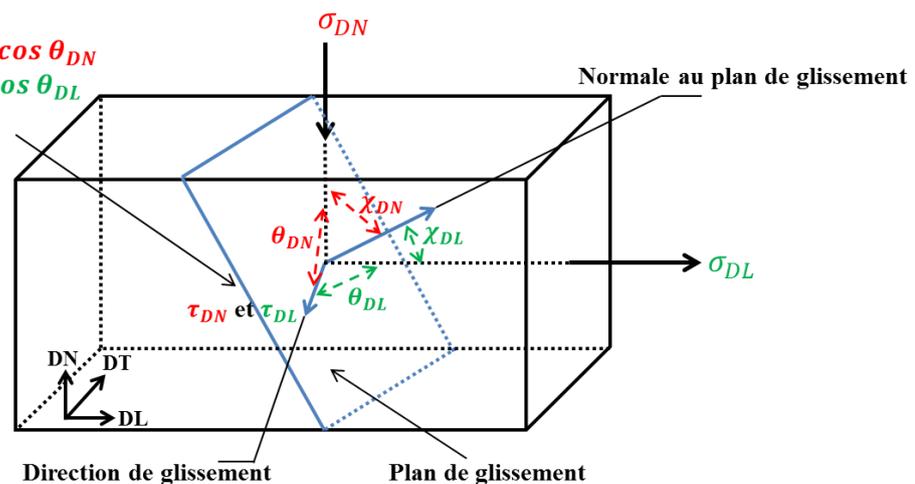


Figure IV.5 : Schématisation d'un système de glissement lors d'un laminage à froid (description des cisssions résolues et des facteurs de Schmid).

Après une forte déformation, deux familles de bandes de cisaillement se forment majoritairement en consommant les zones maclées. Elles se trouvent à environ $\pm 35^\circ$ (en moyenne, typiquement entre $\pm 20^\circ$ et $\pm 40^\circ$) par rapport au plan de laminage et sont parallèles à la direction transverse. La zone maclée restante, de forme rhomboédrique, est alors entourée par ces bandes de cisaillement (Figure IV.6). De plus, il a été montré que la texture dans ces bandes contient la composante G (composante de la texture Laiton) [Duggan et al., 1978]. Des résultats similaires ont été observés dans un acier inoxydable austénitique en 2004 par Vercammen et al. [Vercammen et al., 2004].

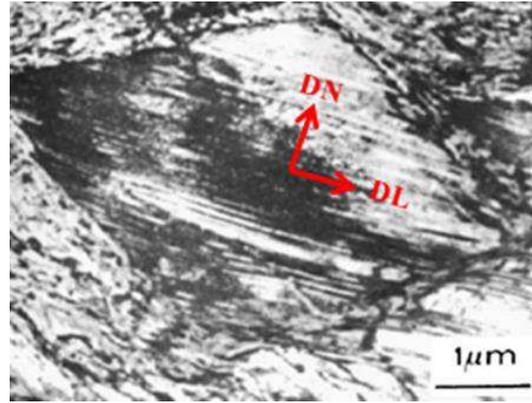


Figure IV.6 : Micrographie (MET) montrant une zone maclée de forme rhomboédrique dans un acier inoxydable austénitique [Donadille et al., 1989].

Cependant, dans les études citées précédemment, le mécanisme cristallographique de développement de la composante G dans les bandes de cisaillement (ou la rotation cristallographique de la zone maclée vers la bande de cisaillement) n'a pas été démontré.

En 1977, Sevillano et al. [Sevillano et al., 1977] ont supposé, par le biais d'analyses numériques, que les bandes de cisaillement avait un effet sur la formation de la texture Laiton qui contient la composante G.

Ensuite, Paul et al. [Paul et al., 2004], ont essayé d'expliquer ce mécanisme en analysant la zone de transition (entre les deux lignes rouges sur la figure IV.7) qui permet le passage de la zone maclée à la bande de cisaillement. Ces études ont été menées sur un monocristal de cuivre, d'orientation initiale C, déformé par compression plane encadrée.

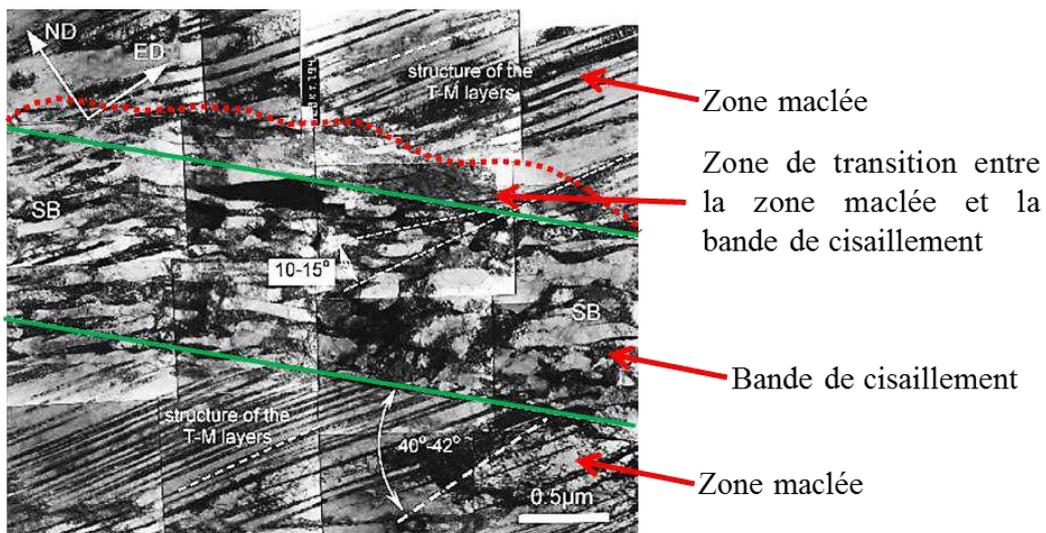


Figure IV.7 : Micrographie MET faite en champ clair mettant en évidence la zone maclée, la bande de cisaillement ainsi que la zone de transition [Paul et al., 2004].

Selon, les auteurs, la zone de transition joue un rôle majeur lors de la formation de la composante G. Quand le joint de macles arrive au niveau de la zone de transition, son plan est alors ré-aligné de telle sorte qu'il soit parallèle au plan de la bande de cisaillement. Cet alignement correspond à une rotation cristallographique selon la direction transverse qui permet le développement de la composante G [Paul et al., 2004].

IV.1.3 Energie stockée

Pendant la déformation, une grande partie du travail est émise sous forme de chaleur et l'autre est stockée dans la matière [Humphreys et Hatherly, 2004]. L'énergie stockée est principalement liée aux dislocations générées lors de la déformation et à leur organisation. Si des cellules de dislocations (sous-structure) se forment alors les dislocations peuvent être à l'intérieur des cellules ou dans les parois (ou les murs) (Figure IV.8a). Sinon, elles s'enchevêtrent dans le grain déformé (Figure IV.8b).

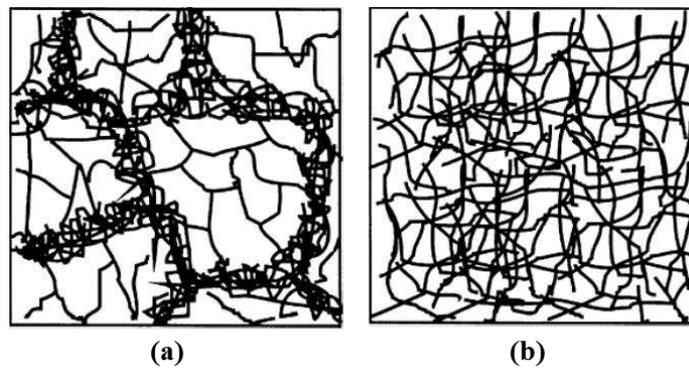


Figure IV.8 : (a) Organisation des dislocations avec formation de cellules et (b) enchevêtrement des dislocations sans formation de cellules [Humphreys et Hatherly, 2004].

Compte tenu de ces deux situations, les dislocations peuvent se classer en deux types : les dislocations dans les parois des sous-structures et celles qui ne sont pas dans les parois. Par conséquent, l'énergie stockée E_s se décompose en deux termes, l'un provenant des parois E_{parois} et l'autre des dislocations isolées en dehors des parois E_{dis} (Equation IV.3). E_{parois} dépend de la taille D des cellules et de la désorientation θ entre les cellules (Equation IV.4) [Dillamore et al., 1967]. E_{dis} dépend de la densité des dislocations isolées

ρ_{dis} (ce n'est pas la densité de dislocations totale) (Equation IV.5).

$$E_S = E_{parois} + E_{dis} \quad (IV.3)$$

$$E_{parois} \propto \frac{\theta}{D} \quad (IV.4)$$

$$E_{dis} \propto \rho_{dis} \quad (IV.5)$$

Les deux termes E_{parois} et E_{dis} sont des énergies intragranulaires. Il existe également un autre terme E_{inter} qui représente l'énergie intergranulaire. Cette dernière est liée aux hétérogénéités de déformation plastique entre les grains. Finalement, l'expression de l'énergie stockée totale contient trois termes et l'équation IV.3 doit être modifiée (Equation IV.6) [Biermann et al., 1993]. Comme l'énergie intergranulaire est faible par rapport à l'énergie intragranulaire, le troisième terme est souvent négligé dans les études sur la recristallisation.

$$E_S = E_{parois} + E_{dis} + E_{inter} \quad (IV.6)$$

Dillamore et al. [Dillamore et al., 1972] ont mis en évidence la formation de cellules dans les grains du fer laminé (CC). De plus, la taille des cellules D et la désorientation θ entre elles dépend de l'orientation des grains (Figure IV.9). Par conséquent, E_{parois} dépend aussi de cette orientation (Equation IV.4).

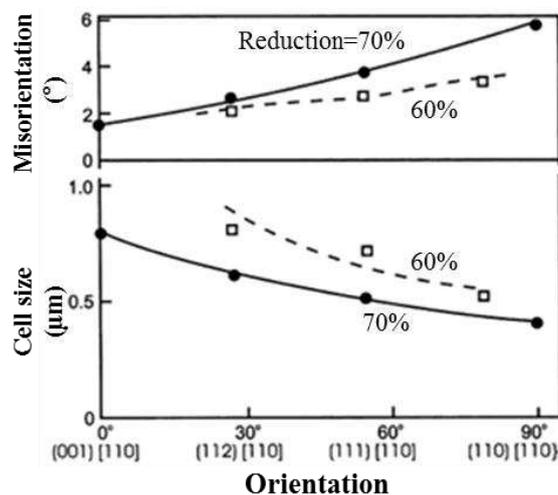


Figure IV.9 : Taille des cellules et désorientation entre elles en fonction de l'orientation des grains pour le fer laminé (CC) [Dillamore et al., 1972].

Etter et al. [Etter et al., 2002] ont également montré que l'énergie stockée dépend de l'orientation des grains, pour un alliage Fe-53%Ni (Figure IV.10). Dans cette dernière étude, l'énergie stockée a été déterminée par diffraction des neutrons et doit donc plutôt correspondre à E_{dis} (voir chapitre II).

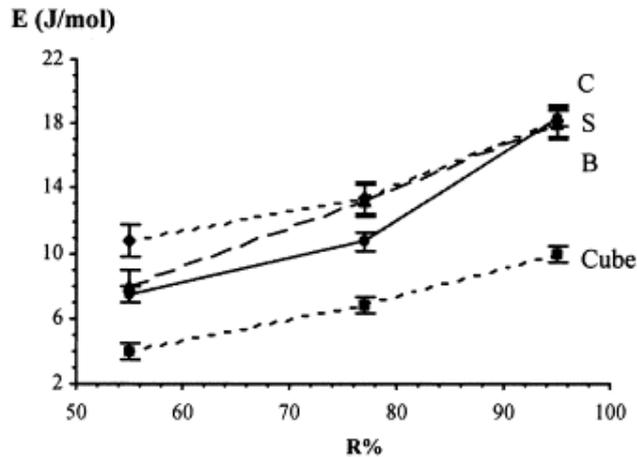


Figure IV.10 : Evolution de l'énergie stockée dans les principales composantes de la texture, mesurée par diffraction des neutrons, en fonction du taux de réduction par laminage à froid de l'alliage Fe-53%Ni [Etter et al., 2002].

IV.2 Techniques expérimentales

Après homogénéisation de la microstructure, les deux matériaux (EM721 et EM722) ont ensuite été laminés à différents taux de réduction (20%, 40%, 60% et 80%). Les déformations vraies correspondantes sont présentées dans le tableau VI.1.

Tableau VI.1 : Déformations rationnelles pour les différents laminages à froid

Taux de réduction	20%	40%	60%	80%
Déformation rationnelle	0,26	0,59	1,06	1,86

Dans un premier temps, la texture de déformation et l'énergie stockée ont été déterminées par diffraction des neutrons en fonction du taux de déformation.

Ensuite, l'évolution de la microstructure, en fonction de la déformation, a été étudiée par MET et MEB-EBSD. Les analyses MET ont été réalisées dans le plan de laminage (DL-DT) et celles en MEB-EBSD, dans le plan longitudinal (DL-DN).

La préparation des échantillons pour la diffraction des neutrons, le MET et le MEB-EBSD est décrite dans le chapitre II.

IV.3 Résultats et Discussion

IV.3.1 Evolution de la texture

Comme montré dans le chapitre III, pour l'état de référence, la texture des deux nuances n'est pas complètement isotrope. La composante S, la fibre $\{011\}$ (fibre α) et une partie de la fibre τ , comprise entre les composantes C ($\varphi_1=90^\circ$, $\phi=35^\circ$ et $\varphi_2=45^\circ$) et Dillamore ($\varphi_1=90^\circ$, $\phi=27^\circ$ et $\varphi_2=45^\circ$, notée D par la suite), sont observées. Cette fibre partielle est nommée τ_p par la suite. L'évolution de la texture en fonction du taux de déformation est présentée sur les figures IV.11 (EM721) et IV.12 (EM722).

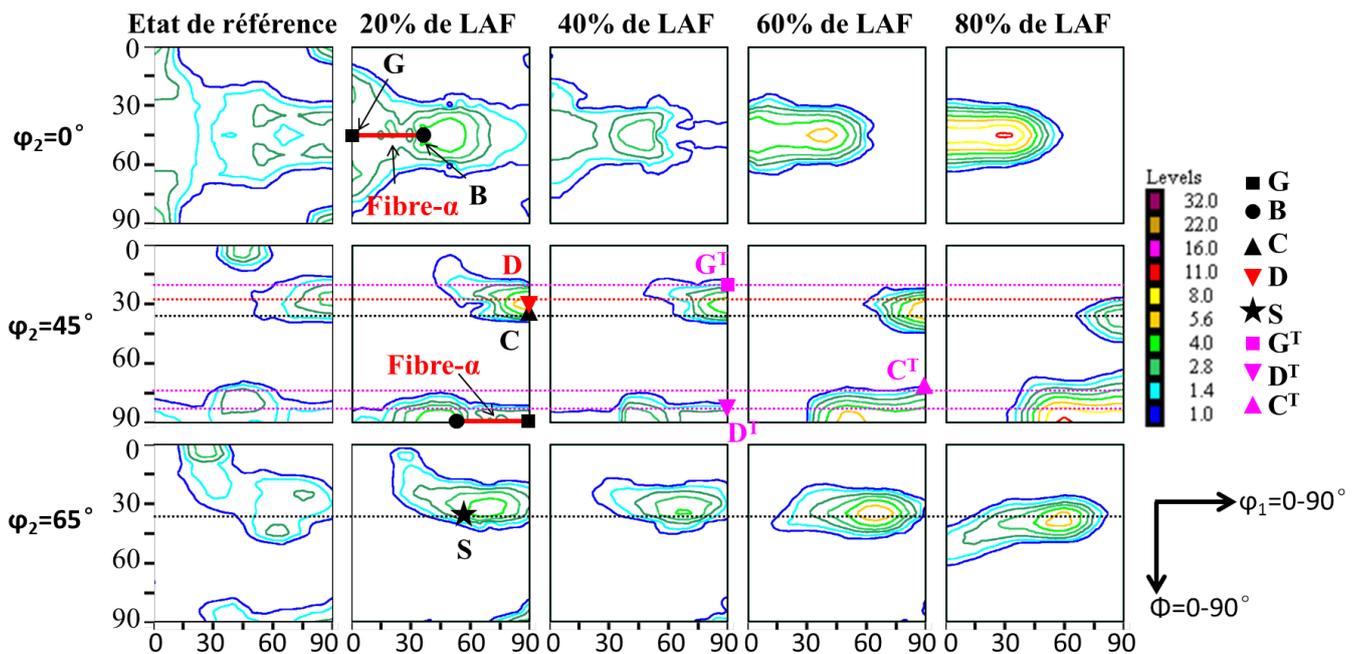


Figure IV.11 : Evolution de la texture (analysée par diffraction des neutrons) en fonction de la déformation pour la nuance EM721.

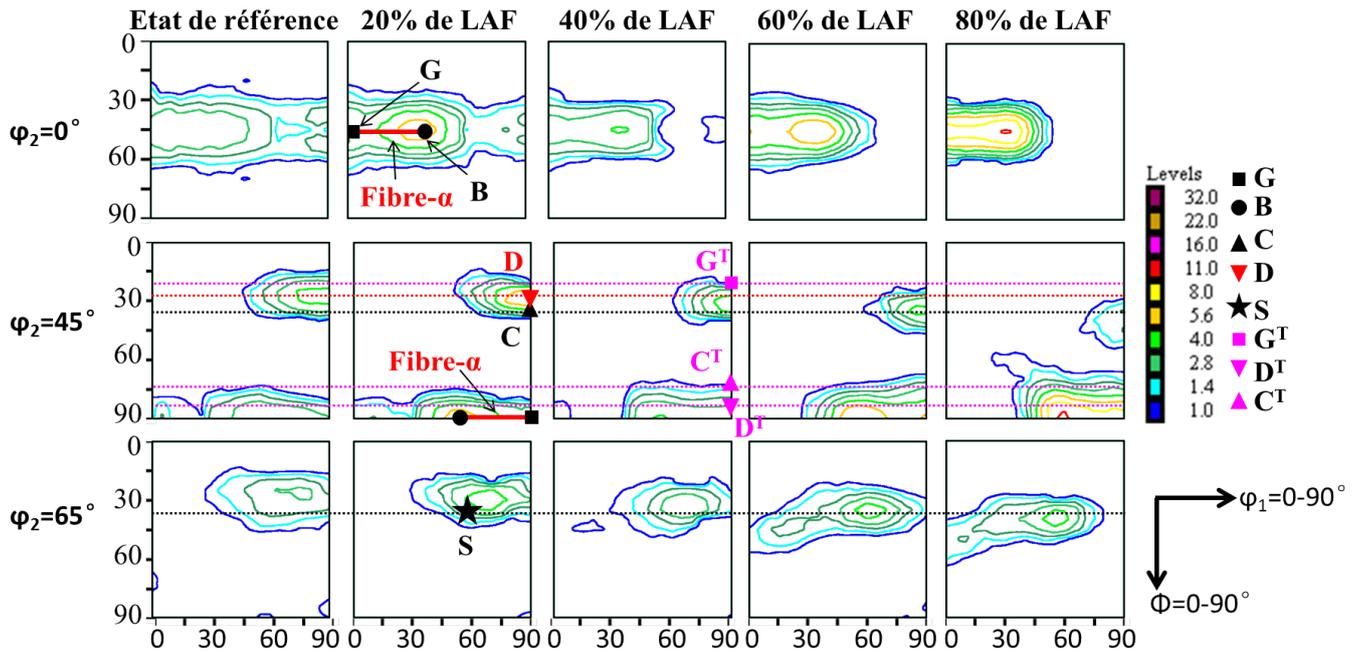


Figure IV.12 : Evolution de la texture (analysée par diffraction des neutrons) en fonction de la déformation pour la nuance EM722.

IV.3.1.1 Après 20% de LAF

Pour les deux matériaux, la texture de déformation après 20% de LAF montre un renforcement des composantes B, D (proche de C) et d'une composante proche de S (Figures IV.11 et IV.12).

La microstructure a été étudiée par MET (Figures IV.13 (EM721) et IV.14 (EM722)). Selon ces observations, pour les faibles taux de déformation, le glissement des dislocations se fait préférentiellement dans les plans $\{111\}$ (lignes rouges en pointillées) à la fois dans les grains et dans les macles, et cela pour les deux matériaux. Dans la nuance EM722, on observe le même glissement de dislocations qui viennent s'empiler (flèches rouges sur les figures IV.14c et IV.14d) sur les précipités (flèches et cercles verts). Cela explique qu'au début de la déformation, le mécanisme mis en jeu pour les deux matériaux (faible γ_{EDE}) est identique à celui des matériaux à forte γ_{EDE} , il conduit au développement de la texture Cuivre. Par conséquent, les composantes B, S et C qui forment la fibre β doivent être renforcées. Cependant, l'intensité de la composante C ne varie pas par rapport à l'état de référence. Par contre, il existe un renforcement de la composante D.

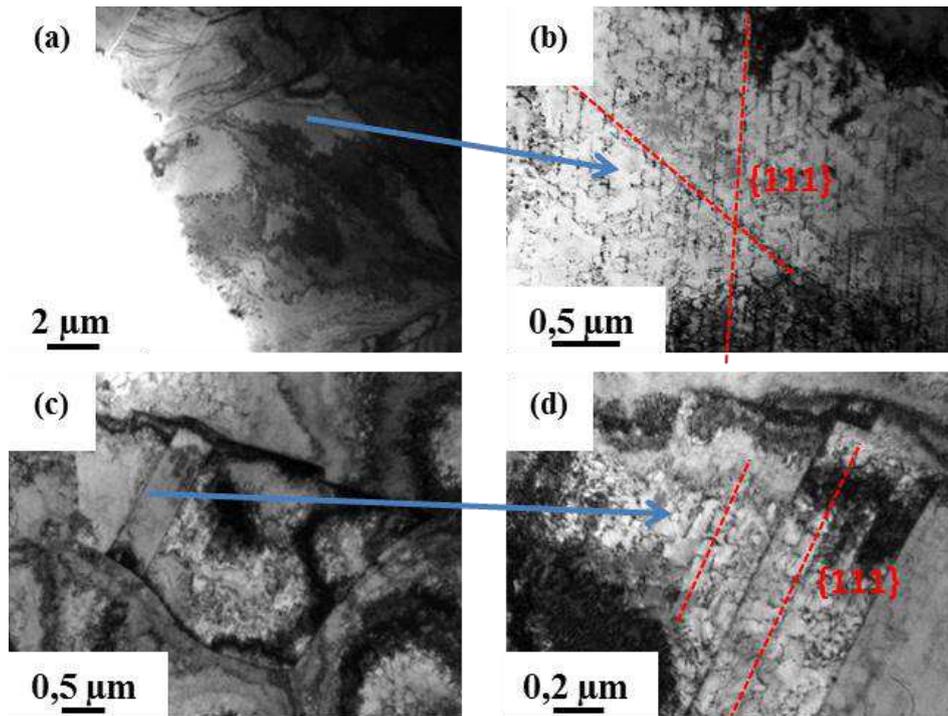


Figure IV.13 : Micrographies MET montrant la microstructure de la nuance EM721 après 20% de LAF : (a) un grain au bord du trou de la lame et (b) le glissement des dislocations dans les plans $\{111\}$ (lignes rouges en pointillées) du grain ; (c) un grain avec une macle et (d) le glissement des dislocations dans ce grain et sa macle.

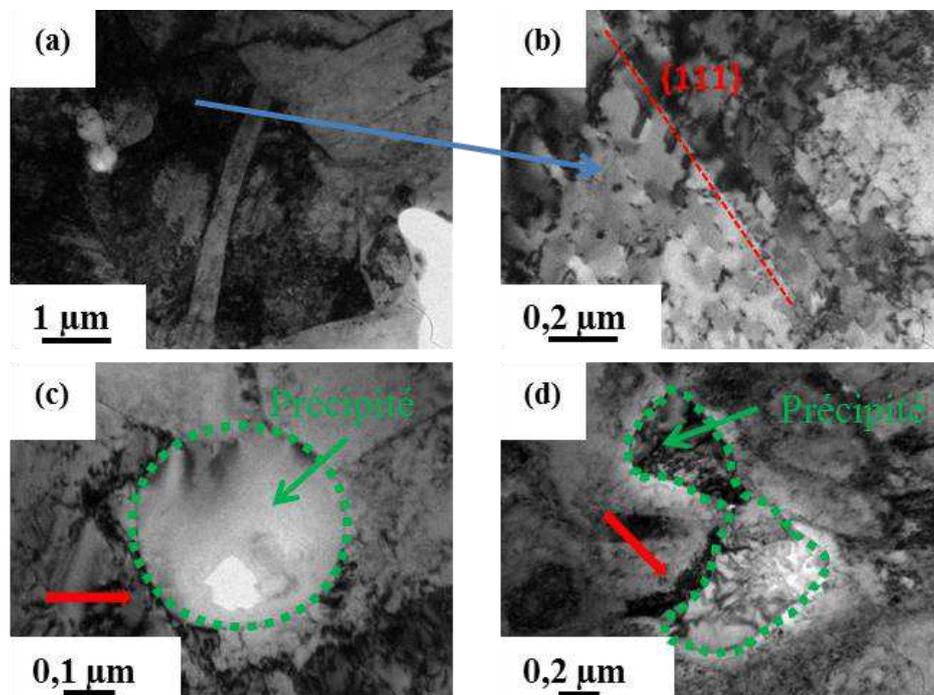


Figure IV.14 : Micrographies MET montrant la microstructure de la nuance EM722 après 20% de LAF (a) un grain au bord du trou de la lame et (b) le glissement des dislocations dans les plans $\{111\}$ (lignes rouges en pointillées) du grain ; (c) et (d) la déformation locale autour des précipités montrés par les cercles verts (ou le blocage du mouvement des dislocations par les précipités).

Donc un autre mécanisme permet certainement d'augmenter la fraction de cette composante D. Ce mécanisme est supposé être la rotation des composantes qui se trouvent dans la fibre τ_p . Dans cette fibre, la direction $\langle 011 \rangle$ du cristal est parallèle à la direction transverse de l'échantillon quelle que soit l'orientation du grain. Donc, la composante C peut se transformer en D, après une rotation d'environ 8° selon DT (Figure IV.15).

Ce phénomène a déjà été observé dans des monocristaux d'Al-Cu et de cuivre pur (déformés par laminage) possédant l'orientation C [Wagner et al., 1995]. Ces auteurs ont montré que la composante D était une orientation stable. Au début de la déformation, la composante C tourne autour de DT vers la composante D par glissement des dislocations. Le même phénomène a aussi été observé par Paul et al. [Paul et al., 2004] dans un monocristal de cuivre pur déformé par compression plane encastrée.

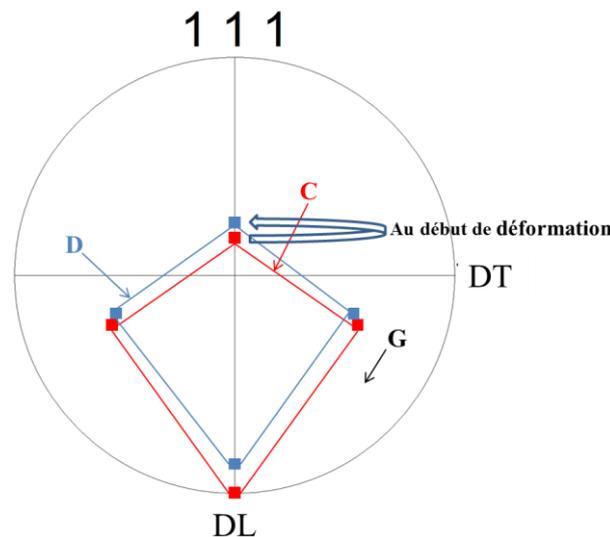


Figure IV.15 : Présentation des principales composantes C, D et G sur la figure de pôles {111}. Au début de la déformation, C tourne vers D.

IV.3.1.2 Après 40% de LAF

Selon les figures IV.11 et IV.12, après 40% de LAF, excepté pour la composante G, la fraction des autres composantes B, S, C et D (dans les deux matériaux) diminue légèrement par rapport à celle du LAF de 20%. Cela est probablement dû au maillage de déformation qui est observé par MET (Figures V.16a et IV.17a). Le maillage conduit à la formation de nouvelles orientations qui tendent à rendre la texture isotrope. Cette influence du maillage sur la texture a aussi été présentée par Duggan et al. [Duggan et al., 1978].

Lors du maillage mécanique, la composante $D^T \{26\ 26\ 5\} \langle \bar{5}\ \bar{5}\ 52 \rangle$ (macle de la composante D) a commencé de se former dans les deux matériaux. La composante $C^T \{552\} \langle \bar{1}\ \bar{1}\ 5 \rangle$ (macle de la composante C) est aussi formée dans la nuance EM722.

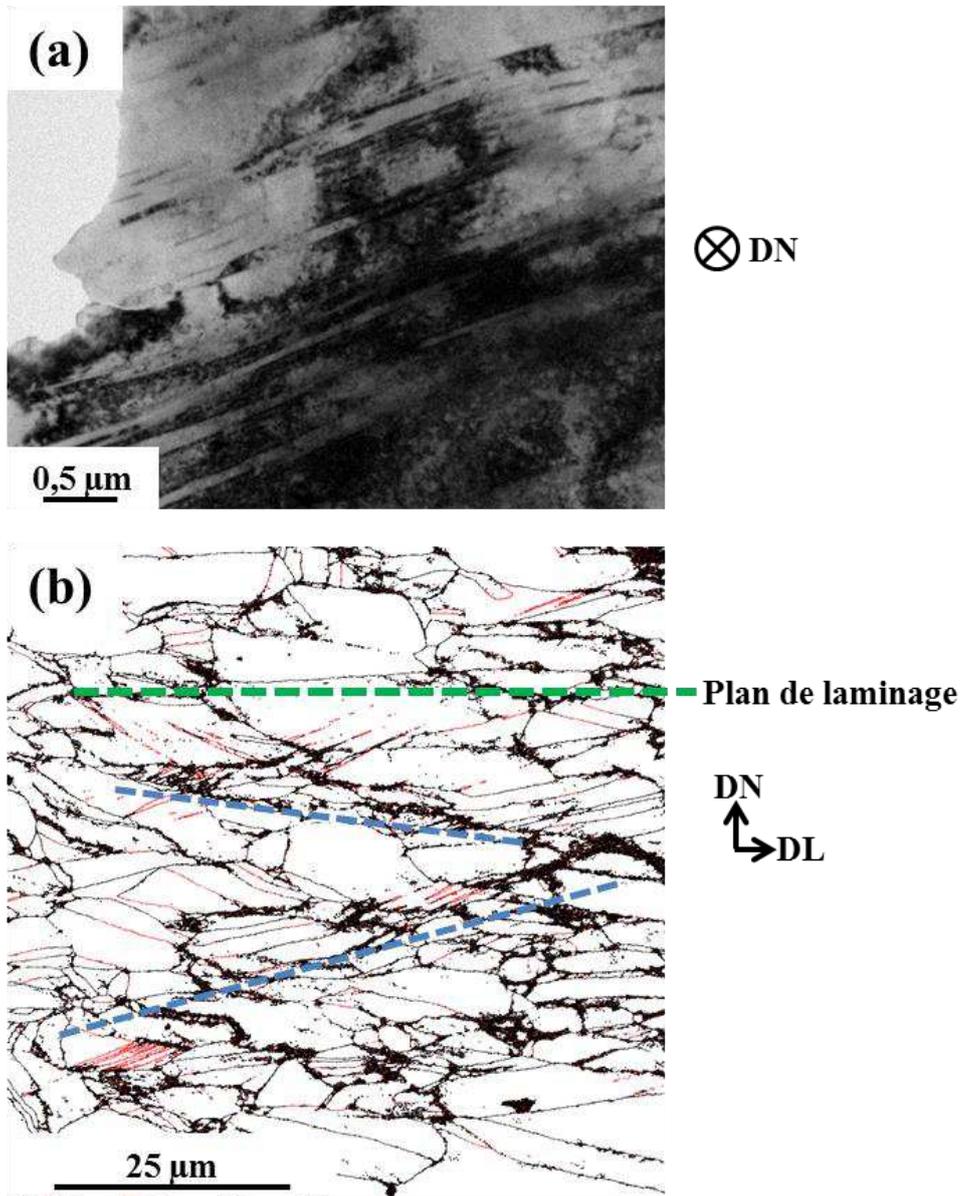


Figure IV.16 : Nuance EM721 après LAF de 40%. (a) Micrographie MET, dans le plan de laminage (DL-DT), montrant le maillage de déformation et (b) cartographie EBSD (distribution des joints généraux en noir et des joints $\Sigma 3$ en rouge), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillés est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).

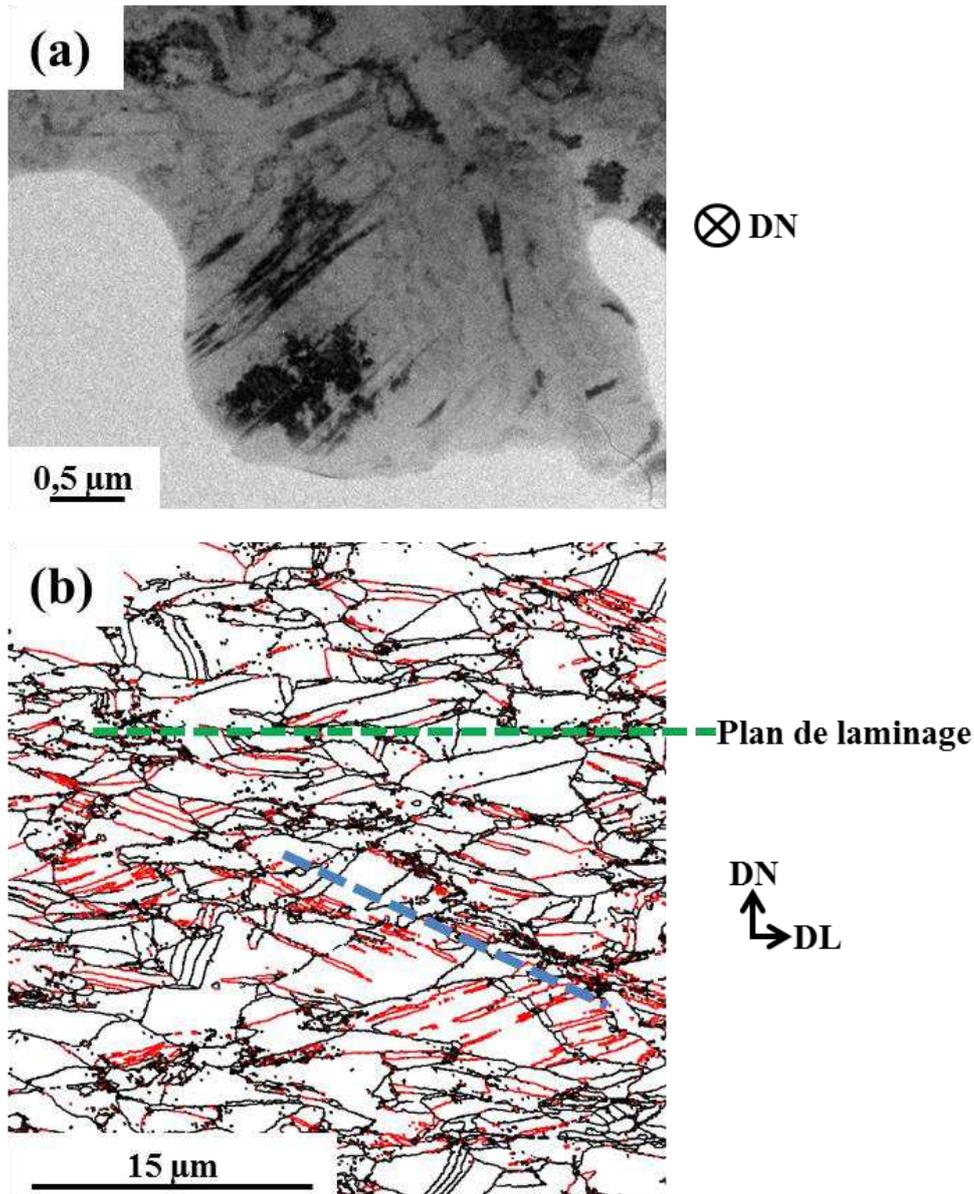


Figure IV.17 : Nuance EM722 après LAF de 40%. (a) Micrographie MET, dans le plan de laminage (DL-DT), montrant le maillage de déformation et (b) cartographie EBSD (distribution des joints généraux en noir et des joints $\Sigma 3$ en rouge), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillés est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).

De plus, des bandes de cisaillement sont formées (Figures IV.16b et IV.17b), l'angle entre la direction de ces bandes (lignes bleues en pointillées) et le plan de laminage (lignes verte) étant de l'ordre de $\pm 20^\circ$. Nous pouvons également observer que certains joints $\Sigma 3$ (lignes rouges) sont alignés selon la direction de ces bandes de cisaillement. Ces bandes sont cependant peu nombreuses, donc elles n'ont que peu d'influence sur l'évolution de la texture.

IV.3.1.3 Après 60% et 80% de LAF

Pour les deux nuances EM721 et EM722, après 60% et 80% de LAF, les composantes S, D^T , C^T et la fibre α (surtout la composante B) sont renforcées (Figures IV.11 et IV.12). Le renforcement des composantes C^T et D^T est lié au maillage mécanique. Celui de la composante G est lié au rôle des bandes de cisaillement qui devient plus en plus important.

La microstructure après 60% de LAF est montrée sur les figures IV.18 (EM721) et IV.19 (EM722). Les bandes de cisaillement sont largement formées dans les deux matériaux. L'angle entre la direction de ces bandes et le plan de laminage est de l'ordre de $\pm 35^\circ$.

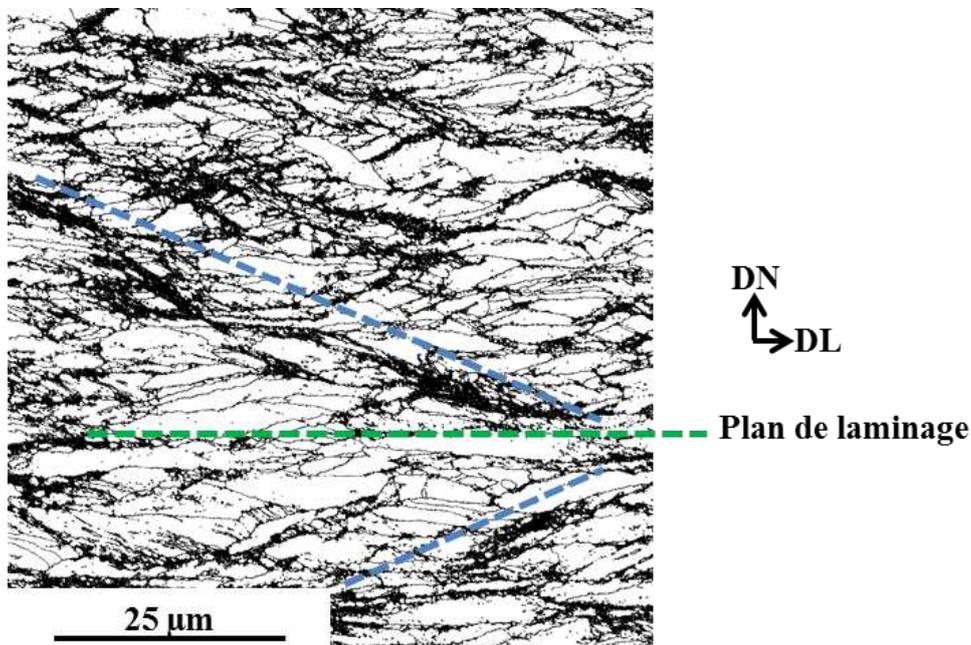


Figure IV.18 : Nuance EM721 après LAF de 60%. Cartographie EBSD (distribution des joints généraux), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillés est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).

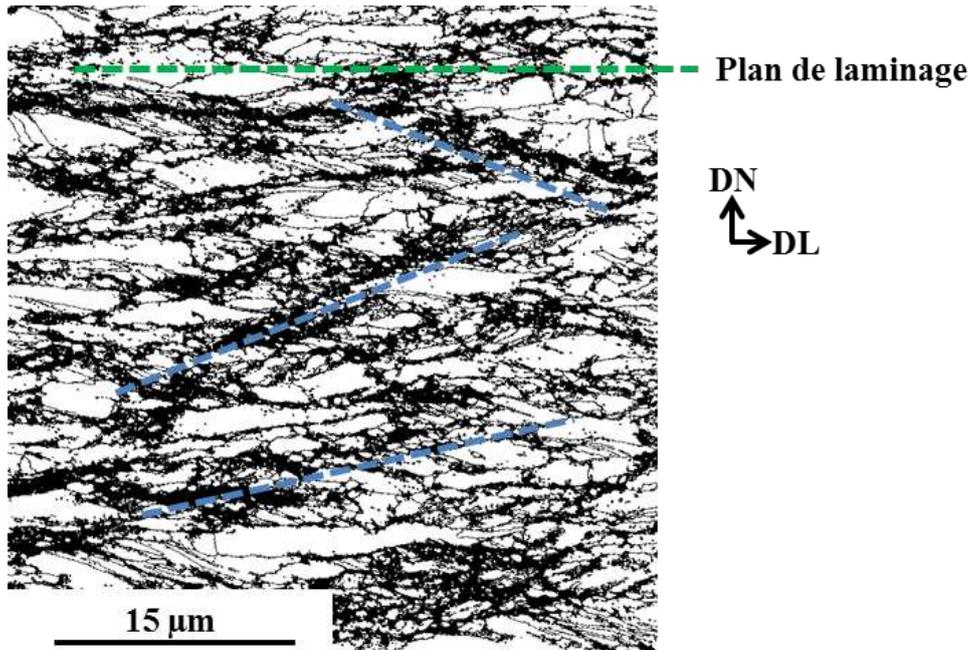


Figure IV.19 : Nuance EM722 après LAF de 60%. Cartographie EBSD (distribution des joints généraux), mesurée dans le plan longitudinal (DL-DN), montrant des bandes de cisaillement (la ligne verte en pointillés est la trace du plan de laminage dans le plan longitudinal).

Les bandes sont parallèles à la direction transverse DT. Plusieurs auteurs [Wagner et al., 1995 ; Paul et al., 2004] ont montré que ces bandes de cisaillement conduisent à une rotation des cristaux selon DT.

Le maillage mécanique conduit tout d'abord à la formation de zones maillées (C/C^T et D/D^T) et ainsi à un renforcement des composantes C^T et D^T . La zone maillée ne favorise que le glissement des dislocations sur le plan $\{111\}$ qui est parallèle au joint de macle. Cependant, ce plan n'a pas un facteur de Schmid suffisamment grand pour que le glissement des dislocations soit facile.

Il s'en suit une rotation des zones maillées et des joints de macles induite par la formation des bandes de cisaillement qui permet de former les composantes G et G^T $\{114\} \langle 221 \rangle$ (Figure IV.20). La matrice (C ou D) devient G^T et la macle correspondante (C^T ou D^T) devient G. Le facteur de Schmid est plus grand pour les composantes G et G^T que pour les composantes C/C^T et D/D^T , la formation de ces bandes et des composantes G et G^T favorise le glissement de dislocations pour continuer la déformation plastique. Cela peut aussi expliquer l'alignement des joints $\Sigma 3$ selon la direction des bandes de cisaillement (Figures IV.16 et IV.17).

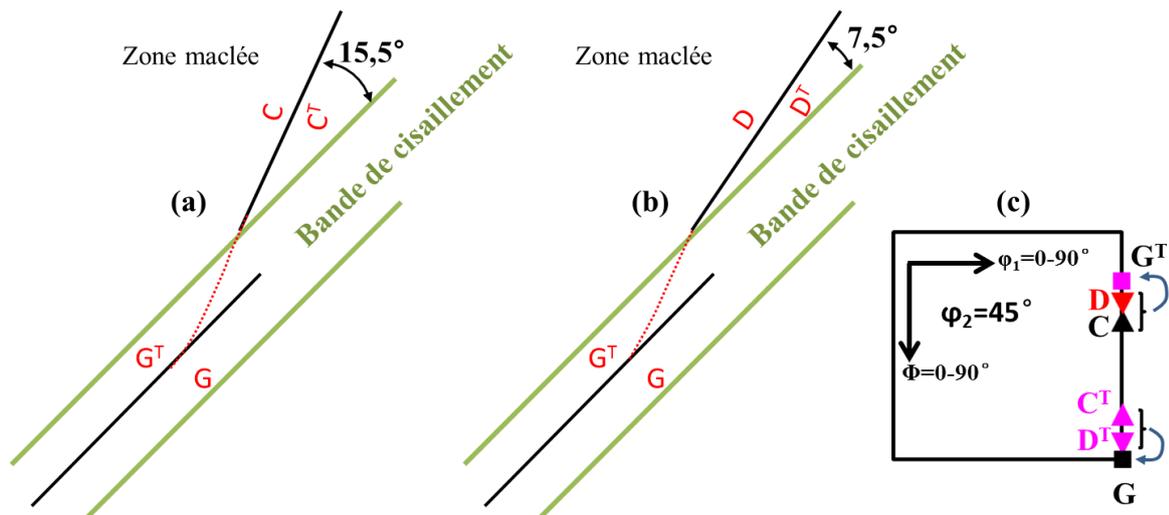


Figure IV.20 : Schémas montrant (a) la formation des composantes C^T et D^T par maillage mécanique et (b) la rotation de la zone maclée induite par la bande de cisaillement qui forme G et G^T . (c) Coupe à $\phi_2=45^\circ$ de l'ODF.

La figure IV.21 schématise la formation de la composante G à partir de la composante C^T par une rotation selon DT . Selon le même principe, la composante D^T peut tourner vers G . Les composantes C et D peuvent aussi tourner vers G^T selon le même type de rotation.

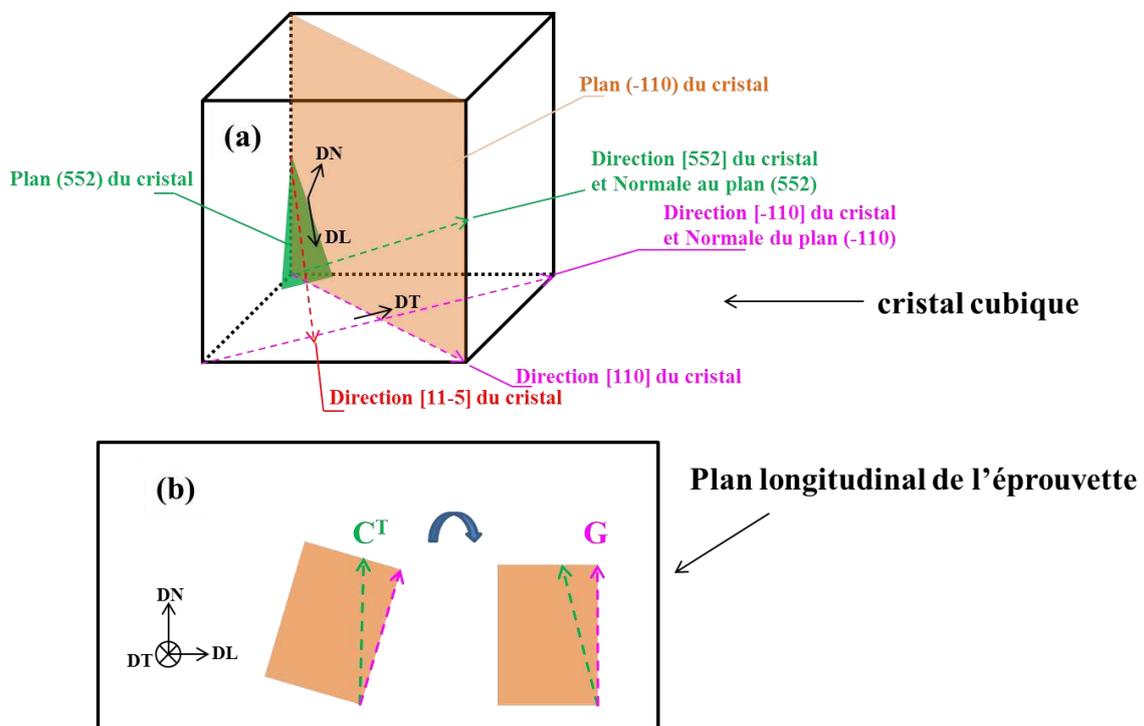


Figure IV.21 : Schémas montrant (a) les directions et les plans d'un cristal et (b) la rotation de C^T dans le plan longitudinal de l'éprouvette.

Cependant, selon les figures IV.11 et IV.12, si la composante G se renforce, ce n'est pas le cas de la composante G^T .

L'absence de G^T peut être expliquée à partir du glissement des dislocations. Après la formation des bandes de cisaillement et donc des composantes G et G^T , le glissement des dislocations est à nouveau favorisé. Pour la composante G^T , il n'y a que deux systèmes de glissement sur le même plan (111) qui ont un facteur de Schmid assez grand pour être activés. Le glissement des dislocations sur un seul plan permet d'avoir une rotation selon Φ des cristaux vers C et D. Par conséquent, au lieu de développer cette composante G^T , des composantes proches de C/D se renforcent.

Au contraire, la composante G a 4 systèmes de glissement qui peuvent être activés sur deux plans (111) et $(11\bar{1})$. Les 4 systèmes et les deux plans sont symétriques par rapport à DT. Dans ces conditions, le glissement des dislocations ne conduit pas à une rotation des cristaux et la composante G est stable pendant la déformation. Les systèmes de glissement activés, ainsi que la rotation des cristaux vers les composantes G et G^T ont été vérifiés à l'aide d'une simulation de type VPSC (Visco-Plastic Self-Consistent) [Lebensohn et Tomé, 1993].

Par ailleurs, les composantes B et S sont aussi renforcées au cours de la déformation. Paul et al. [Paul et al., 2004] ont supposé que ces deux composantes peuvent être formées à partir des composantes G et G^T présentes dans les bandes de cisaillement. En utilisant la simulation VPSC, cette hypothèse ne semble pas être vérifiée, parce que G est stable et G^T tourne vers C/D. Par conséquent, nous supposons que B et S se forment à partir des autres composantes présentes dans la texture exceptées les composantes G et G^T , C et C^T , D et D^T , comme c'est le cas pour les matériaux cfc à plus forte énergie de défauts d'empilement.

Notons que selon la bibliographie, la formation des bandes de cisaillement est liée à l'alignement de fines macles [Duggan et al., 1978]. Cet alignement des macles se fait parallèlement aux plans de laminage et forme les composantes $\{111\} \langle uvw \rangle$ (fibre γ). Toutefois, après déformation, la fibre γ est absente dans nos échantillons alors que les bandes de cisaillement se forment quand même à partir de 40% de LAF. Par conséquent, l'alignement des macles par rapport au plan de laminage et la formation des composantes $\{111\} \langle uvw \rangle$ n'est sans doute pas l'unique condition pour la formation de ces bandes.

La formation des bandes de cisaillement peut dépendre de la taille initiale des grains.

Ridha et Hutchinson [Ridha et Hutchinson, 1982] ont montré que plus la taille initiale de grains est grande, plus la formation de ces bandes est favorisée. Duckham et al. [Duckham et al., 2001] ont également mis en évidence que la formation de ces bandes dépend des conditions de déformation. En effet, les bandes de cisaillement se forment plus aisément lorsque la température de déformation est basse, lorsque la vitesse de déformation est importante et enfin lorsque la déformation est grande.

IV.3.2 Energie stockée

L'évolution de l'énergie stockée, dans les principales composantes de texture (G, B, C), est présentée sur les figures IV.22 (EM721) et IV.23 (EM722) en fonction du taux de déformation. Comme les composantes D et C sont très proches dans l'espace d'Euler, l'énergie stockée mesurée par diffraction des neutrons correspond à une valeur moyenne pour les deux composantes.

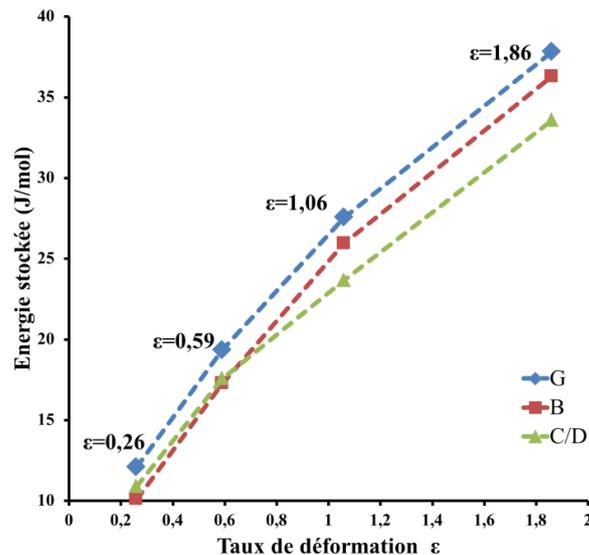


Figure IV.22 : Evolution de l'énergie stockée en fonction de la déformation pour les principales orientations de la nuance EM721.

Selon ces deux figures, il apparaît que, pour les deux matériaux, l'énergie stockée est presque linéairement proportionnelle à la déformation ϵ . Par ailleurs, il est intéressant de noter que, pour une déformation donnée, l'écart en énergie est très faible entre les différentes composantes de textures.

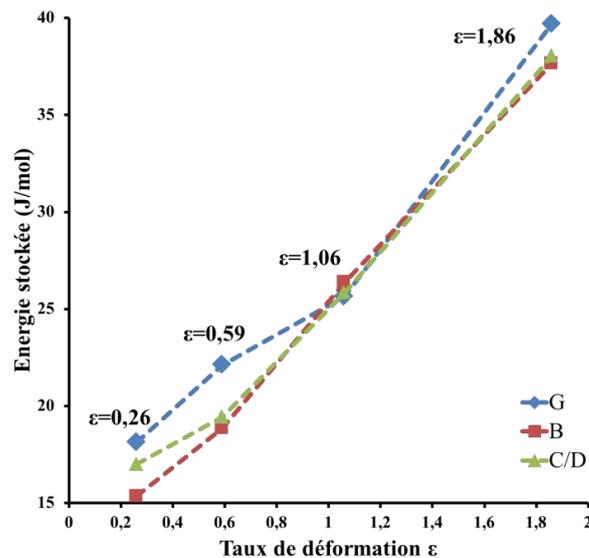


Figure IV.23 : Evolution de l'énergie stockée en fonction de la déformation pour les principales orientations de la nuance EM722.

Ces valeurs d'énergie stockée seront utilisées d'une part, pour étudier la cinétique de maillage lors du recuit de recristallisation (chapitre VI) et d'autre part, pour simuler la recristallisation (chapitre VII).

IV.4 Conclusion

Pendant la déformation, les deux matériaux développent une texture de type Laiton selon les mêmes mécanismes de déformation (Figure IV.24).

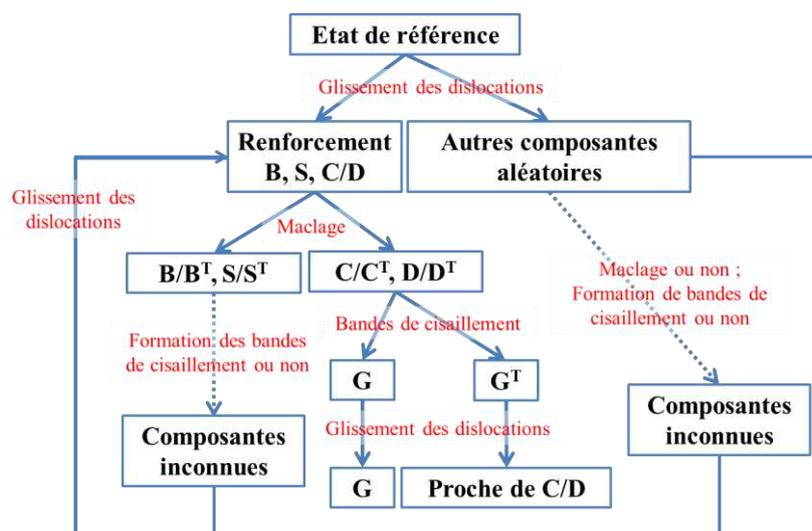


Figure IV.24 : Schématisation de la formation des composantes de texture pendant la déformation via différents mécanismes.

- Jusqu'à 20% de LAF, la déformation se fait par glissement des dislocations et permet le développement des composantes B, S et C/D.

- Après 40% de LAF, le maillage de déformation a lieu. Il devient le mécanisme prépondérant et conduit à une texture moins accusée (sauf pour la composante G). Les composantes C^T et D^T ont commencé de se développer. De plus, des bandes de cisaillement ainsi que l'alignement de certains joints $\Sigma 3$ selon ces bandes sont également observés. Parce que le glissement des dislocations devient difficile dans les zones maillées (C/C^T et D/D^T), le développement des bandes de cisaillement permet de réorienter les cristaux pour favoriser le glissement des dislocations. Toutefois, comme ce mécanisme débute et que la fraction de bandes de cisaillement est faible, leur influence sur la texture est négligeable.

- Après 60% et 80% de LAF, les zones maillées et donc les composantes C^T et D^T se renforcent par maillage mécanique. En parallèle, le développement des bandes de cisaillement s'accroît. Il s'en suit une rotation des zones maillées autour de DT, vers les composantes G et G^T , qui présentent un facteur de Schmid important qui permet de favoriser le glissement des dislocations. Lorsque la déformation augmente, la composante G (4 systèmes de glissement activés) est stable alors que la composante G^T (deux systèmes activés) tend à disparaître au profit de composantes proches de C/D (rotation selon Φ).

En parallèle, les composantes B et S se développent à partir des autres composantes de la texture exceptées des composantes G et G^T , C et C^T , D et D^T , grâce au mécanisme de glissement des dislocations (qui est le mécanisme principal pour le développement de la fibre β dans les matériaux à forte ou moyenne γ_{EDE}).

Par ailleurs, l'énergie stockée a été calculée à partir de mesures par diffraction des neutrons. Cette énergie est presque identique pour les deux matériaux et pour les différentes composantes. Elle dépend linéairement de la déformation quelles que soient les orientations.

Chapitre V : Recristallisation

V.1 Bibliographie

La recristallisation, nommée aussi recristallisation primaire, est une étape entre la restauration et la croissance normale de grains. Elle implique la germination et la croissance des germes. De nombreuses études se sont intéressées aux trois thèmes liés à la cinétique de recristallisation, aux mécanismes mis en jeux et au développement des textures associées. Dans cette partie, ces trois thèmes sont abordés pour les matériaux CFC.

V.1.1 Cinétique de recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres : les conditions de déformation (le mode de déformation, le taux de déformation, ...), les conditions du traitement thermique (la température, la vitesse de chauffage, ...) et le matériau (la taille de grains initiale avant les traitements thermomécaniques, la présence d'une seconde phase, ...) [Humphreys et Hatherly, 2004].

La cinétique de recristallisation peut être décrite simplement par l'équation V.1 de JMAK (Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov) [Stüwe et al., 2002]. X_v est la fraction recristallisée (volumique ou surfacique). n est le coefficient d'Avrami ou de JMAK qui est constant et indépendant de la température de recuit [Kalu et Waryoba, 2007]. k est une constante qui dépend de la température du traitement thermique (Equation V.2) [Avrami, 1939]. Q est l'énergie d'activation, R est la constante de Boltzmann et T est la température de recuit.

$$X_v = 1 - \exp(-k t^n) \quad (\text{V.1})$$

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{V.2})$$

La cinétique de recristallisation X_v est souvent tracée en fonction du temps en coordonnées logarithmiques $\log(t)$ ou $\ln(t)$. Cette courbe a typiquement la forme d'une sigmoïde (Figure V.1). Elle est constituée de trois parties qui correspondent respectivement à la germination, à la croissance des germes avec une vitesse rapide et enfin à la croissance des grains recristallisés avec une vitesse plus lente liée à la rencontre des grains en croissance.

Le paramètre n peut être calculé à partir de la pente de la droite décrite par

$\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ en fonction de $\ln(t)$ (Figure V.2). Théoriquement, n est compris dans l'intervalle $1 \leq n \leq 2$ pour la croissance unidimensionnelle, $2 \leq n \leq 3$ pour la croissance à deux dimensions et $3 \leq n \leq 4$ pour la croissance à trois dimensions [Christian, 1975]. Cependant, les études expérimentales montrent que n est proche de 1 [Humphreys et Hatherly, 2004].

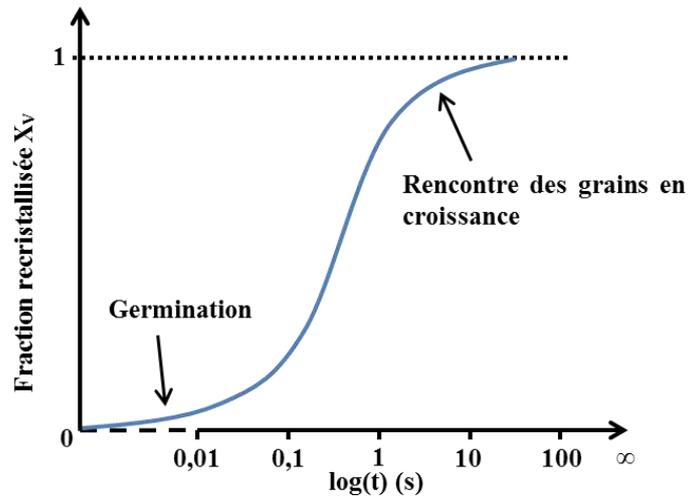


Figure V.1 : Exemple de cinétique de recristallisation.

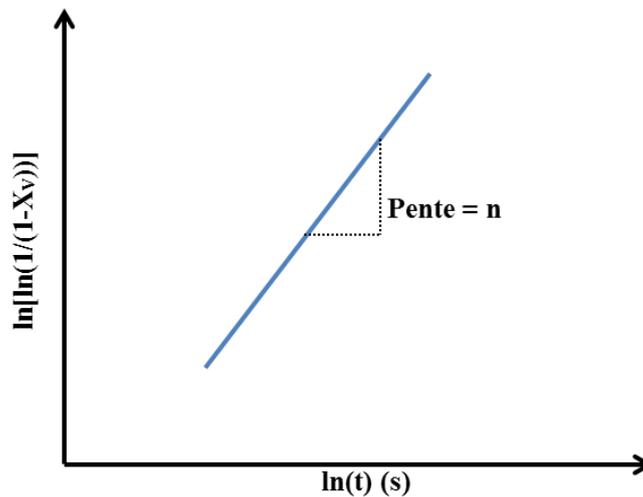


Figure V.2 : Détermination du coefficient d'Avrami n dans le graphe $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ en fonction de $\ln(t)$.

Cette différence, entre les valeurs de n trouvées par la théorie et les résultats expérimentaux peut s'expliquer d'une part, par l'effet de la restauration et d'autre part, celui de la distribution non aléatoire des germes dans la microstructure de déformation hétérogène.

En effet, l'équation de JMAK ne fonctionne que pour la recristallisation primaire. Or, expérimentalement, il est souvent très difficile de séparer les étapes de restauration et de recristallisation primaire qui coexistent et sont en compétition. De fait, la diminution des valeurs expérimentales de n par rapport à celles données par la théorie peut être liée à l'influence de la restauration. Cette influence a aussi été trouvée par Stüwe et al. [Stüwe et al., 2002] (Figure V.3). Les lignes droites en pointillés montrent les cinétiques de recristallisation idéales sans présence de restauration pour différentes températures de recuit. Au contraire, si la restauration est prise en compte (lignes continues), il apparaît une déviation qui conduit à la diminution de la pente des droites idéales. Par conséquent, la restauration a bien une influence sur la valeur de n .

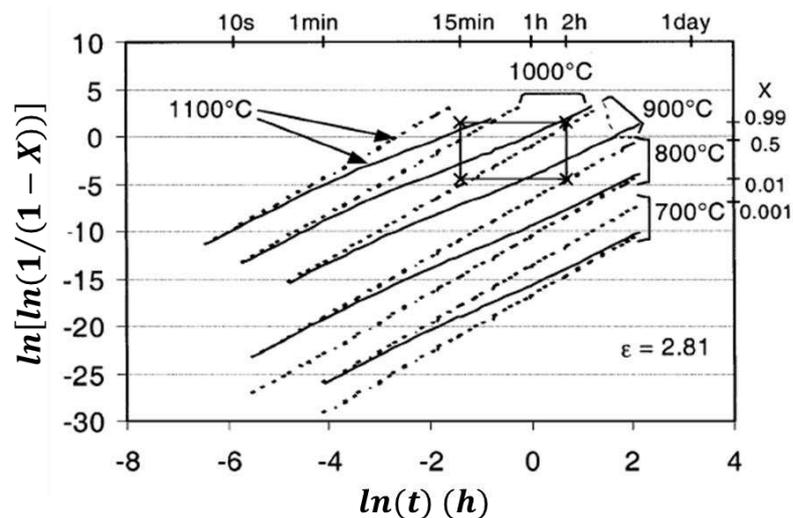


Figure V.3 : Graphe de $\ln[\ln(1/(1-X_V))]$ en fonction de $\ln(t)$ pour le tantale déformé de $\epsilon=2,81$ puis recuit à différentes températures [Stüwe et al., 2002].

Cependant, d'après Humphreys et Hatherly [Humphreys et Hatherly, 2004], l'influence de la restauration sur la valeur de n reste faible. Ils ont alors proposé de plutôt prendre en compte l'influence de l'hétérogénéité microstructurale créée pendant la déformation. En effet, cette hétérogénéité peut conduire à une distribution non-aléatoire des germes qui se rencontrent rapidement lors de leur croissance. Ce mécanisme tend alors à diminuer n . Au contraire, la théorie de JMAK prévoit une distribution aléatoire des germes et donc la croissance d'un germe n'est pas perturbée par les autres. Mais, comme le schématise la figure V.4.a, pendant la déformation, il apparaît des hétérogénéités microstructurales et de distribution de l'énergie stockée. De fait, lors du recuit de recristallisation, les germes se

forment préférentiellement (non-aléatoirement) dans les régions déformées où l'énergie stockée est la plus importante (Figure V.4b) ce qui peut expliquer la diminution de n . Un exemple typique (Figure V.5) montre le développement non aléatoire de germes dans des bandes de cisaillement [Paul et al., 2002].

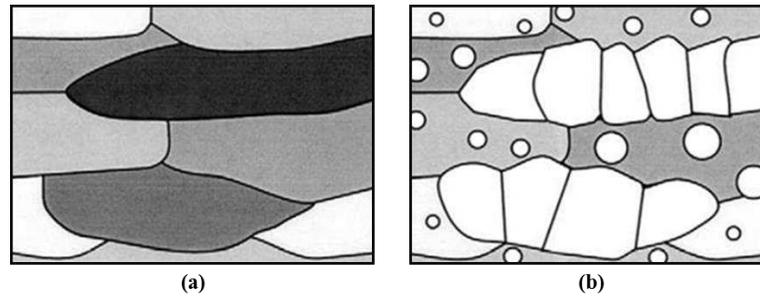


Figure V.4 : (a) Schématisation de la distribution hétérogène de l'énergie stockée entre les grains après déformation (plus la couleur du grain est sombre, plus l'énergie stockée est forte). (b) Germination préférentiellement localisée dans les régions qui ont le plus d'énergie stockée [Humphreys et Hatherly, 2004].

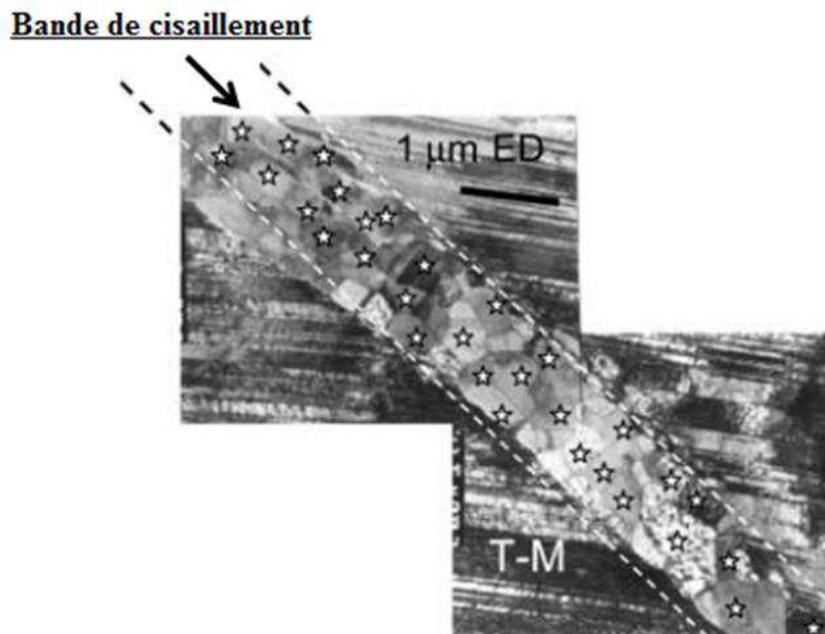


Figure V.5 : Exemple de germination localisée dans des bandes de cisaillement d'un monocristal Cu-2%Al (shear band (SB)) [Paul et al., 2002]. Les étoiles montrent le centre des germes.

En 2007, Kalu et Waryoba [Kalu et Waryoba, 2007] ont réussi à distinguer la cinétique de restauration de celle de recristallisation à l'aide de mesures de microdureté. Dans leur cas (un fil de cuivre OFHC), la germination n'est pas aléatoire. La différence de pente (cinétiques différentes) entre la restauration et la recristallisation est très marquée (Figure V.6). Si les

deux mécanismes ne peuvent pas être séparés, la cinétique de restauration doit sûrement avoir une influence sur le calcul du paramètre n de la cinétique de recristallisation.

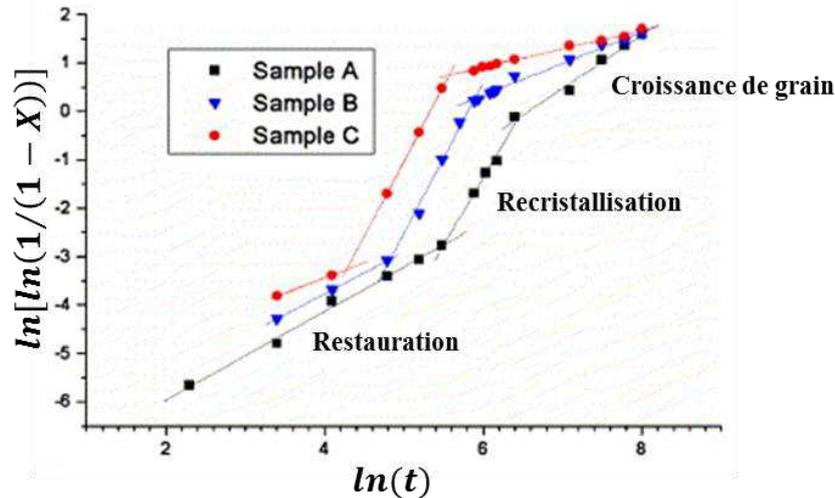


Figure V.6 : Graphe de $\ln[\ln(1/(1-X_R))]$ en fonction de $\ln(t)$ pour les cinétiques de restauration, de recristallisation et de croissance de grains (X_R est la fraction recristallisée calculée à partir de la microdureté) [Kalu et Waryoba, 2007].

Par conséquent, la valeur de n trouvée expérimentalement est plus petite et doit dépendre de l'influence de la restauration et de celle de la germination non aléatoire.

V.1.2 Mécanismes de recristallisation

Les mécanismes de recristallisation dépendent de l'énergie stockée par les grains au cours de la déformation, de la température, de la déformation et de la présence éventuelle d'une seconde phase. Pour les matériaux monophasés, dans la plupart des cas, la germination peut être expliquée par la migration des joints de grains induite par la déformation ou « SIBM » (Strain Induced grain Boundary Migration). Pour les matériaux à faible énergie de défauts d'empilement, le maclage de recuit est souvent un mécanisme de recristallisation complémentaire. Pour les matériaux biphasés (précipités, particules de seconde phase, ...), il existe aussi un autre mécanisme, la germination stimulée par les particules ou « PSN » (Particle Stimulated Nucleation), qui est lié à la formation de germes autour de précipités.

V.1.2.1 SIBM

Ce mécanisme a initialement été observé dans l'aluminium de haute pureté par Beck et

Sperry [Beck et Sperry, 1950]. Il implique un gonflement (ou « bulging » d'une partie d'un joint de grains préexistant ($>15^\circ$)). Ce mouvement est lié à la différence d'énergie stockée (induite par la déformation) entre deux grains voisins. Comme le schématise la figure V.7a, quand l'énergie stockée E_1 du grain 1 est inférieure à celle du grain 2 ($E_1 < E_2$), le joint peut migrer vers le grain 2, pour minimiser l'énergie totale du système, en laissant une zone de faible énergie stockée E_0 derrière lui. Selon des études sur un bicristal d'aluminium déformé à chaud, la cinétique de SIBM dépend aussi de la mobilité du joint qui est liée à sa nature [Theyssier et Driver, 1999].

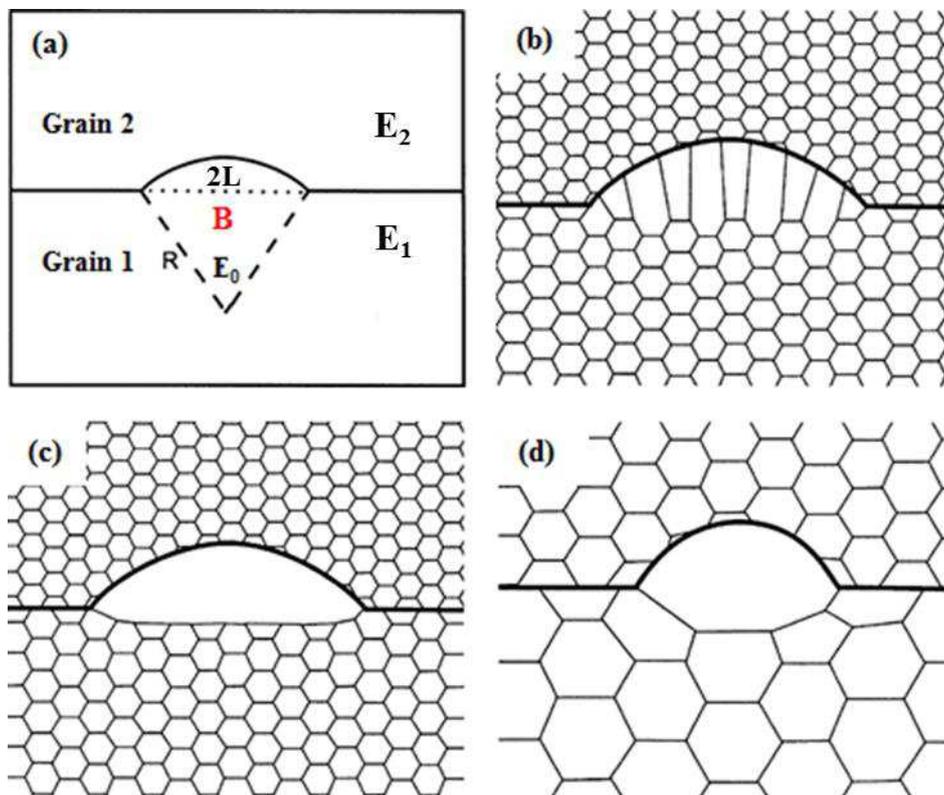


Figure V.7 : Schéma du mécanisme de SIBM. (a) Principe du SIBM, (b) gonflement d'un joint, la région balayée par le joint contient encore des dislocations (les hexagones schématisent des dislocations et non des cellules), (c) cas idéal ou simplifié à partir de (b), il n'y a pas de dislocations dans la région balayée par le joint et (d) formation d'un germe issu d'un sous grain du grain parent (les hexagones dans la partie inférieure schématisent des sous-grains) [Humphreys et Hatherly, 2004].

Il existe trois types de SIBM qui sont schématisés sur les figures V.7b à d :

La première situation (Figure V.7b) montre le gonflement d'un joint qui laisse derrière lui une région (B) qui contient encore des dislocations. Cette situation a été observée par Bailey et Hirsch dans le cuivre [Bailey et Hirsch, 1962]. Ces auteurs ont aussi étudié la

cinétique de SIBM, en introduisant une taille critique R_{crit} nécessaire à son amorçage (Equation V.3).

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{\Delta E} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_0} \quad (V.3)$$

γ_g est l'énergie du joint à grand angle. ΔE est la différence d'énergie stockée entre la région (B) et le grain 2 (selon la figure V.7a, $\Delta E = E_2 - E_0$). Bailey et Hirsch suppose alors que l'énergie stockée de la région (B) est égale à celle de son grain parent ($E_0 = E_1$) et qu'elle reste constante pendant la migration du joint, donc $\Delta E = E_2 - E_1$ (Equation V.4). En fait, la présence d' E_0 , non nulle en raison de l'existence de dislocations, freine la croissance de la région (B).

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_1} = \frac{2\gamma_g}{E_2(1 - \frac{E_1}{E_2})} \quad (V.4)$$

Au contraire, Bate et Hutchinson [Bate et Hutchinson, 1997] pensent (sans validation expérimentale) que l'énergie stockée E_0 de la région (B) n'est pas constante pendant la migration du joint. Ils supposent que l'énergie E_0 est initialement égale à celle de son grain parent ($E_0 = E_1$), mais qu'elle diminue à cause de la variation de volume pendant la croissance. Ils ont alors proposé une condition réévaluée pour déterminer la taille critique (Equation V.5). Cette nouvelle formule introduit au dénominateur la racine carrée de $1 - (E_1 / E_2)$ qui est inférieure à 1, diminuant ainsi la valeur de R_{crit} . Dans l'aluminium, il apparaît que E_0 est liée à la présence de sous-structures et que cette énergie diminue pendant la migration du joint [Higginson et Bate, 1999].

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{E_2 \sqrt{1 - \frac{E_1}{E_2}}} \quad (V.5)$$

La deuxième situation (Figure V.7c) est un cas particulier de la première situation. Il n'existe pas de dislocations derrière le joint migrant et donc dans le germe. Ainsi, l'énergie E_0 est donc égale à zéro.

La troisième situation (Figure V.7d) montre la formation d'un germe à partir d'un sous-grain. Cette situation est souvent rencontrée dans les matériaux qui ont une forte énergie

de défauts d'empilement. Pendant la restauration dynamique ou statique, des cellules se forment dans certains grains et se développent rapidement en sous-grains (Figure V.8).

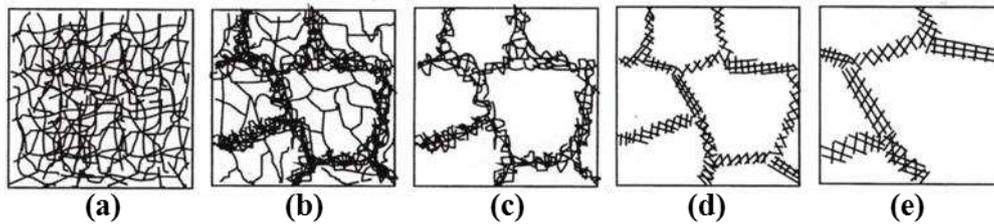


Figure V.8 : Différents stades de restauration pour former des sous-grains. (a) Enchevêtrement de dislocations, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation de sous-grains et (e) croissance de sous-grains [Humphreys et Hatherly, 2004].

Quand le sous-grain a une taille suffisante, il peut alors croître aux dépens de la zone déformée. La figure V.9 montre un exemple de SIBM dans l'Invar. Un sous-grain, formé dans une bande d'orientation Cube $\{100\} \langle 001 \rangle$, se développe aux dépens de la matrice déformée (forte énergie stockée) [Julliard, 2001].

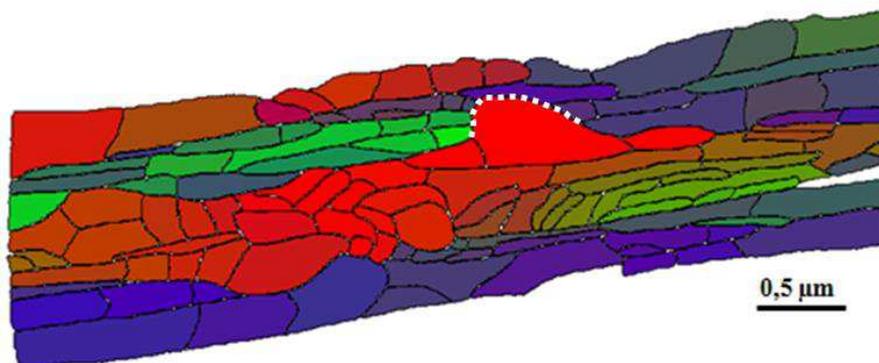


Figure V.9 : Mécanisme de SIBM depuis un sous-grain, observé dans le Fe-36%Ni laminé de 95% puis recuit 2 min à 600°C (la ligne blanche en pointillés montre le joint migrant) [Julliard, 2001].

V.1.2.2 Maclage de recuit

Les macles de recuit ont été observées pour la première fois par Carpenter et Tamura [Carpenter and Tamura, 1926] dans plusieurs métaux et alliages CFC. Au cours de la recristallisation, les macles se forment particulièrement dans les matériaux CFC qui ont une moyenne ou une faible énergie de défauts d'empilement comme le cuivre et ses alliages, le nickel et les aciers inoxydables austénitiques [Varin et Kruszynska, 1987 ; Pande et al., 1990 ;

Baudin et al., 2007 ; Field et al., 2007 ; Fang et al., 2008]. La formation de ce type de macle ne dépend pas seulement de l'énergie de défauts d'empilement du matériau, mais aussi du taux de déformation et de la taille de grains avant les traitements thermiques [Pande et al., 1990 ; Cahoon et al., 2009]. Une description plus détaillée sera présentée dans le chapitre VI.

V.1.2.3 PSN

Dans certains matériaux, les particules (ou les précipités) d'une seconde phase peuvent être des sites favorables pour la germination (PSN) (Figure V.10). Ce mécanisme est souvent trouvé lorsque les précipités ont une taille supérieure à $1\ \mu\text{m}$ [Humphreys et Hatherly, 2004 ; Robson et al., 2009]. Les particules assez grandes ne se déforment pas pendant la mise en forme du matériau et elles peuvent bloquer le mouvement des dislocations. Il apparaît alors des zones autour des particules où se localise la déformation. Dans ces zones, il existe donc des gradients d'orientations et une forte densité de dislocations qui favorisent la formation des germes. Le PSN a déjà été observé dans beaucoup d'alliages industriels à base de fer, d'aluminium et de nickel [Leslie et al., 1963 ; Humphreys, 1977 ; Humphreys, 2000].

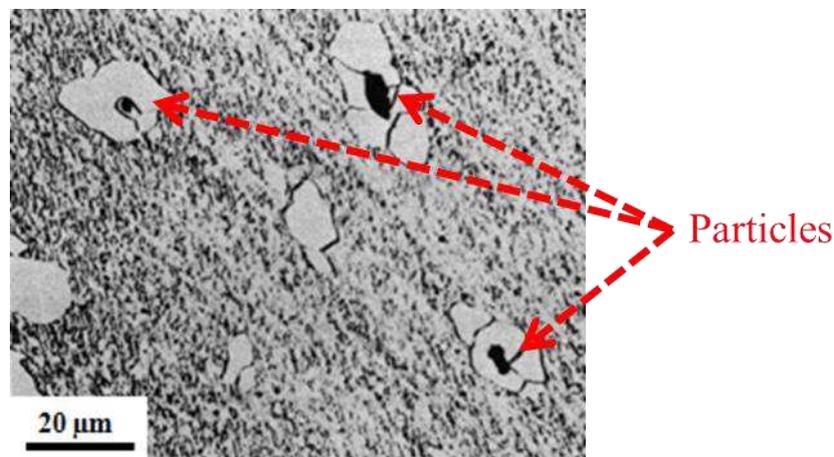


Figure V.10 : Mécanisme de PSN à côté d'oxydes (zones noires) dans le fer [Leslie et al., 1963].

Notons que la présence de particules peut accélérer la recristallisation, mais elle peut aussi la retarder. Nes et al. [Nes et al., 1985] ont conclu que l'effet de retardement de la recristallisation par des particules (effet Zener) est principalement lié à leur distribution (ou l'espace inter-particules) et à leur forme. Si les particules ont une distribution aléatoire et si elles sont sphériques avec un rayon r , la pression de freinage correspondante est proportionnelle à F_v/r (F_v est la fraction volumique de particules).

V.1.3 Texture de recristallisation

La texture de recristallisation dépend de nombreux paramètres : le matériau (composition chimique, énergie de défauts d'empilement, ...), la texture initiale, la déformation (taux et mode de déformation), les traitements thermiques (temps et température), parce que ces paramètres peuvent conduire à différents mécanismes de recristallisation.

V.1.3.1 Influence du mécanisme de recristallisation sur la texture

Le mécanisme de SIBM conduit à la formation de germes qui ont une orientation similaire à celle du grain parent. Par conséquent, la texture de recristallisation dépend de l'orientation des grains qui sont favorables pour ce mécanisme (formation de sous-structures de déformation cellulaires, par exemple).

L'influence du PSN sur la texture de recristallisation est diverse. Les études sur un alliage de nickel (avec des particules de silice) qui a subi une relativement faible (ou moyenne) déformation montrent que l'orientation des nouveaux grains (formés par PSN) n'est pas aléatoire [Humphreys, 2000]. En effet, elle dépend de l'orientation des zones déformées (à côté des particules) avec une dispersion d'orientations. Au contraire, pour un alliage Mg – Mn déformé à chaud et recuit, Robson et al. ont trouvé que le PSN peut conduire à une texture de recristallisation aléatoire [Robson et al., 2009]. Humphreys et Hatherly ont également conclu qu'après un fort laminage suivi d'un recuit, les polycristaux contenant de grosses particules, développent des germes qui sont faiblement texturés ou ont des orientations aléatoires [Humphreys et Hatherly, 2004].

Le maillage de recuit est un mécanisme qui est très important pour la formation de la texture de recristallisation. Il permet de développer de nouvelles orientations qui n'existent pas dans la texture de déformation. Comme ces nouvelles orientations sont liées à celles des grains de la matrice, l'influence du maillage dépend, de fait, du développement des germes en début de recristallisation. Pour des fils de cuivre, Baudin et al. [Baudin et al., 2007] ont trouvé que pendant le recuit suivant une faible déformation, des germes de différentes orientations se forment et le maillage de ces germes favorise donc le développement d'une texture isotrope. Au contraire, quand le cuivre subit une forte déformation, le recuit suivant développe seulement les germes {100} et ses macles {122}. Le maillage multiple est souvent présent

(plusieurs générations de macles) et conduit à la formation d'une « famille » de macles dans un grain. Gottstein a étudié l'influence du maclage multiple (Figure V.11) qui contient le re-maclage (Figure V.12 et flèches rouges sur la Figure V.11) [Gottstein, 1984]. Parce que le re-maclage permet de renforcer l'orientation des grains parents, dans son modèle, pour le calcul de la texture, il n'en tient pas compte. Dans ces conditions, il a trouvé que la texture finale n'est pas tout à fait aléatoire jusqu'à la 7^{ème} génération de maclage. Au-delà, elle devient de plus en plus aléatoire après chaque nouvelle génération. Ce phénomène a aussi été simulé par Baudin et al., [Baudin et al., 2003]

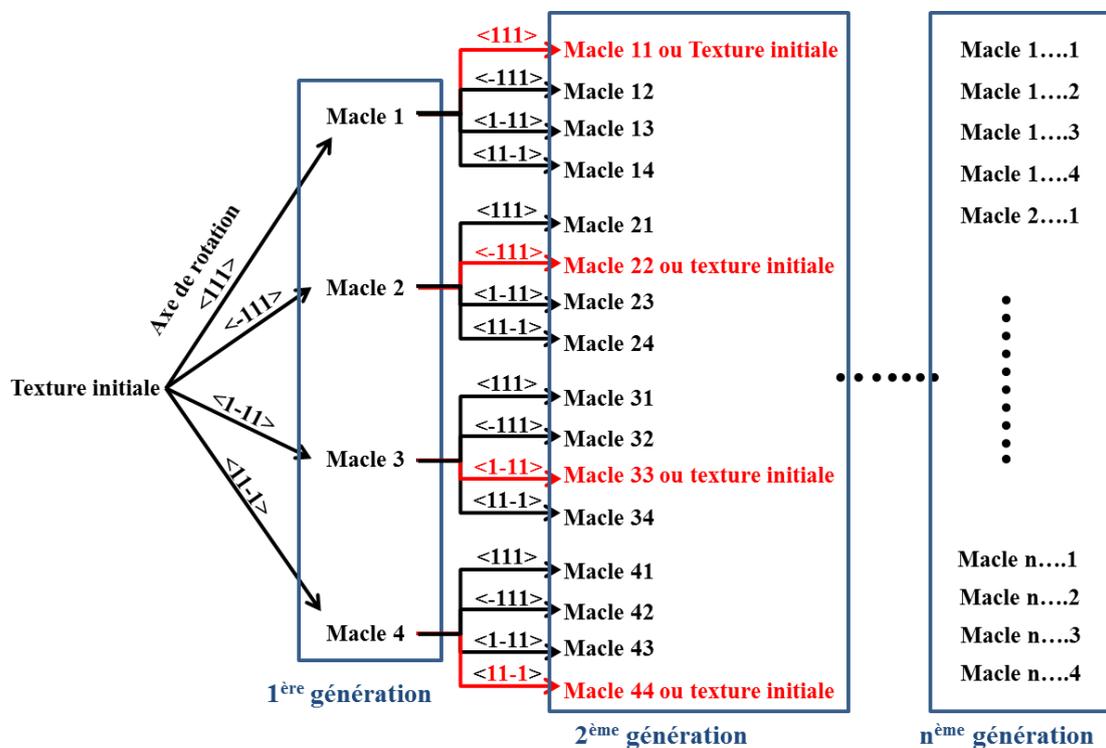


Figure V.11 : Schématisation du maclage multiple.

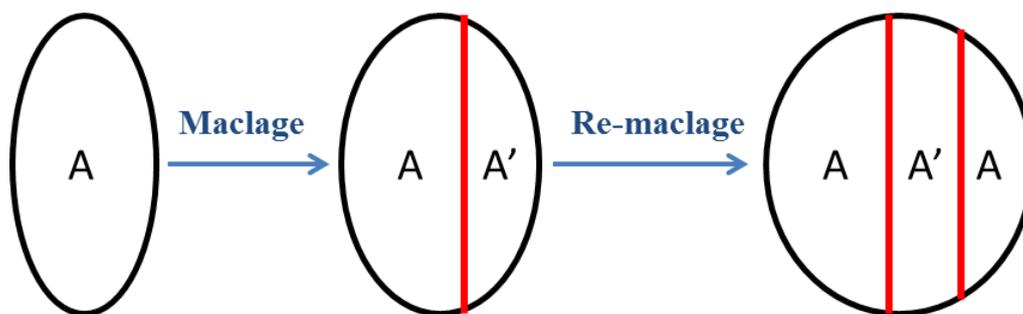


Figure V.12 : Schématisation du re-maclage.

V.1.3.2 Le nickel pur et ses alliages

Le renforcement de la texture Cube $\{001\}\langle 100\rangle$ a déjà été trouvé dans le nickel pur et les alliages Ni-W ($W < 5 \text{ at.}\%$) après recristallisation primaire.

Selon des études réalisées sur le nickel pur (après une forte déformation suivie d'un recuit à une faible température), Li et al. ont supposé que le renforcement de la Cube était lié à un phénomène de croissance orientée [Li et al., 2007].

Dans l'alliage Ni – 5 at.% W élaboré par frittage, le renforcement de la Cube a également été observé. En revanche, il a été attribué à une germination orientée [Bhattacharjee et al., 2009]. Au début de la recristallisation, les germes Cube se forment préférentiellement. Puis, au cours de la croissance, ils se développent aux dépens des composantes non-Cube.

Bien que n'ayant pas expliqué les mécanismes mis en jeu, Bhattacharjee et al. ont montré de plus que la texture Cube est plus accusée dans le Ni – 5 % at. W que dans le Ni pur [Bhattacharjee et al., 2005].

Au-delà de 5% at. de W, la texture Cube se développe difficilement. Toutefois, avec un recuit TSA (Two Step Annealing), Zhao et al. ont réussi à augmenter la fraction de la composante Cube dans un alliage de Nickel contenant plus de 5% at. de W [Zhao et al., 2009].

En comparant l'influence de différents éléments d'addition sur le développement de la texture Cube, Nast et al. ont montré que l'augmentation de la teneur en Cr et la diminution de celle en W favorise le maillage de recuit qui réduit l'acuité de la texture Cube [Nast et al., 2002].

V.2 Techniques expérimentales

Les échantillons laminés (chapitre IV) à différents taux de réduction ont ensuite subi des traitements thermiques à 700°C ou 900°C pendant différentes durées (Tableaux V.1 et V.2).

Tableau V.1 : Durée des recuits à 700°C pour les échantillons déformés (nuances EM721 et EM722)

Temps (min)	3	6	15	30	45	60	90	120	180	240
-------------	---	---	----	----	----	----	----	-----	-----	-----

Tableau V.2 : Durée des recuits à 900°C pour les échantillons déformés (nuances EM721 et EM722)

Temps (min)	1	4	8	15	30	45	60
-------------	---	---	---	----	----	----	----

Le taux de recristallisation a été calculé à partir de mesures de microdureté pour étudier la cinétique de recristallisation en fonction du taux de déformation. En parallèle, tous les échantillons ont été analysés par EBSD dans le plan (DL-DN) et la cinétique de recristallisation a été vérifiée à partir de ces résultats. La texture de recristallisation a été mesurée par diffraction des rayons X, dans le plan de laminage (DL-DT).

Un échantillon de chaque nuance EM721 et EM722, après 80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min, a aussi été préparé pour étudier les premiers stades de la recristallisation en microscopie électronique en transmission à l'aide d'un MET JEOL 2000EX.

La préparation des lames minces pour le MET et le polissage des échantillons pour le MEB sont expliqués dans la chapitre II.

V.3 Résultats et discussion

V.3.1 Précipitation

Les précipités ont une influence sur la cinétique de recristallisation puisqu'ils peuvent accélérer la recristallisation avec le mécanisme de PSN ou au contraire la retarder avec l'effet Zener. Il est donc nécessaire de vérifier si une nouvelle précipitation se produit pendant les recuits effectués sur la nuance EM722.

Des échantillons de la nuance EM722 déformés (chapitre IV) puis recuits à différentes températures ont été analysés par MEB. La figure V.13 montre deux exemples, le premier pour un LAF de 60% suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h et le second pour un recuit à 900°C pendant 1h. Les précipités sont extraits de ces images pour calculer leur fraction. A partir de ce type d'analyses, la fraction de précipités est toujours trouvée autour de 3-4% après les recuits à 700°C ou 900°C et cela quel que soit le taux de déformation. Nous pouvons donc considérer qu'il n'y a plus de précipitation au cours des recuits de recristallisation. Par conséquent, seuls les anciens précipités formés pendant le traitement d'homogénéisation

(Chapitre III) joueront un rôle lors de la recristallisation.

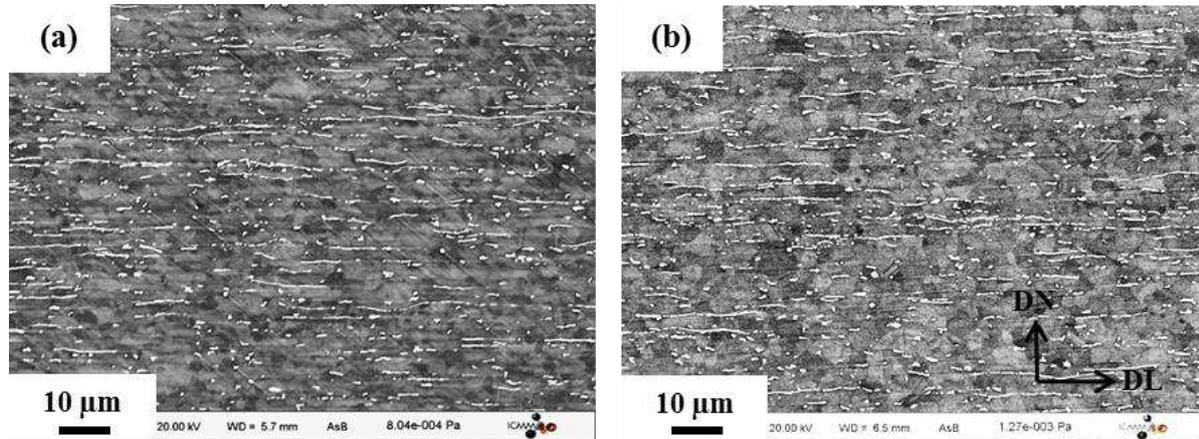


Figure V.13 : Micrographies (MEB) de la nuance EM722 après 60% de LAF et un recuit (a) à 700°C pendant 3h et (b) à 900°C pendant 1h (les points ou les lignes blanches sont des « clusters » de précipités).

Cependant, après les recuits de recristallisation, on peut noter que les précipités se regroupent le long de la direction de laminage. Il apparaît alors des « Clusters » de précipités assez grands, qui, probablement favoriseront le mécanisme de PSN.

V.3.2 Cinétique de recristallisation

La microdureté des échantillons déformés et recuits (différentes combinaisons de temps et de température) a été mesurée. Le taux de recristallisation X_v correspondant est calculé à partir de l'équation V.6. H_{max} et H_{min} sont les microduretés maximale et minimale qui correspondent respectivement à celle après déformation et celle après recristallisation complète. H est la microdureté d'un échantillon donné.

$$X_v = \frac{H_{max} - H}{H_{max} - H_{min}} \quad (V.6)$$

Notons que comme la recristallisation après un recuit à 700°C pendant 4h (temps maximum utilisé) n'est pas encore finie, la valeur de H_{min} ne peut pas être obtenue par microdureté. Dans ce cas, le taux de recristallisation X_v d'un échantillon partiellement recristallisé est déterminé par EBSD à l'aide du paramètre GOS (Grain Orientation Spread) (Annexe I). Connaissant X_v et la microdureté H de cet échantillon, la valeur de H_{min} peut alors être calculée avec l'équation V.7. La fraction recristallisée des autres échantillons peut alors

être calculée à l'aide de l'équation V.6.

$$H_{\min} = H_{\max} - \frac{H_{\max} - H}{X_V} \quad (\text{V.7})$$

Le taux de recristallisation calculé via les mesures de microdureté est ensuite confronté aux valeurs obtenues par analyses EBSD. La première méthode permet d'avoir une analyse globale et la seconde donne une valeur locale.

V.3.2.1 Cinétique de recristallisation à 700°C

EM721

Les cartographies EBSD sont montrées sur la figure V.14, pour la nuance EM721 laminée de 20% et de 40% puis recuite à 700°C pendant 4h. Selon ces cartographies, il existe encore un gradient de couleurs dans les grains qui traduit la présence d'une désorientation intragranulaire.

La distribution du paramètre GOS est également présentée sur la figure V.14. Les grains qui ont une valeur de GOS inférieure à 1° sont souvent considérés comme étant recristallisés. De fait, il apparaît qu'après 20% de LAF, la recristallisation n'a pas encore commencée. Après le LAF de 40%, elle ne débute qu'au bout de 4 h.

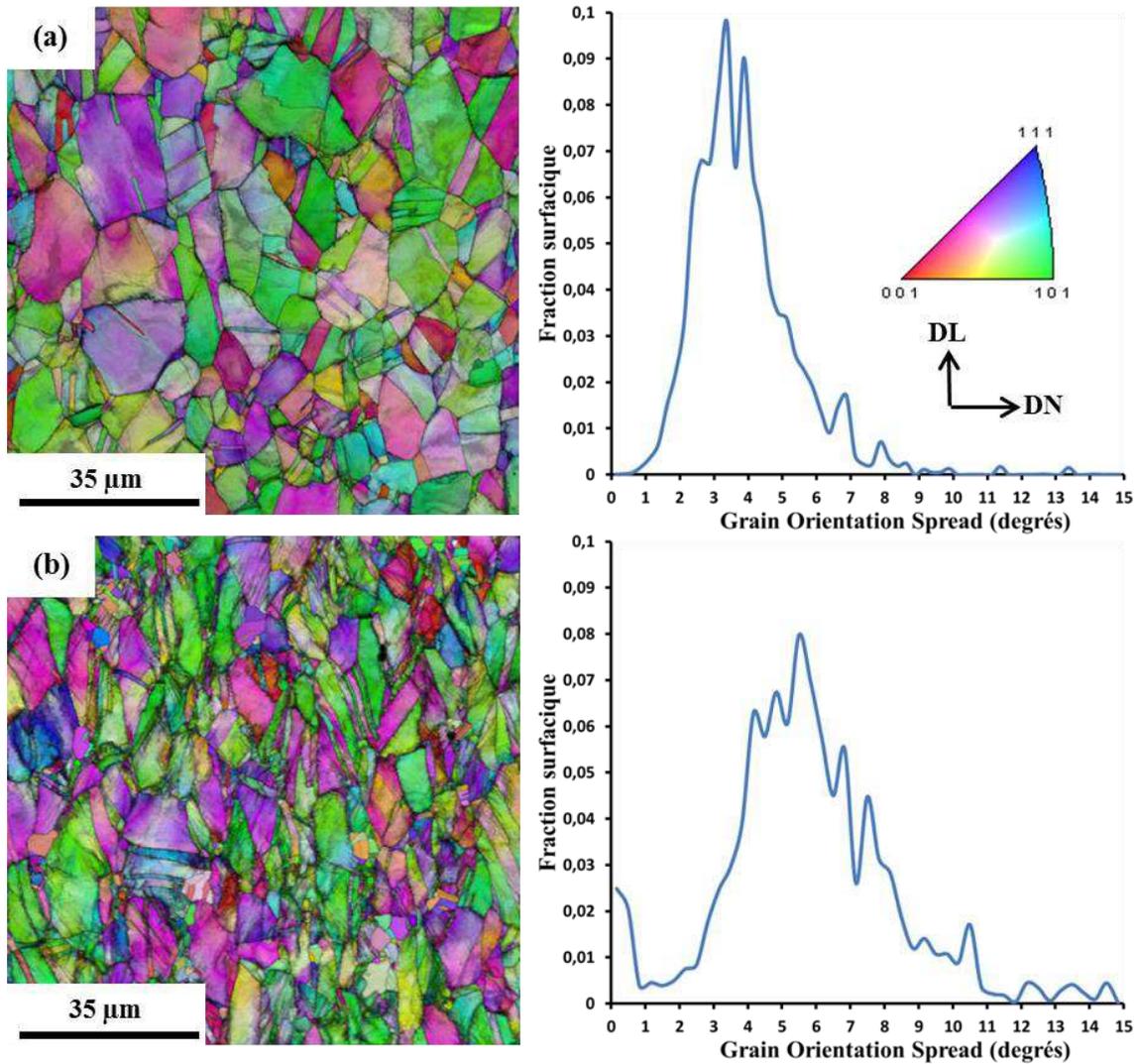


Figure V.14 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan de laminage) et distributions du paramètre GOS correspondant pour la nuance EM721 après (a) 20% de LAF et (b) 40% de LAF, suivi d'un recuit de 4h à 700°C.

Le laminage de 20% est donc trop faible pour que les grains puissent stocker suffisamment d'énergie pour permettre d'activer la recristallisation lors des traitements thermiques à 700°C. En conséquence, la cinétique de recristallisation n'est étudiée que pour les échantillons laminés de 60% et 80%. Selon la figure V.15, elle suit bien la loi de JMAK dont les paramètres, n et k sont donnés dans le tableau V.3.

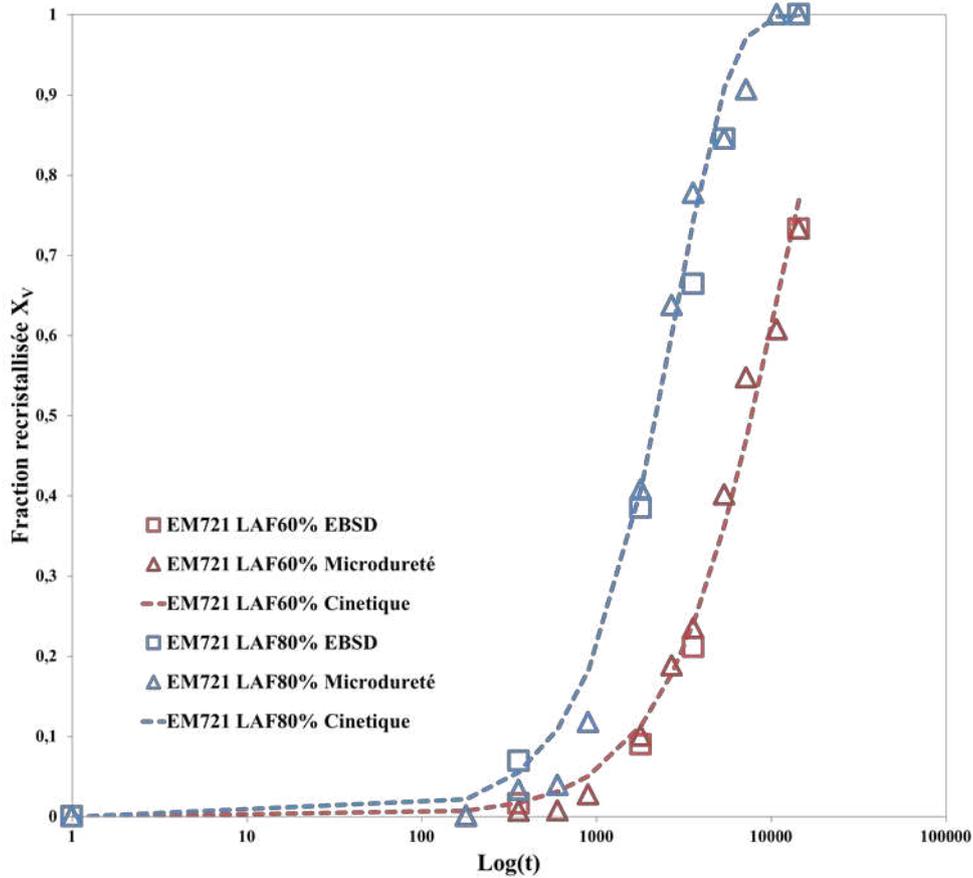


Figure V.15 : Cinétiques de recristallisation à 700°C de la nuance EM721 après 60% (rouge) et 80% (bleu) de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.

Tableau V.3 : Paramètres n et k de la loi de JMAK pour le recuit à 700°C de la nuance EM721.

Déformation	n	k
60% de LAF	1,20	$1,50 \cdot 10^{-5}$
80% de LAF	1,38	$1,70 \cdot 10^{-5}$

EM722

Comme pour la nuance EM721, le laminage de 20% n'est pas suffisant pour activer la recristallisation de la nuance EM722. Elle commence à peine après 4h de recuit à 700°C (Figure V.16). La figure V.17 montre les cinétiques de recristallisation pour les échantillons laminés de 40%, 60% et 80%. Les paramètres n et k sont donnés dans le tableau V.4.

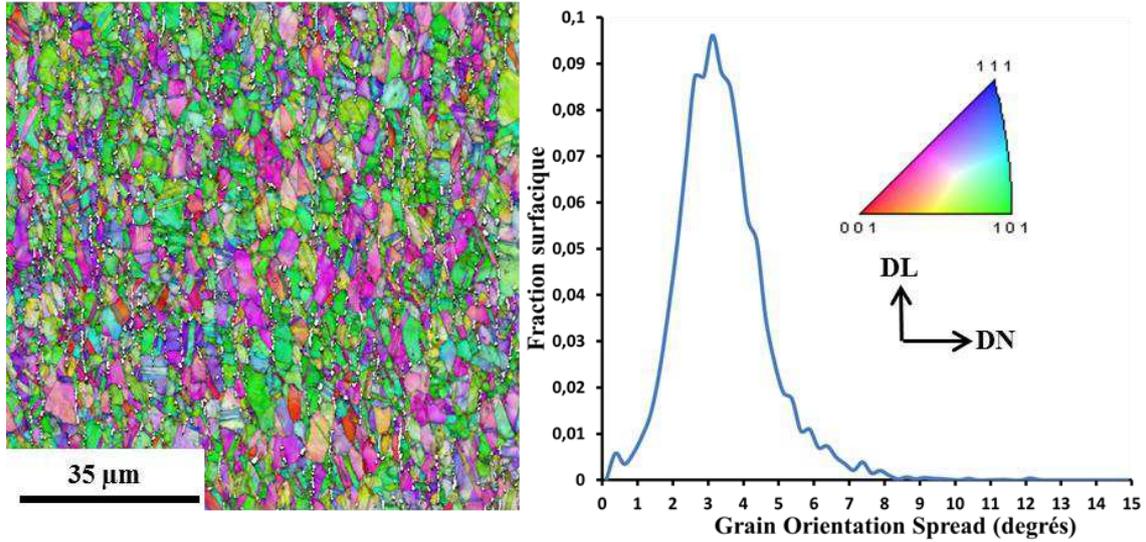


Figure V.16 : Cartographie EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) et distribution du paramètre GOS pour la nuance EM722 après 20% de LAF suivi d'un recuit de 4h à 700°C.

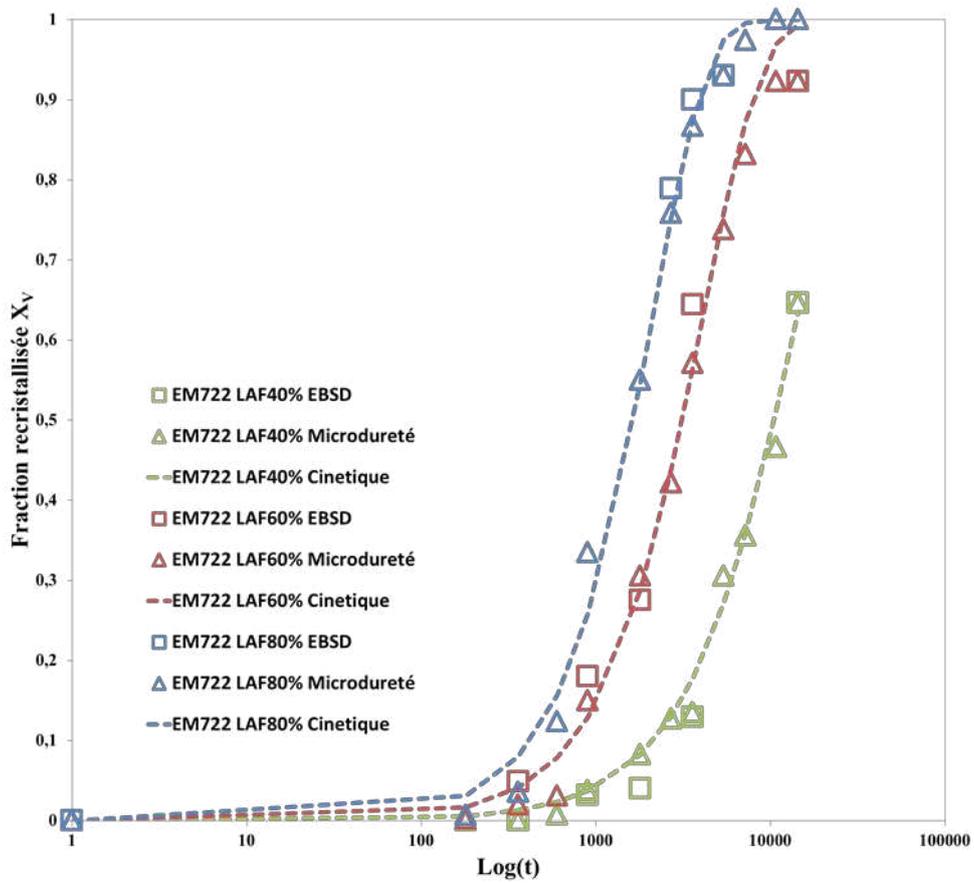


Figure V.17 : Cinétiques de recristallisation à 700°C de la nuance EM722 après 40% (vert), 60% (rouge) et 80% (bleu) de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.

Tableau V.4 : Paramètres n et k de la loi de JMAK pour le recuit à 700°C de la nuance EM722.

Déformation	n	k
40% de LAF	1,18	$1,25 \cdot 10^{-5}$
60% de LAF	1,30	$2,00 \cdot 10^{-5}$
80% de LAF	1,40	$2,20 \cdot 10^{-5}$

Selon les tableaux V.3 et V.4, l'exposant n de la loi de JMAK est toujours proche de 1 ce qui est cohérent avec les résultats de la littérature (chapitre V.1.1). Pour chaque nuance (EM721 ou EM722), ce paramètre augmente avec le taux de réduction par laminage. Pour un même taux de déformation, n est presque identique pour les deux nuances, mais k est un peu plus grand pour la nuance EM722 qui recristallise donc plus rapidement. A titre d'exemple, la figure V.18 permet de comparer les cinétiques de recristallisation à 700°C pour les nuances EM721 et EM722 laminées de 80%.

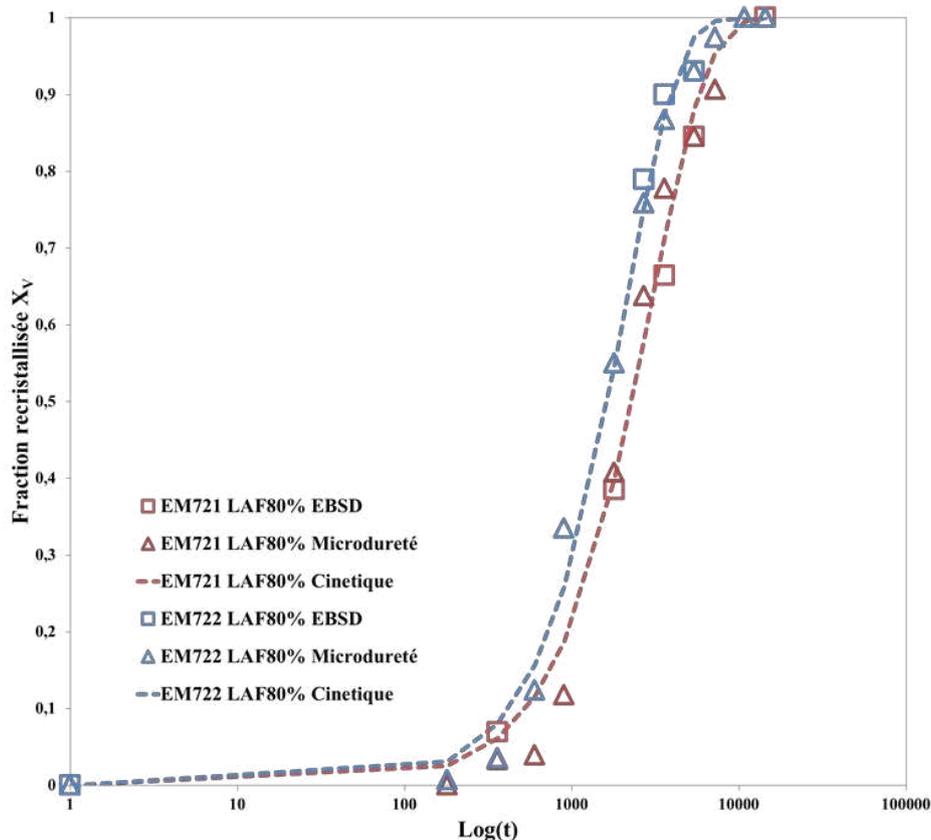


Figure V.18 : Superposition des cinétiques de recristallisation à 700°C pour les nuances EM721 (rouge) et EM722 (bleu) après 80% de LAF, déterminées par EBSD et par microdureté.

V.3.2.2 Cinétique de recristallisation à 900°C

A la température de 900°C, les échantillons déformés des nuances EM721 et EM722 recristallisent très rapidement et la recristallisation est complète après 4 min de recuit (Figures V.19 et V.20), à l'exception toutefois de la nuance EM721 laminée de 20% (Figure V.19a).

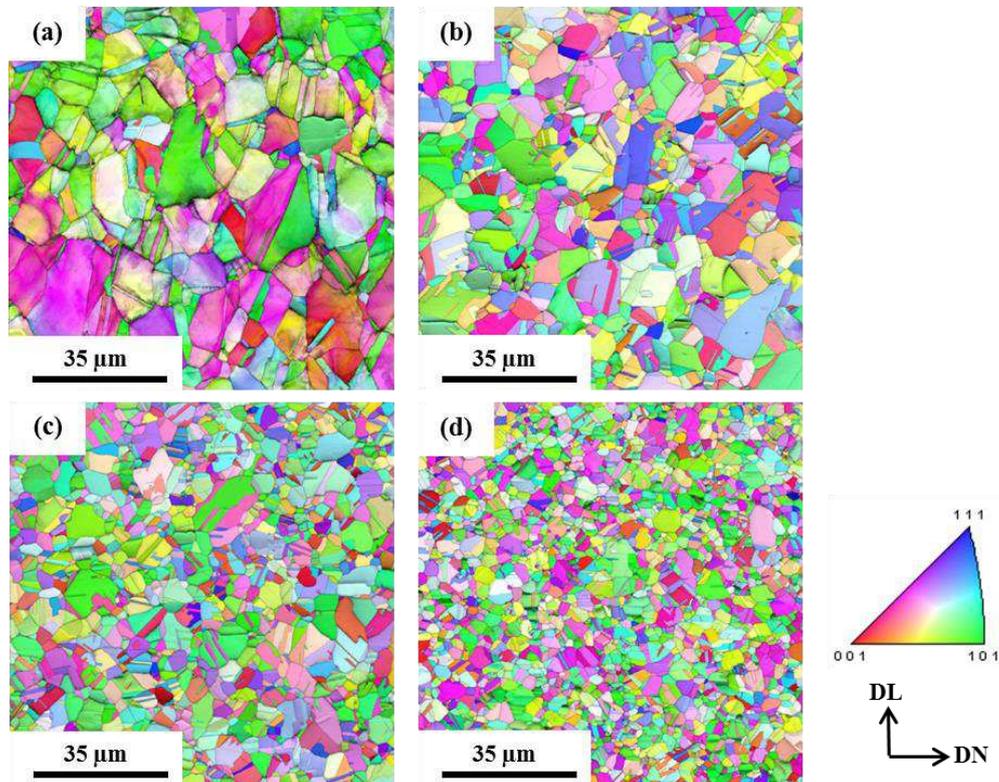


Figure V.19 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) de la nuance EM721 après (a) 20%, (b) 40%, (c) 60% et (d) 80% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min.

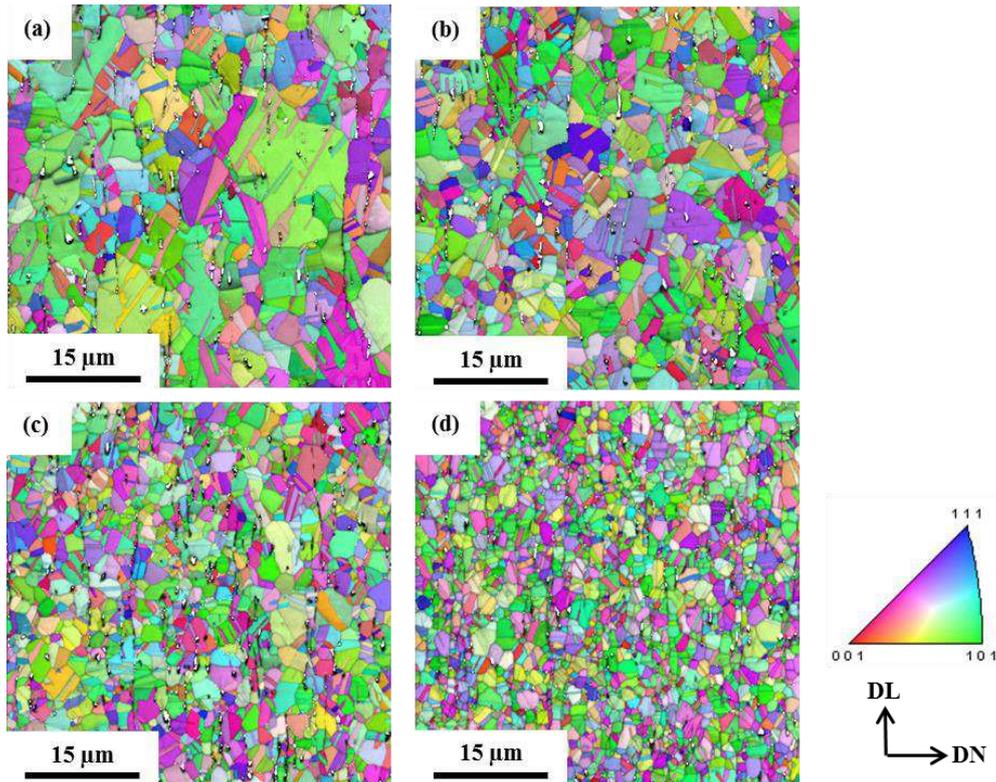


Figure V.20 : Cartographies EBSD (distribution des plans $\{hkl\}$ // plan du laminage) de la nuance EM722 après (a) 20%, (b) 40%, (c) 60% et (d) 80% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min.

Comme la recristallisation est très rapide à 900°C, la restauration peut être considérée comme négligeable.

V.3.3 Mécanismes de recristallisation

Les mécanismes de recristallisation ont été étudiés à l'aide du MET. Comme la recristallisation est très rapide à 900°C, les échantillons observés ont subi un recuit court de 6 minutes à 700°C pour pouvoir appréhender les premiers stades de la recristallisation. De plus, les échantillons laminés de 80% ont été choisis car ils recristallisent relativement rapidement à 700°C ce qui facilite la recherche des zones recristallisées dans les lames minces.

EM721

La figure V.21 montre des micrographies MET de la nuance EM721 au début de la recristallisation. Selon la figure V.21a, le mécanisme de SIBM est bien observé. Il existe une zone (A) derrière le joint migrant (ligne verte en pointillées) ne contenant pas de dislocations. Comme le grain parent n'est pas formé d'une sous-structure de dislocations (ou de sous grains), le mécanisme de SIBM mis en jeu correspond probablement à la deuxième situation décrite sur la figure V.7c.

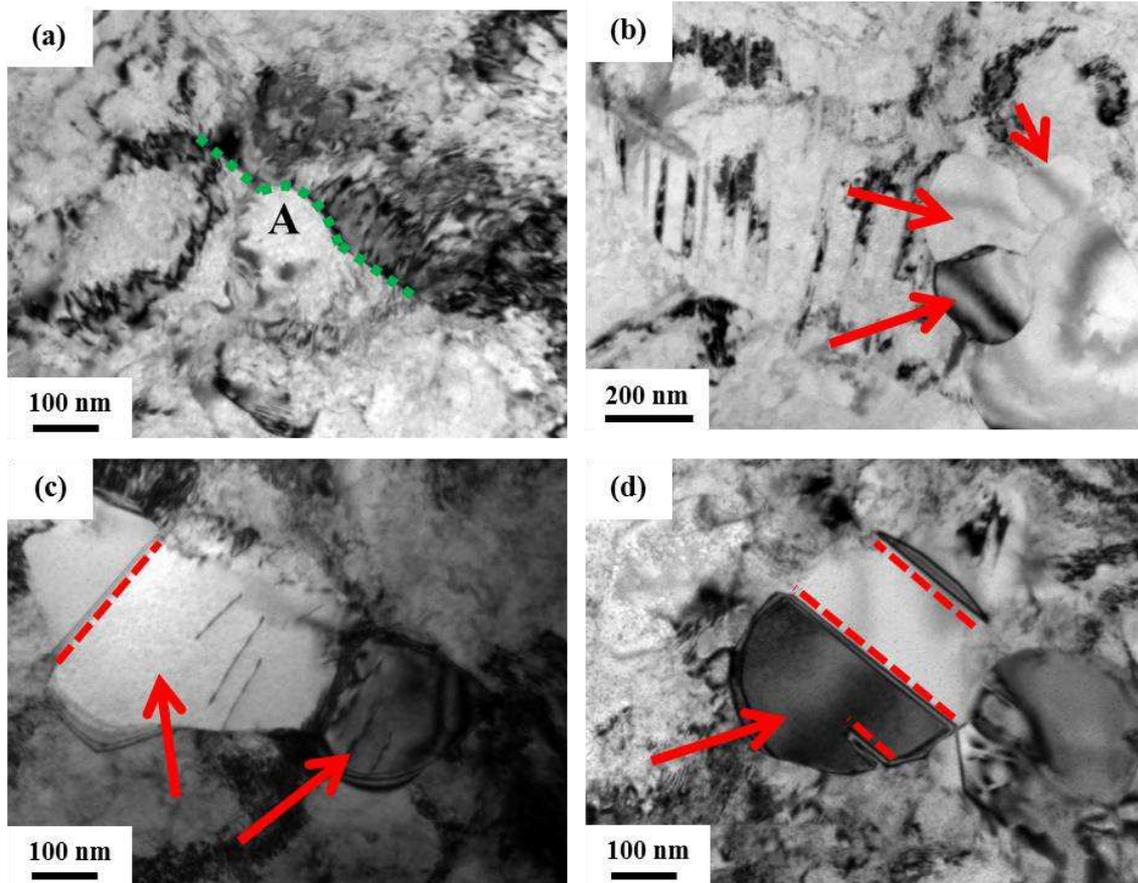


Figure V.21 : Micrographies MET de la nuance EM721 après 80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. La ligne verte montre le joint migrant et les lignes rouges, les joints de macle. Les flèches rouges indiquent les grains recristallisés.

La figure V.21b montre la croissance de nouveaux grains aux dépens de la zone déformée qui contient des macles formées pendant la déformation.

Dès que le germe ou le nouveau grain se forme (flèches rouges), le maclage de recuit se produit (le joint de macle est décrit par la ligne rouge) (Figure V.21c). Dans un grain recristallisé, on trouve souvent des joints de macle parallèles qui se forment pendant le recuit (Figure V.21d). La taille des nouveaux grains est de l'ordre de 200-400 nm, donc la taille critique D_{crit} ($2L$ sur la figure V.7a) des germes doit être inférieure à ces valeurs.

EM722

Les premiers stades de la recristallisation de la nuance EM722 sont montrés sur la figure V.22. Selon les figures V.22a et d, la germination (les flèches rouges montrent les nouveaux grains) se produit à la fois autour des précipités (PSN) et loin de ces derniers (SIBM).

De plus, quel que soit le mécanisme mis en jeu, dès que le germe se forme, il peut macler

pour permettre sa croissance (Figures V.22b-d). Par conséquent, le maclage est indépendant du mécanisme de recristallisation.

Dans la nuance EM722, il existe simultanément deux mécanismes de recristallisation (le PSN et le SIBM), alors que seul le SIBM est présent dans la nuance EM721. De fait, la nuance EM722 recristallise plus rapidement que la nuance EM721 (Tableaux V.3 et V.4).

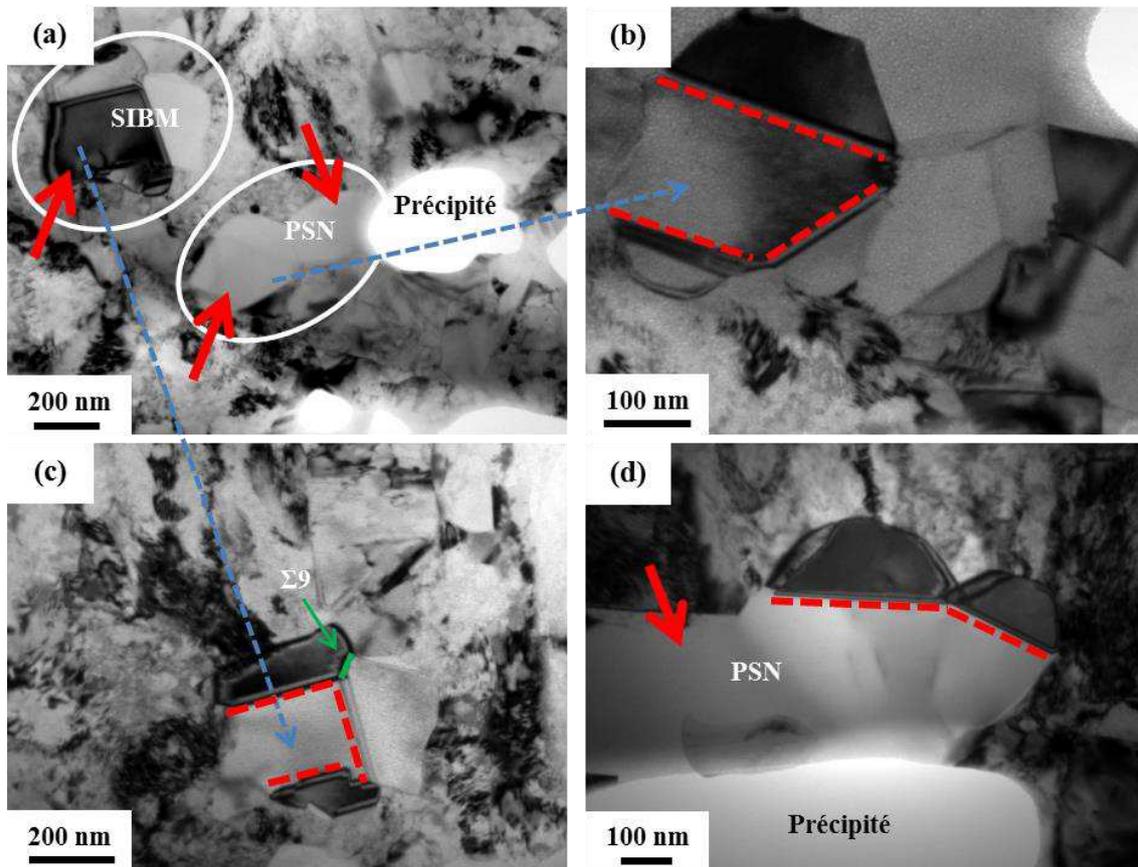


Figure V.22 : Micrographies MET de la nuance EM722 après 80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 6min (les lignes rouges montrent les joints de macle).

Les figures V.22b et V.22d montrent la présence de plusieurs macles autour du grain parent (germe). Cette situation est observée dans les deux nuances. Selon les figures V.22c et V.23, lorsque les macles se rencontrent pendant leur croissance, un joint $\Sigma 9$ se forme. Cependant, cette situation n'est pas très courante et de fait, la fraction de joints $\Sigma 9$ est très faible après complète recristallisation (chapitre VI).

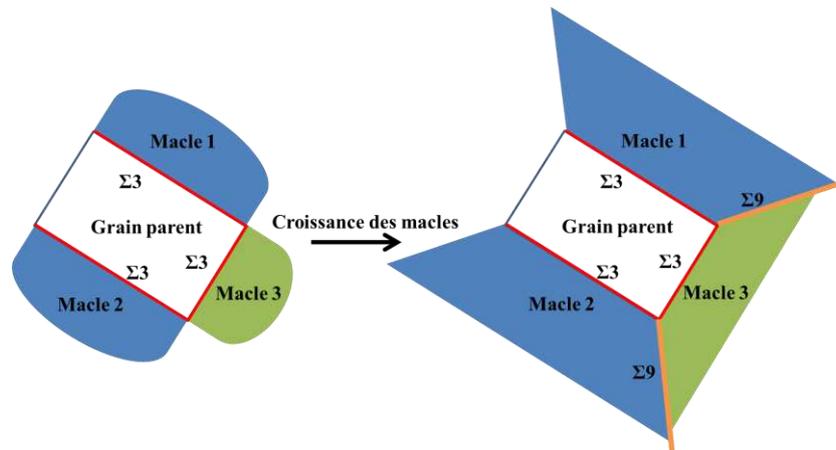


Figure V.23 : Schématisation de la formation de joints $\Sigma 9$.

V.3.4 Texture de recristallisation

La texture de recristallisation est pratiquement la même pour tous les échantillons recristallisés, quelle que soit la température de recuit. Les figures V.24 et V.25 montrent un exemple respectivement pour les nuances EM721 et EM722 après complète recristallisation (80% de LAF suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h).

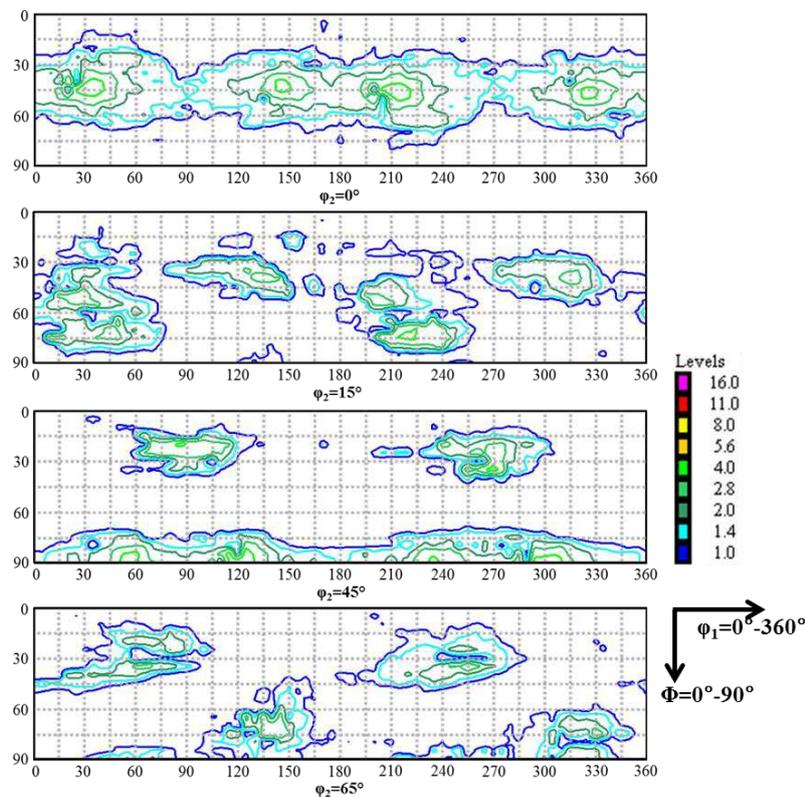


Figure V.24 : Coupes de l'ODF d'un échantillon de la nuance EM721 après recristallisation complète (LAF de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h).

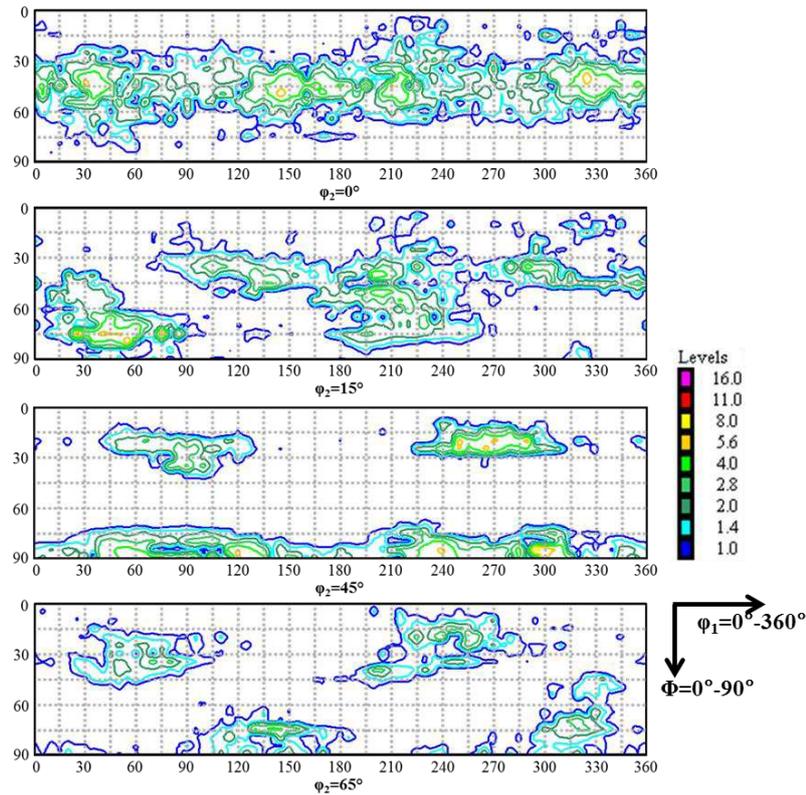


Figure V.25 : Coupes de l'ODF d'un échantillon de la nuance EM722 après recristallisation complète (LAF de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 3h).

Les composantes principales (Goss, Laiton et Cuivre) et leurs macles de la première génération sont décrites sur la figure V.26 dans les principales coupes de l'ODF en supposant une symétrie triclinique de la texture. Les orientations de macles sont calculées à partir des matrices de rotation (Annexe III). Chaque composante peut macler selon 4 axes $\langle 111 \rangle$ différents (décrits avec différentes couleurs sur la figure V.26).

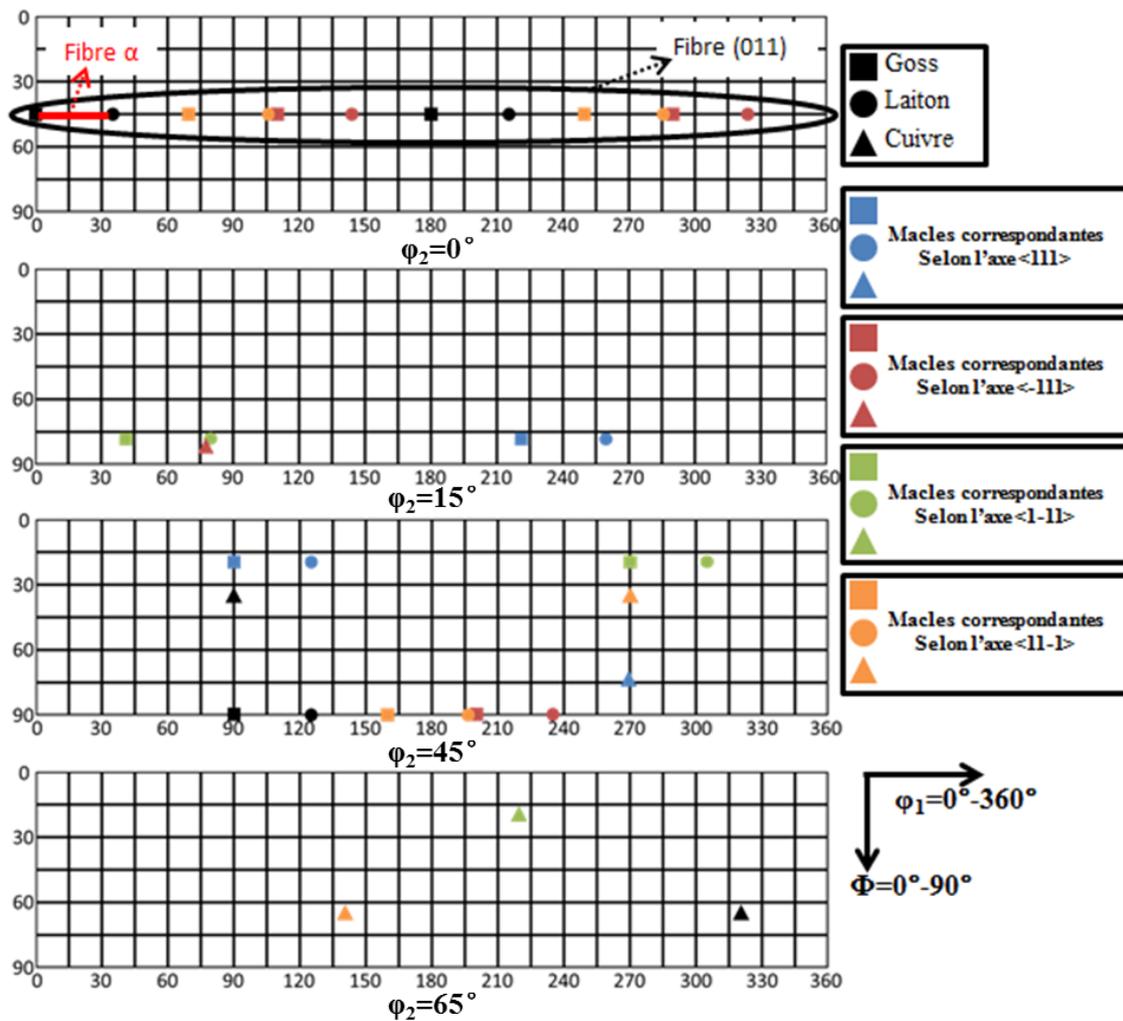


Figure V.26 : Description des composantes (Goss, Laiton et Cuivre) et leurs macles de la première génération dans les principales coupes de l'ODF (les macles selon les différents axes $\langle 111 \rangle$ sont décrites par des couleurs différentes).

En comparant la position des composantes idéales (Figure V.26) avec les résultats expérimentaux (Figures V.24 et V.25), pour les deux nuances, la texture de recristallisation contient principalement les composantes de Goss, Laiton, Cuivre et leurs macles. Les composantes de Goss et Laiton ainsi que leurs macles forment la fibre $\{011\}$. Cette fibre peut être observée sur la coupe à $\varphi_2 = 0^\circ$ de l'ODF.

Essayons de comprendre comment se forme la fibre \square . La figure V.27 montre un cristal avec un plan $\{011\}$ rouge (parallèle au plan (DL, DT)) dont la normale BA (flèche rouge) est parallèle à la direction normale de l'échantillon. Il existe aussi un autre plan $\{011\}$ vert dont la normale est CA (flèche verte). Les deux plans ont une ligne commune DE (ligne noire en pointillés) qui est un axe $\langle 111 \rangle$. Les normales BA et CA se trouvent dans le même plan ABC qui est un plan $\{111\}$ dont sa normale est la ligne DE. L'angle entre les deux normales est de

60°. Donc, si ce cristal tourne de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$ DE, on obtient une nouvelle composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ (le plan vert devient parallèle au plan de laminage). La composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ est donc une orientation particulière qui peut macler en formant une autre composante $\{011\} \langle uvw \rangle$. Par conséquent, pendant chaque génération, une nouvelle composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ peut donc être formée, ce qui contribue à la formation de la fibre $\{011\}$ complète.

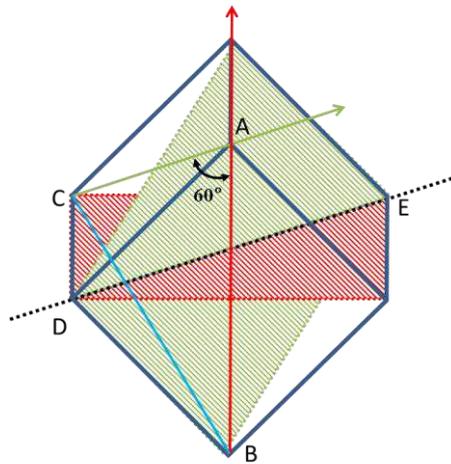


Figure V.27 : Relation entre des plans $\{011\}$ dans un cristal cubique pour montrer qu'une composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ peut former une autre composante $\{011\} \langle uvw \rangle$ par maclage (rotation de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$).

Pour les deux nuances de matériaux, la fraction des composantes principales ainsi que celle de leurs macles ont été calculées à l'aide du logiciel Labotex, à partir des ODF de l'état déformé (après 80% de LAF) et de l'état recristallisé (LAF de 80% et recuit à 700°C pendant 3h). Les fractions des composantes principales sont similaires et seules les composantes de la fibre $\{011\}$ sont discutées sur la figure V.28. Les composantes BT2 et BT4 (BT1 et BT3 ne sont pas dans la fibre $\{011\}$) sont respectivement les macles de la composante B, selon les axes $[-111]$ et $[11-1]$. GT2 et GT4 sont les macles de la composante G, selon les axes $[-111]$ et $[11-1]$. La fraction du reste de la fibre $\{011\}$ correspond à la fraction totale de la fibre sans les composantes sauf B, BT2, BT4, G, GT2 et GT4.

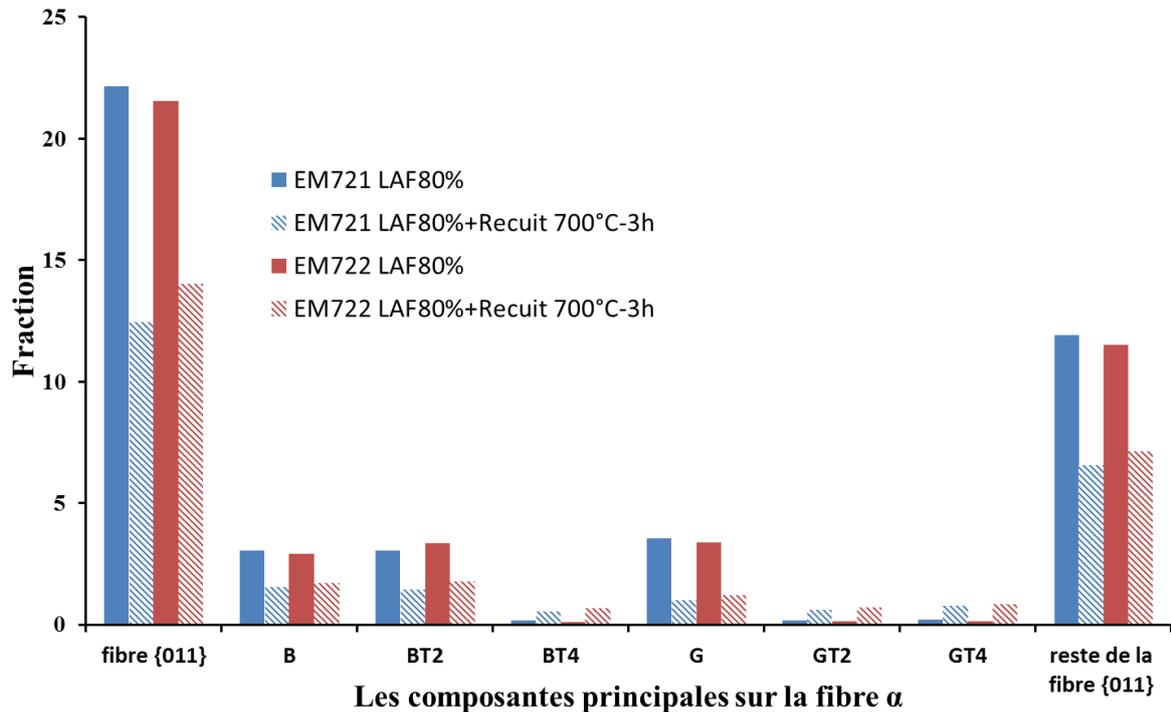


Figure V.28 : La fraction des composantes principales sur la fibre {011}, à l'état déformé (après 80% de LAF) et à l'état recristallisé (LAF de 80% et recuit à 700°C pendant 3h), pour les deux nuances de matériaux. Les composantes BT2 et BT4 sont respectivement les macles de B selon les axes [-111] et [11-1]. Les composantes GT2 et GT4 sont respectivement les macles de G selon les axes [-111] et [11-1]. La fraction du reste de la fibre {011} correspond à la fraction totale de la fibre sans les composantes B, BT2, BT4, G, GT2 et GT4.

Pour chaque nuance, en comparant les états déformé et recristallisé, les composantes de la texture de déformation B et G (ou fibre α) sont conservées. Comme il n'y a pas de différence d'énergie stockée entre les différentes composantes après la déformation (Figure IV.22 et IV.23), toutes les composantes ont la possibilité de germer. Toutefois, puisque le maillage crée de nouvelles orientations, la texture de recristallisation devient moins accusée et donc la fraction des composantes B et G diminue par rapport à l'état déformé.

De plus, en comparant les états recristallisés des deux nuances, il apparaît que les fractions de composantes sont quasiment identiques, donc le PSN qui est présent dans la nuance EM722 n'a pas d'influence sur la texture de recristallisation.

Selon la figure V.28, à l'état recristallisé, les fractions des macles GT2 et GT4 sont presque les mêmes (les fractions des deux autres macles de G sont également les mêmes). Donc, il est intéressant de remarquer que le maillage de G ne présente pas un axe de rotation préférentiel. Cela a aussi été vérifié pour les autres composantes. Cependant, la composante

BT2 est une exception car sa fraction est toujours similaire à celle de B et beaucoup plus grande que la fraction des autres macles de B. Cela est dû au fait que BT2 est à la fois la macle et l'orientation équivalente de B. Donc, il n'est pas possible de les séparer.

V.4 Conclusion

Le mécanisme de SIBM a été identifié pour les deux alliages. Pour celui possédant des précipités, le mécanisme de PSN a également été observé, ce qui permet d'expliquer pourquoi ce matériau présente les cinétiques de recristallisation les plus rapides. Par contre, le PSN n'a pas d'influence sur la texture de recristallisation.

Par ailleurs, le maillage de recuit est un mécanisme très important pendant la recristallisation et il n'y a pas d'axes de maillage préférentiels. Cependant, il ne conduit pas à une texture de recristallisation isotrope, mais au contraire il favorise la formation de la fibre $\{011\}$ avec le maillage multiple.

De plus, les composantes de la texture de déformation sont aussi présentes dans la texture de recristallisation. Cela montre que toutes les composantes peuvent germer et se développer pendant la recristallisation. Cependant, à l'état recristallisé, la fraction de ces composantes est plus faible qu'à l'état déformé. En effet, le maillage de recuit permet de développer de nouvelles orientations et ainsi d'avoir une texture moins accusée.

Chapitre VI : Maclage pendant les traitements thermiques

VI.1 Bibliographie

VI.1.1 Joints de macle cohérent, incohérent et CSL

Un joint de grains est défini comme étant une interface entre deux grains qui a généralement une désorientation supérieure à 15° . Cependant, il existe aussi des joints dits spéciaux comme les joints de macle. Pour bien comprendre le mécanisme de maclage, il faut tout d'abord bien comprendre les deux principales différences en termes de définition et de morphologie qui existent entre les joints CSL (Coincidence Site Lattice), le joint de macle cohérent et le joint de macle incohérent. Dans la suite de ce paragraphe, nous allons préciser ces notions.

VI.1.1.1 Différence de définition

La première différence est liée à la définition des trois types de joints.

Les joints CSL sont des joints spéciaux définis par la désorientation et l'axe de rotation entre les deux grains formant cette interface. Si cette désorientation correspond à une rotation d'un angle donné, selon un axe défini du cristal, cette interface est considérée comme étant un joint CSL. Ces joints spéciaux sont aussi nommés Σ_n où n est un nombre impair et positif, qui représente la fraction des atomes en coïncidence entre les deux grains (Tableau VI.1). Par exemple, pour le joint Σ_5 , il y a 20% des atomes (soit 1 atome sur 5) en coïncidence. Le tableau VI.1^a répertorie les principaux joints Σ_n et les désorientations correspondantes. Parmi tous les joints Σ_n , les joints Σ_1 et Σ_3 sont les plus importants pour les études métallurgiques. Idéalement, le joint Σ_1 indique que les atomes entre deux grains sont tous en coïncidence, c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'interface ou de joint de grains entre les deux grains. En pratique, Σ_1 est utilisé pour définir des joints très faiblement désorientés. Le joint Σ_3 est important pour l'étude du maclage. Il n'est défini que par une rotation de 60° entre deux grains, autour d'un axe commun $\langle 111 \rangle$. Cette définition est plus générale que celle des joints de macle cohérents et incohérents.

^a Aide du logiciel OIM™

Tableau VI.1 : Joints Σ_n et désorientations correspondantes

Σ_n	Angle de rotation (°)	Axe de rotation
1	0	/
3	60	111
5	36,86	100
7	38,21	111
9	38,94	110
11	50,47	110
13a	22,62	100
13b	27,79	111
15	48,19	210
17a	28,07	100
17b	61,92	221
19a	26,53	110
19b	46,83	111
21a	21,78	111
21b	44,41	211
23	40,45	311
25a	16,26	100
25b	51,68	331
27a	31,59	110
27b	35,43	210
29a	43,60	100
29b	46,40	221
31a	17,90	111
31b	52,20	211

Σ_n	Angle de rotation (°)	Axe de rotation
33a	20,05	110
33b	33,56	311
33c	58,99	110
35a	34,05	211
35b	43,23	331
37a	18,92	100
37b	43,14	310
37c	50,57	111
39a	32,20	111
39b	50,13	321
41a	12,68	100
41b	40,88	210
41c	55,88	110
43a	15,18	111
43b	27,91	210
43c	60,77	332
45a	28,62	311
45b	36,87	221
45c	53,13	221
47a	37,07	331
47b	43,66	320
49a	43,57	111
49b	43,57	511
49c	49,23	322

Le joint de macle cohérent Σ_{3coh} est défini par deux conditions : la désorientation entre deux grains et l'orientation du plan de l'interface ou du joint de grains.

1^{ère} condition : la désorientation entre deux grains doit être de 60° par rapport à l'axe $\langle 111 \rangle$ du cristal.

2^{ème} condition : le plan du joint de macle doit être parallèle à un plan $\{111\}$ de chacun des deux grains qui forment cette interface.

Un joint de macle est cohérent si ces deux conditions sont respectées.

Le joint de macle incohérent Σ_{3incoh} est aussi défini par deux conditions. La première condition est la même que celle décrite pour le joint cohérent alors que la seconde est modifiée.

2^{ème} condition modifiée : Théoriquement, le plan du joint incohérent doit être parallèle à

un plan $\{112\}$ au lieu d'un plan $\{111\}$. En pratique, à partir du moment où le plan du joint n'est pas parallèle à un plan $\{111\}$ du grain, le joint de macle est considéré comme incohérent.

En fait, le terme $\Sigma 3$ est employé pour les deux types de joints de macle quelle que soit leur cohérence. Dans les parties suivantes, les termes $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ sont utilisés pour indiquer respectivement les joints de macle cohérent et incohérent.

VI.1.1.2 Différence morphologique

L'autre différence entre les joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ est leur morphologie. Quand ils se forment lors d'un recuit, ils ont souvent une morphologie rectiligne et se trouvent à l'intérieur des grains, comme le schématise la figure VI.1. Les lignes rouges et vertes décrivent respectivement des joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$.

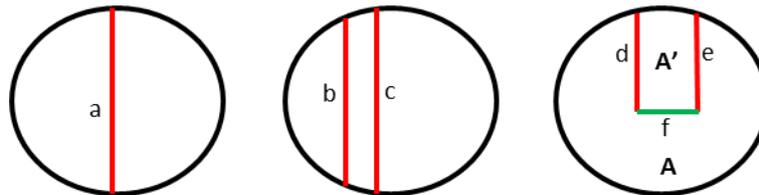


Figure VI.1 : Morphologie des joints de macle dans un grain, les lignes rouges et vertes indiquent respectivement les joints de macle cohérent et incohérent.

Soit il n'existe qu'un joint $\Sigma 3_{\text{coh}}$ traversant un grain (Figure VI.1 : a), soit il existe plusieurs joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ parallèles et traversant ce grain (Figure VI.1 : b et c). On observe aussi une troisième situation où il y a deux joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ (Figure VI.1 : d et e) qui sont parallèles, mais qui ne traversent pas entièrement le grain. Donc, il y a forcément un joint $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ qui fait la liaison entre les deux joints cohérents (Figure VI.1 : f). Dans ce cas, le plan du joint $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ est souvent parallèle à un plan $\{112\}$ de la matrice et de sa macle. L'arrangement des atomes dans le plan $\{110\}$ du grain A et de sa macle A' (Figure VI.1) est montré sur la figure VI.2. Selon cette figure, le plan du joint $\Sigma 3_{\text{coh}}$ est parallèle aux plans $\{111\}$ des deux grains et le plan du joint $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ est parallèle aux plans $\{112\}$ des grains. Ceci illustre bien la troisième situation de la figure VI.1.

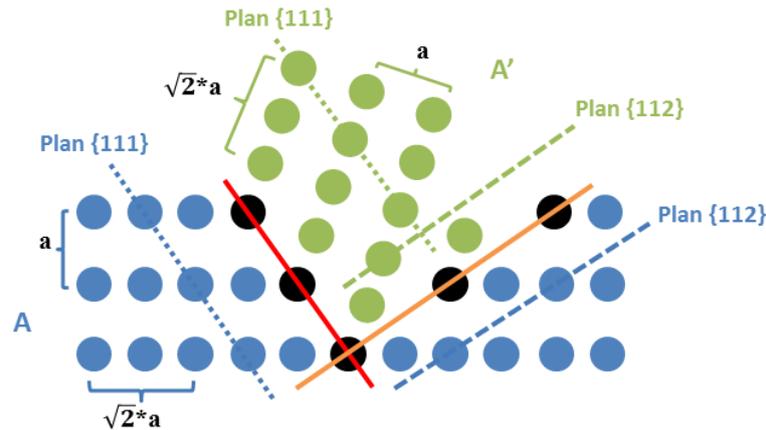


Figure VI.2 : Arrangement des atomes dans le plan $\{110\}$ du grain A et de sa macle A' pour la troisième situation de la figure VI.1. « a » est le paramètre de maille. Les atomes dans le grain A et sa macle A' ont respectivement les couleurs bleue et verte. Les atomes noirs indiquent les sites en coïncidence dans les joints. Les lignes rouge et orange montrent respectivement les traces des plans des joints Σ_{3coh} et Σ_{3incoh} dans le plan $\{110\}$. Les lignes pointillées montrent les traces des plans $\{111\}$ et $\{112\}$ sur le plan $\{110\}$ dans le grain A et sa macle A'.

De plus, il existe aussi des joints Σ_{3incoh} qui sont intergranulaires et qui ne sont pas forcément rectilignes. Un exemple est montré sur la figure VI.3c [Randle, 2004]. Cette situation est souvent trouvée dans le processus de GBE (Grain Boundary Engineering) (voir paragraphe VI.1.3).

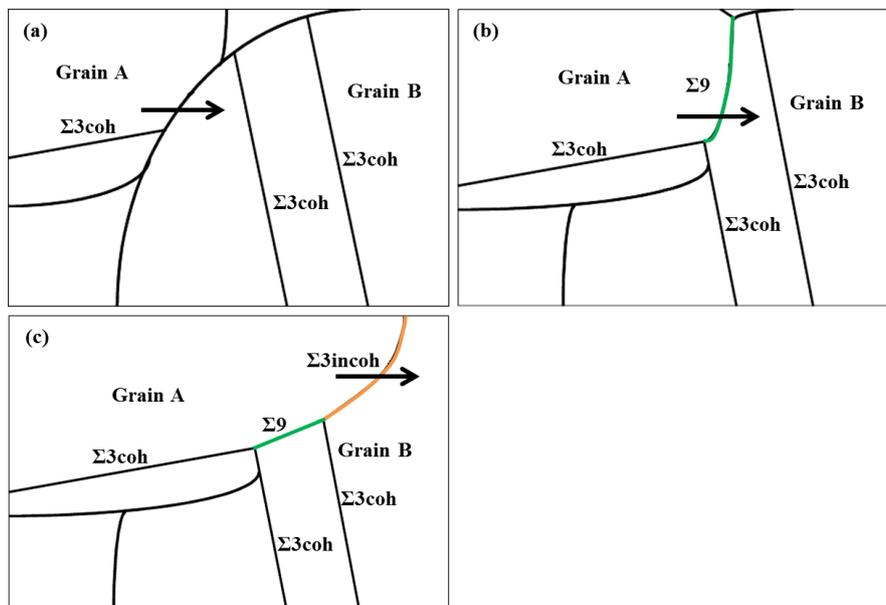


Figure VI.3 : Création de joints spéciaux Σ_{3n} ($n \geq 1$) pendant le processus de GBE : (a) migration d'un joint de grain, (b) le joint migrant devient un joint Σ_9 (ligne verte) du fait de la rencontre des deux joints Σ_{3coh} et (c) un joint Σ_{3incoh} (ligne orange) non rectiligne se forme suite à la migration du joint Σ_9 et à sa rencontre avec un joint Σ_{3coh} [Randle, 2004].

Outre les différences de définition et de morphologie, il existe aussi des différences d'énergie et de mobilité. L'énergie du joint $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et sa mobilité sont souvent considérées nulles (c'est une approximation qui sera adoptée dans le présent travail de thèse). Au contraire, l'énergie et la mobilité du joint $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ ne sont pas nulles. Par exemple, le joint $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ de la figure VI.3c migre vers le grain B pendant la croissance du grain A.

VI.1.2 Formation de macles de recuit pendant la croissance de grains

La formation des macles a été observée au cours des traitements thermiques de nombreux matériaux CFC. Ce phénomène se développe dans des métaux ou des alliages qui ont une faible ou une moyenne énergie de défauts d'empilement.

Pour comprendre ce phénomène, les études sur le mécanisme de maclage pendant le recuit ont commencé il y a plusieurs décennies. Jusqu'à maintenant, deux principaux mécanismes ont été proposés : un accident pendant la croissance de grains ou la germination d'une macle.

La première théorie sur l'accident de croissance a été proposée en 1951 [Fullman et Fisher, 1951]. D'après cette théorie, la macle se forme souvent à proximité d'une jonction triple. Cette théorie est schématisée sur la figure VI.4. Pendant la croissance du grain A vers B et C, la macle A' se forme dans le grain A, pendant la migration des joints de grains AB et AC. Après le maclage, deux nouveaux joints 12 et 13 se forment avec deux nouvelles désorientations A'B et A'C qui remplacent les deux anciennes AB et AC.

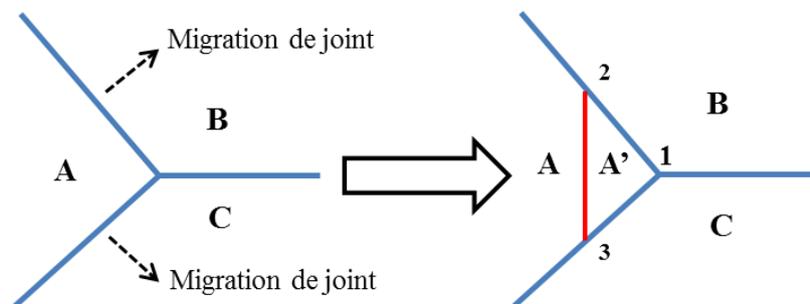


Figure VI.4 : Schéma de la théorie de Fullman et Fisher (la ligne rouge est le joint de macle AA').

Pour expliquer cette possibilité de maclage, les auteurs ont aussi utilisé une condition énergétique donnée par l'équation VI.1. Cette équation montre une diminution de l'énergie

totale des joints après maclage.

$$(\gamma_{AA'}S_{23} + \gamma_{A'B}S_{12} + \gamma_{A'C}S_{13}) < (\gamma_{AB}S_{12} + \gamma_{AC}S_{13}) \quad (VI.1)$$

Le terme de gauche correspond à l'énergie totale des joints de grains après le maclage et le terme de droite à celle avant le maclage. γ_{AB} et γ_{AC} sont les énergies des joints de grains par unité de surface pour les interfaces AB et AC. $\gamma_{AA'}$, $\gamma_{A'B}$ et $\gamma_{A'C}$ sont les énergies des trois nouvelles interfaces AA', A'B et A'C. S_{12} , S_{13} et S_{23} correspondent aux surfaces de ces trois nouvelles interfaces. L'énergie d'un joint de macle cohérent est nulle, donc $\gamma_{AA'}=0$.

En 1969, une seconde théorie sur l'accident de croissance a aussi été proposée [Gleiter, 1969]. Cette théorie considère la diffusion et le réarrangement des atomes à côté d'un joint de grains. Le mécanisme est schématisé sur la figure VI.5.

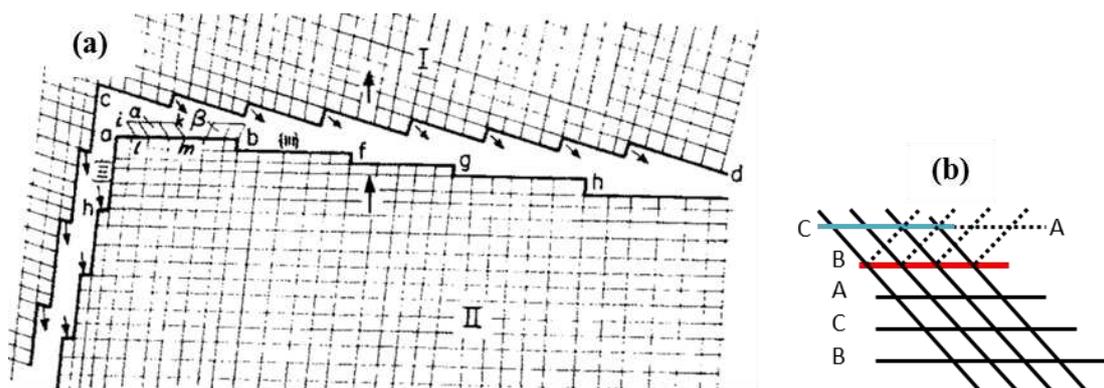


Figure VI.5 : (a) Schéma de la théorie de Gleiter (les deux grandes flèches montrent la direction de croissance du grain II aux dépens du grain I) [Gleiter, 1969] et (b) empilement des plans {111} pour des matériaux CFC.

Pendant la croissance du grain II, les atomes du grain I sont diffusés vers le grain II. Ils ont dépassé le joint de grains et se sont empilés sur les plans denses {111} comme « ab », « bf » ... Les matériaux CFC parfaits sont formés par l'empilement des couches d'atomes ou des plans {111} (...ABCABC...). On suppose alors que le plan « ab » correspond à la couche d'atomes B (ligne rouge sur la figure VI.5b) et que le plan situé en dessous du plan « ab » correspond à la couche A. Quand les atomes arrivent dans le grain II, ils peuvent s'empiler pour former une nouvelle couche qui peut être la couche C (ligne bleue) ou la couche A (ligne pointillée). S'ils forment une couche C, c'est la croissance de grain et l'empilement des

couches se poursuit (...ABCABC...). S'ils forment une couche A, il y a création d'une macle et l'empilement des couches est modifié (...ABCABACBA...). Au cours de cette étude, Gleiter a aussi relié la formation des macles à la taille de grains et à la température de recuit. Il a trouvé que la densité de macles diminue quand la taille de grains augmente et qu'elle augmente avec la température.

Meyers et Murr ont proposé le second mécanisme correspondant à la germination de macles [Meyers et Murr, 1978]. Comme illustré sur la figure VI.6, au début du recuit, un germe A', qui a une orientation de macle par rapport au grain A, se forme. Il est dans le grain A et à côté du joint de grains AB. Cette germination correspond à la suppression d'une partie du joint de grains AB (12) en formant un nouveau joint de grains A'B (12), un joint de macle cohérent 23 (ligne rouge) et un joint de macle incohérent 13 (ligne bleue). Le joint de macle incohérent est mobile au contraire du joint de macle cohérent dont la mobilité est nulle. Donc, au cours du recuit, le joint 13 migre vers le grain A. Cette propagation est liée à la croissance de la macle A'. Un nouveau joint de macle cohérent 11', qui est parallèle à 23, se forme pendant la migration du joint 13. Dans cette théorie, une condition énergétique a également été utilisée. Pour activer la germination, il faut avoir une diminution de l'énergie totale du système (Equation VI.2). Les termes dans cette équation sont les mêmes que ceux utilisés dans l'équation VI.1.

$$(\gamma_{23}S_{23} + \gamma_{A'B}S_{12} + \gamma_{13}S_{13}) < \gamma_{AB}S_{12} \quad (VI.2)$$

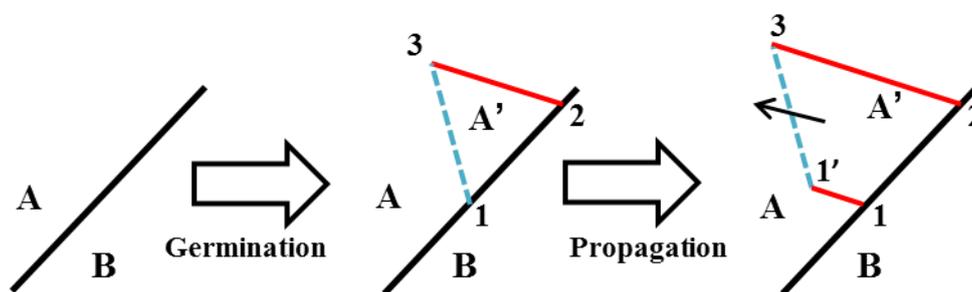


Figure VI.6 : Schéma de la théorie de Meyers et Murr [référence]. Les lignes noires, bleues et rouges correspondent respectivement au joint de grains, au joint de macle incohérent et aux joints de macle cohérent. La flèche noire montre la migration du joint de macle incohérent.

Par la suite, Pande et al. ont étudié la formation de macles de recuit dans du nickel pur déformé par laminage à froid [Pande et al., 1990]. Ils ont trouvé que la formation des macles

ne dépend pas de la température et du temps, mais qu'elle dépend de la taille de grains. Quel que soit le couple temps/température, pour un recuit donné, dès que la taille de grains atteint une valeur D , le nombre de macles par grain N ne dépend que de D . Si ΔN est la variation du nombre de macles par grain et ΔD la variation de la taille de grains pendant la croissance, les auteurs ont montré que la formation des macles dépend de la force motrice F selon l'Equation VI.3. La force motrice dépend elle-même de la taille de grains et de l'énergie d'interface γ_g (Equation VI.4). Cette énergie est considérée comme étant celle des joints de grains possédant une désorientation supérieure à 15° et est supposée constante.

$$\Delta N \propto \Delta D F \quad (\text{VI.3})$$

$$F \propto \frac{\gamma_g}{D} \quad (\text{VI.4})$$

A partir des deux équations VI.3 et VI.4, une nouvelle équation est obtenue. Elle montre l'évolution de la densité de macles ρ (Equation VI.5).

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{D_0}{D} \log \frac{D}{D_0} \quad (\text{VI.5})$$

ρ est défini comme étant le nombre de macles par unité de longueur et $N = \rho D$. D_0 est la taille critique du grain au-dessous de laquelle le grain ne peut pas contenir de macle (si $D < D_0$, $N = 0$). ρ_0 est une constante, qui dépend du ratio entre l'énergie d'un joint général γ_g et l'énergie du joint de macle γ_t . La figure VI.7 montre la densité normalisée de macles en fonction de la taille de grains. Ces résultats expérimentaux sont cohérents avec l'équation VI.5.

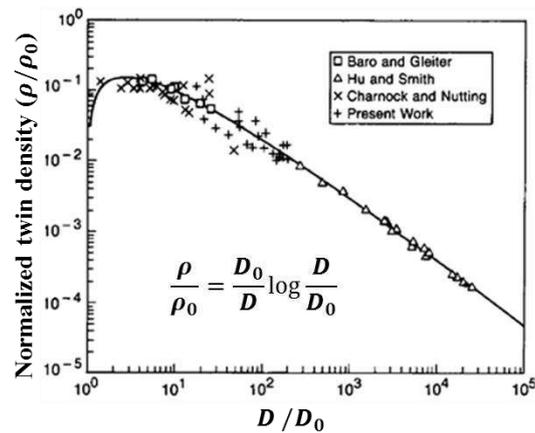


Figure VI.7 : Densité normalisée de macles en fonction de la taille de grains à partir de résultats expérimentaux [Pande et al., 1990].

Mahajan et al. ont proposé que la formation de macles était liée à la formation de boucles partielles de Shockley pendant la migration de joint (Figure VI.8) [Mahajan et al., 1997]. Ils ont supposé aussi que plus la vitesse de migration est grande et plus cet accident arrive fréquemment. Donc, une migration rapide des joints favoriserait la formation de macle.

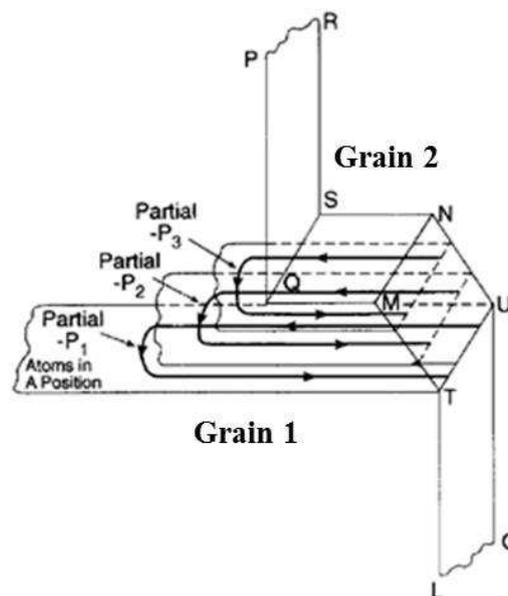


Figure VI.8 : Schéma de la formation d'une boucle partielle de Shockley pendant la migration du joint de grains [Mahajan et al., 1997].

Toutefois, des recuits *in-situ* du cuivre dans un MEB ont montrés que le maclage se produit lorsque la croissance de grains est restreinte [Field et al., 2007]. C'est-à-dire qu'une faible migration de joint favoriserait la formation de macles (Figure VI.9).

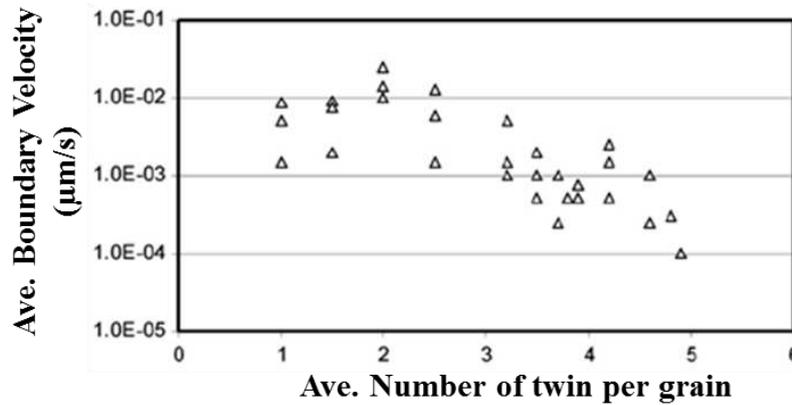


Figure VI.9 : Vitesse de migration des joints de grains en fonction du nombre de macles par grain (recuit *in-situ* du cuivre dans un MEB) [Field et al., 2007].

Même si plusieurs mécanismes différents sont proposés, ils sont tous liés à la croissance de grains ou à la migration de joints. De plus, dans les études citées précédemment, la recristallisation primaire et la croissance normale des grains (après recristallisation) ne sont pas distinguées. De fait, la croissance de grains inclut implicitement la recristallisation primaire et/ou la croissance normale des grains. En 2008, Randle et al. ont étudié l'influence de la croissance normale (sans recristallisation primaire) sur le maclage, pendant le recuit du nickel non-déformé [Randle et al., 2008]. Ils ont trouvé que la cinétique de maclage était indépendante de celle de la croissance de grains. Donc, ils ont supposé que la formation des macles n'était pas liée à la croissance de grains.

VI.1.3 Création de joints $\Sigma 3^n$ ($n \geq 1$) par GBE

Comme l'existence des joints spéciaux $\Sigma 3^n$ peut améliorer la résistance à la corrosion inter-granulaire [Palumbo et al., 1991 ; Hu et al., 2011], des études sur l'ingénierie des joints de grains (GBE : Grain Boundary Engineering) ont commencé il y a une trentaine d'années. Dans la littérature, deux principaux procédés ont été proposés pour augmenter la fraction de ces joints spéciaux. Le premier consiste à imposer une petite déformation (typiquement un taux de déformation inférieur à 10%) suivi par un traitement thermique à relativement basse

température (strain-anneal) pendant un temps long [King et Schwartz, 1998]. Au contraire, le second nécessite une déformation plus importante mais inférieure à 30%, suivie d'un recuit à haute température pendant une courte durée [Kumar et al., 2002]. Les deux processus favorisent la restauration avant l'apparition de la recristallisation primaire. Par conséquent, les processus classiques de GBE correspondent à la formation de macles pendant la restauration [Bystrzycki et al., 1997 ; Randle, 2004]. Le mécanisme pour le développement des macles correspond à la création des joints $\Sigma 3^n$ ($n \geq 1$) à partir de la dissociation et/ou de l'association des interfaces (Equations VI.6, VI.7 ou VI.8). Les paramètres n_1 et n_2 sont des entiers positifs. Donc, avec ce mécanisme, le développement des joints $\Sigma 3$ est toujours associé à celui des autres joints spéciaux $\Sigma 3^n$ ($n > 1$) comme $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$.

$$\Sigma 3^{n_1} + \Sigma 3^{n_2} \rightarrow \Sigma 3^{n_1+n_2} \quad (\text{VI.6})$$

$$\Sigma 3^{n_1+n_2} + \Sigma 3^{n_2} \rightarrow \Sigma 3^{n_1} \quad (\text{VI.7})$$

$$\Sigma 3^{n_1+n_2} \rightarrow \Sigma 3^{n_1} + \Sigma 3^{n_2} \quad (\text{VI.8})$$

Deux exemples d'association de joints pour former des joints spéciaux sont montrés sur les figures VI.3b ($\Sigma 3_{coh} + \Sigma 3_{coh} \rightarrow \Sigma 9$) et VI.3c ($\Sigma 9 + \Sigma 3_{coh} \rightarrow \Sigma 3_{incoh}$).

De plus, la figure VI.10 montre un exemple de dissociation d'un joint spécial. Selon cette figure, pendant la migration d'un joint $\Sigma 27$, une macle de recuit se forme. Ce joint $\Sigma 27$ se dissocie alors en deux autres joints spéciaux $\Sigma 3$ et $\Sigma 9$. La flèche noire montre la direction de la migration du joint.

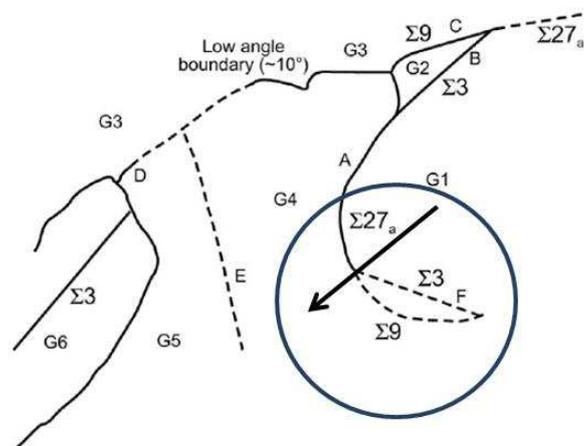


Figure VI.10 : Exemple de dissociation d'un joint $\Sigma 27$ en deux joints $\Sigma 3$ et $\Sigma 9$ [Kumar et al., 2002].

La formation des joints spéciaux pendant le processus de GBE présente une autre

caractéristique. Il s'agit de l'interruption du réseau des joints généraux. La figure VI.11 montre la topologie des joints pour un alliage à base de nickel après plusieurs itérations (déformation + recuit) du processus de GBE. Pendant ce processus, le réseau de joints généraux est cassé progressivement (Figures VI.11a à e) tandis que le réseau de joints spéciaux se forme (Figures VI.11f à j).

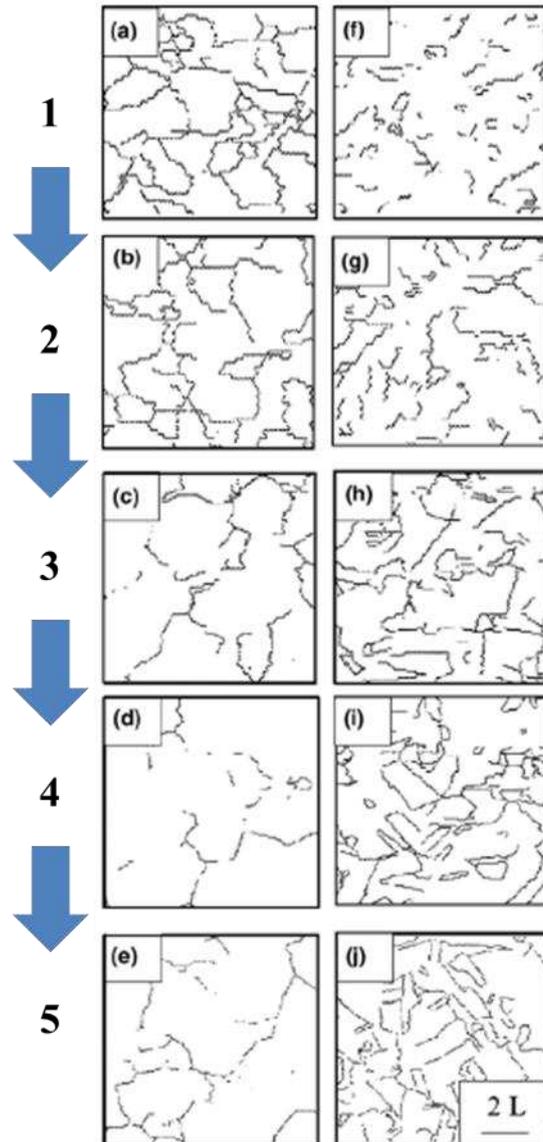


Figure VI.11 : Topologie (a-e) des joints généraux et (f-j) des joints spéciaux $\Sigma 3^n$ ($n \geq 1$) après 5 itérations successives pour un alliage à base de nickel [Randle, 2004].

Comme cela a été montré dans les paragraphes VI.1.2 et VI.1.3, la plupart des études a été réalisée sur la formation du maclage pendant la croissance de grains (sans distinction entre la recristallisation primaire et la croissance normale) et pendant la restauration (GBE). Jusqu'à maintenant, il n'y a pas eu d'études sur la formation des macles pendant la

recristallisation primaire avant l'apparition de la croissance normale. Donc, dans la suite de ce travail, le mécanisme et l'évolution du maclage pendant la recristallisation primaire seront analysés. De plus, comme l'énergie stockée au cours de la déformation a une influence très importante sur la recristallisation, elle doit forcément avoir un effet sur le maclage comme nous le verrons.

VI.2 Techniques expérimentales

Après la procédure d'homogénéisation (Chapitre III), les deux nuances EM721 et EM722 ont été laminées à froid à trois taux de réduction différents (40%, 60% et 80%). Les trois taux de réduction ont été choisis pour qu'ils soient supérieurs à 30% [Kumar et al., 2002], afin de limiter l'influence de la restauration. Les trois déformations correspondantes sont indiquées dans le tableau VI.2. Ensuite, ils ont subi un recuit à 900°C pendant 4 min. Les échantillons ont alors été analysés par EBSD. Les analyses ont été réalisées dans le plan transverse (plan DL – DN). Pour chaque échantillon, la zone d'analyse est de 150 μm x 350 μm avec un pas d'acquisition de 100 nm. Les échantillons ont été utilisés pour étudier l'évolution du maclage lors de la recristallisation primaire ainsi que l'influence de l'énergie stockée sur la formation des macles.

Tableau VI.2 : Réduction en laminage et déformation rationnelle correspondante

Réduction en laminage à froid	40%	60%	80%
Déformation rationnelle	0,59	1,06	1,86

Par ailleurs, deux échantillons (un pour chaque nuance EM721 et EM722) ont été préparés pour étudier plus particulièrement le mécanisme de maclage au début de la recristallisation. C'est pourquoi, ils ont été laminés de 80% de réduction, puis ont subi un recuit de 6 min à 700°C. La microstructure a alors été analysée à l'aide du système ASTAR installé sur un MET FEI Tecnai F20 installé à l'ICMPE. Ce système combine la haute résolution du MET et la détermination automatique de l'orientation des cristaux. Le pas d'acquisition est de 10 nm sur une grille carrée.

La préparation des lames minces pour le MET et des échantillons pour le MEB est

décrite au chapitre II.

Les résultats d'EBSD et d'ASTAR sont analysés à l'aide du logiciel OIMTM. Les principes d'analyse sont également présentés dans le chapitre II.

VI.3 Résultats et discussion

VI.3.1 Le maclage pendant la recristallisation primaire

En ce qui concerne la germination, comme cela a été montré dans le chapitre V, le mécanisme de SIBM (Strain Induced grain Boundary Migration) a été identifié pour les deux alliages (EM721 et EM722). Pour celui possédant des précipités (EM722), le mécanisme de PSN (Particle Stimulated Nucleation) a également été observé. De plus, les macles se forment dès les premiers stades de la germination. Pour aller plus loin dans cette analyse, le système ASTAR a été utilisé pour caractériser les premiers stades du maclage.

La figure VI.12a montre une cartographie d'orientations pour la nuance EM721 laminée de 80% puis recuite à 700°C pendant 6 min.

Les figures VI.12b et VI.12c correspondent respectivement aux grossissements des zones a1 et a2 de la figure Fig.VI.12a. Sur les trois figures, les lignes blanches décrivent les joints généraux fortement désorientés ($>15^\circ$) et les lignes rouges, les joints $\Sigma 3$. Pour vérifier si ces derniers sont des joints $\Sigma 3$ coh ou $\Sigma 3$ incoh, il est nécessaire d'analyser aussi l'orientation des interfaces. Par exemple, sur la figure VI.12b, les lignes bleues montrent les traces des plans $\{111\}$. On peut noter que le joint $\Sigma 3$ (rouge) est parallèle à la trace d'un plan $\{111\}$ de la matrice (ligne bleue et pointillée) ainsi qu'à la trace d'un plan $\{111\}$ de sa macle. Dans ces conditions, ce joint $\Sigma 3$ est cohérent puisqu'il satisfait les deux conditions mentionnées dans la partie VI.1.1.1. La plupart des joints $\Sigma 3$ de la figure VI.12a, formés pendant le recuit, sont des joints $\Sigma 3$ coh. Il y a cependant des exceptions comme le montre la figure VI.12c. Sur cette figure, les joints 1 et 3 sont des joints $\Sigma 3$ coh. Au contraire, le joint 2 (jaune) est un joint $\Sigma 3$ incoh dont la trace n'est pas parallèle à la trace du plan $\{111\}$ du grain. Comme les joints 1 et 3 ne se sont pas formés au même endroit ou en même temps, il existe un décalage entre les deux joints et le joint incohérent 2 s'est probablement formé pour faire une liaison entre des deux joints cohérents.

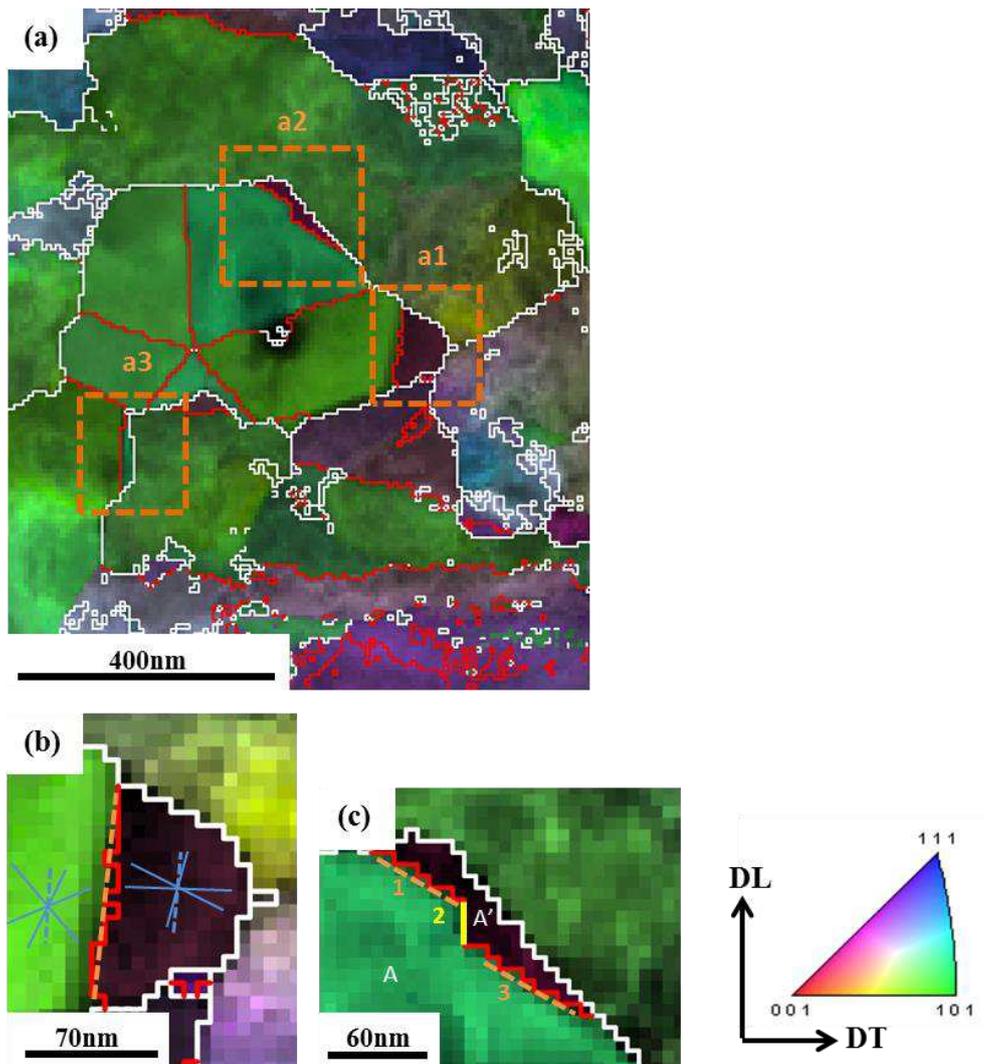


Figure VI.12 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la nuance EM721 après un laminage à froid de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. (b) Zone a1 et (c) zone a2. Les lignes rouges et blanches correspondent respectivement aux joints $\Sigma 3$ (désorientation de 60° selon l'axe $\langle 111 \rangle$) et aux joints généraux. Les lignes bleues dans (b) correspondent à la trace des plans $\{111\}$ des grains.

La figure VI.13a montre la zone a3 de la figure VI.12a. Sur cette figure, le joint $\Sigma 3$ est aussi cohérent puisque le plan de ce joint est parallèle à un plan $\{111\}$ du grain A (ligne pointillée bleue). La direction de croissance correspond approximativement à la normale à ce joint. Cette direction de croissance est déterminée par la courbure du joint migrant. Donc, si on suppose que la formation des macles cohérentes est un accident pendant la croissance des grains, elle dépend alors de la direction de migration des joints. Cela est en accord avec la théorie proposée par Gleiter [Gleiter, 1969]. En effet, si la direction de croissance d'un grain ne varie pas, il peut se produire plusieurs fois des accidents pendant la migration des joints et cela permet donc de former des joints $\Sigma 3$ coh parallèles (joints b et c sur la figure VI.1).

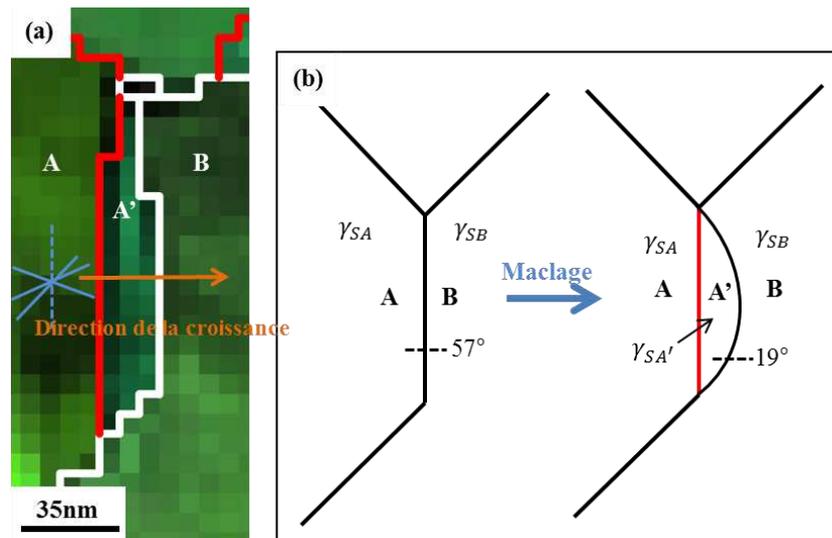


Figure VI.13 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la zone a3 de la figure VI.12a. Les lignes blanches et rouges montrent respectivement les mêmes types de joints que ceux décrits sur la figure VI.12. (b) Schématisation du maclage pendant la migration du joint AB. Les lignes noires pointillées et les chiffres décrivent la désorientation des joints AB et A'B. Ces désorientations sont calculées à partir de la figure VI.13a.

Les mêmes résultats ont aussi été observés pour la nuance EM722. La figure VI.14 montre une cartographie d'orientations déterminée avec le système ASTAR pour la nuance EM722. L'échantillon étudié a également été laminé de 80% et a subi un recuit de 6 min à 700°C. Cette figure permet d'illustrer le mécanisme de PSN. Un nouveau grain se forme à côté d'un précipité de W (zone noire). Pendant sa croissance, des macles parallèles se forment dans ce grain. Il y a deux systèmes de macles (flèches blanches en pointillées) qui sont activés compte tenu des différentes directions de croissance. De plus, sur la figure VI.14a, la zone a1 montre un joint $\Sigma 3$ coh dont la trace de son plan est presque perpendiculaire à la direction de croissance (flèche noire). En même temps, comme la zone a2 présente une autre direction de croissance (Figure VI.14b), un autre système de maclage est activé et un joint $\Sigma 3$ coh est formé avec un plan perpendiculaire à cette direction. Donc, au cours du mécanisme de PSN, la formation des macles peut aussi être supposée comme un accident de croissance et elle dépend également de la direction de croissance. En d'autres termes, quel que soit le site de germination (précipités, joints de grains, ...), les mécanismes de maclage sont similaires.

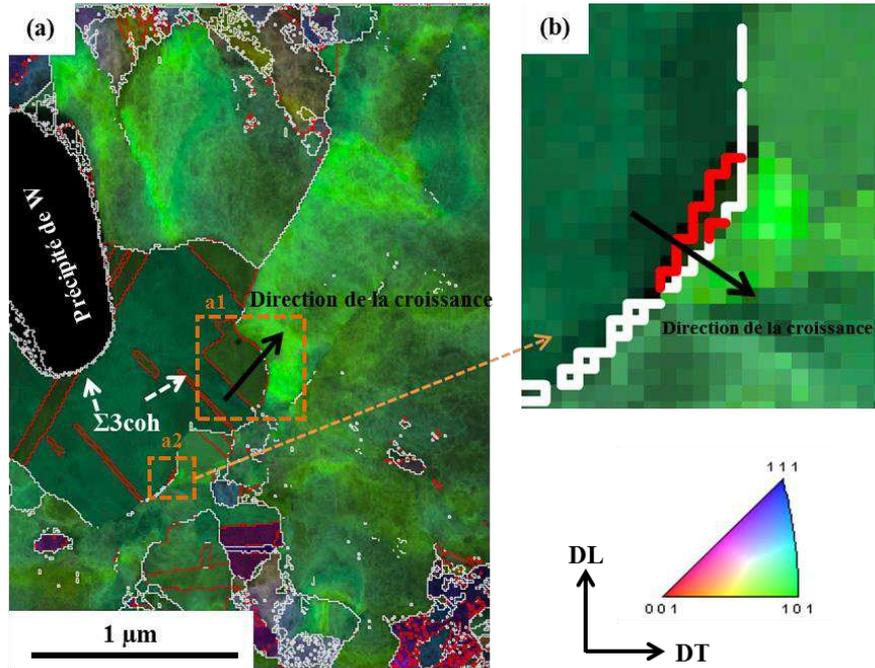


Figure VI.14 : (a) Cartographie ASTAR (IPF+IQ) de la nuance EM722 après un laminage à froid de 80% suivi d'un recuit à 700°C pendant 6 min. (b) Zone a2.

Les premières explications énergétiques pour la formation des macles ont été proposées via les théories d'« accident de croissance » [Fullman et Fisher, 1951] et de « germination des macles » [Meyers et Murr, 1978]. Dans les deux théories, les auteurs n'ont considéré que l'énergie des joints avec les deux équations VI.1 et VI.2. Pour simplifier les deux formules, un autre terme prenant en compte la variation de l'énergie totale des joints ΔEJ après le maclage est introduit dans la présente étude. Il faut que ΔEJ corresponde à une diminution de l'énergie totale (Equation VI.9).

$$\Delta EJ < 0 \quad (VI.9)$$

On a essayé d'expliquer la formation du maclage à partir de la variation de l'énergie totale des joints. Selon l'exemple montré sur la figure VI.13b, ΔEJ est obtenue par l'équation VI.10.

$$\Delta EJ = (\gamma_{AA'} S_{AA'} + \gamma_{A'B} S_{A'B}) - \gamma_{AB} S_{AB} \quad (VI.10)$$

γ_{AB} est l'énergie du joint AB par unité de surface avant maclage. $\gamma_{AA'}$ et $\gamma_{A'B}$ sont les énergies des nouveaux joints AA' et A'B après maclage. S_{AB} , $S_{AA'}$ et $S_{A'B}$ sont les surfaces des joints correspondants.

Le joint AA' est un joint $\Sigma 3\text{coh}$, donc son énergie est nulle. De plus, au début du maclage,

comme la croissance de la macle A' aux dépens du grain B est minimale, alors, $S_{A'B}$ est quasiment égal à $S_{AA'}$ et S_{AB} . Avec ces deux conditions, l'équation VI.10 est modifiée (Equation VI.11). Maintenant, ΔEJ ne dépend donc que de la différence d'énergie entre le joint AB avant le maclage et le joint A'B après le maclage.

$$\Delta EJ = (\gamma_{A'B} - \gamma_{AB})S_{AB} \quad (\text{VI.11})$$

Même si l'énergie des joints de grains dépend de leur structure, elle est toujours considérée comme constante pour tous les joints de grains qui ont une grande désorientation ($>15^\circ$), sauf pour les joints $\Sigma 3$ coh et $\Sigma 11$ [Humphreys et Hatherly, 2004 ; Volovitch et al., 2007]. Ainsi, $\Delta EJ=0$ car $\gamma_{A'B} = \gamma_{AB}$.

Ce résultat ne satisfait pas l'équation VI.9, alors qu'il y a tout de même formation d'une macle. Donc $\Delta EJ < 0$ n'est pas une condition suffisante pour que le maclage ait lieu lors de la recristallisation primaire. Il faut donc introduire « la variation de l'énergie stockée ΔES ». En théorie, le maclage est possible s'il y a une diminution de l'énergie totale du système ($\Delta E < 0$) avec $\Delta E = \Delta EJ + \Delta ES$. Comme ΔEJ est souvent égal à zéro, donc la nouvelle condition de maclage est présentée par l'équation VI.12.

$$\Delta E = \Delta ES < 0 \quad (\text{VI.12})$$

Selon la Fig.VI.13b, on peut calculer l'énergie stockée avant et après maclage, ainsi que la variation ΔES (Equations VI.13 à VI.15).

$$ES_{av} = \gamma_{SA}V_A + \gamma_{SB}V_B \quad (\text{VI.13})$$

$$ES_{ap} = \gamma_{SA}V_A + \gamma_{SA'}V_{A'} + \gamma_{SB}(V_B - V_{A'}) \quad (\text{VI.14})$$

$$\Delta ES = (\gamma_{SA'} - \gamma_{SB})V_{A'} \quad (\text{VI.15})$$

γ_{SA} , γ_{SB} et $\gamma_{SA'}$ sont respectivement les énergies stockées par unité de volume des grains A, B et A'. V_A , V_B et $V_{A'}$ sont les volumes des grains A, B et A'.

En outre, comme la macle A' correspond à une zone libre de dislocations, l'énergie $\gamma_{SA'}$ peut être considérée comme étant égale à zéro. La variation d'énergie ΔES devient alors celle donnée par l'équation VI.16.

$$\Delta ES = -\gamma_{SB}V_{A'} \quad (\text{VI.16})$$

Lors du traitement thermique, quand la restauration est négligeable, la densité de dislocations du grain B (zone déformée) varie peu (avant la recristallisation). L'énergie stockée γ_{SB} dépend alors de la déformation ε . Selon cette hypothèse, la nouvelle expression de ΔES en fonction de ε est donnée par l'équation VI.17 qui satisfait la condition de maclage (Equation VI.12). C est une constante.

$$\Delta ES = -C\varepsilon V_A \quad (\text{VI.17})$$

Pour conclure, il apparaît donc que la variation d'énergie stockée est un facteur important pour la formation de macles pendant la recristallisation primaire.

La différence d'énergie stockée entre la macle et la zone déformée (terme $\gamma_{SA'} - \gamma_{SB}$ dans l'équation VI.15), peut être obtenue en utilisant le paramètre KAM (Kernel Average Misorientation - Annexe II). Les cartographies de KAM de la figure VI.15 montrent des désorientations locales pour les figures VI.12a et VI.14a. Pour ces analyses, les 3^{èmes} pixels voisins sont choisis pour définir la taille du « kernel » et le seuil en angle est de 15° pour ne considérer que les pixels à l'intérieur d'un grain. Comme le pas d'acquisition est de 10 nm, le rayon de ce kernel est de 30 nm.

Sur la figure VI.15, tous les pixels sont coloriés en fonction de leur désorientation locale (entre 0° et 8°). Cette désorientation θ est liée à la densité ρ_{GND} de dislocations géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Dislocations, GND) comme le montre l'équation VI.18 [Gao et al., 1999].

$$\rho_{GND} = \frac{\theta}{xb} \quad (\text{VI.18})$$

Le paramètre b est le vecteur de Burgers et x est la distance entre deux dislocations proches sur le même plan de glissement. Il existe aussi une expression de « la densité de toutes les dislocations » ρ qui est proportionnelle au taux de déformation (Equation VI.19) [Humphreys et Hatherly, 2004]. ρ inclut les GND et les dislocations statistiquement stockées (en anglais, SSD).

$$\varepsilon = \rho b L \quad (\text{VI.19})$$

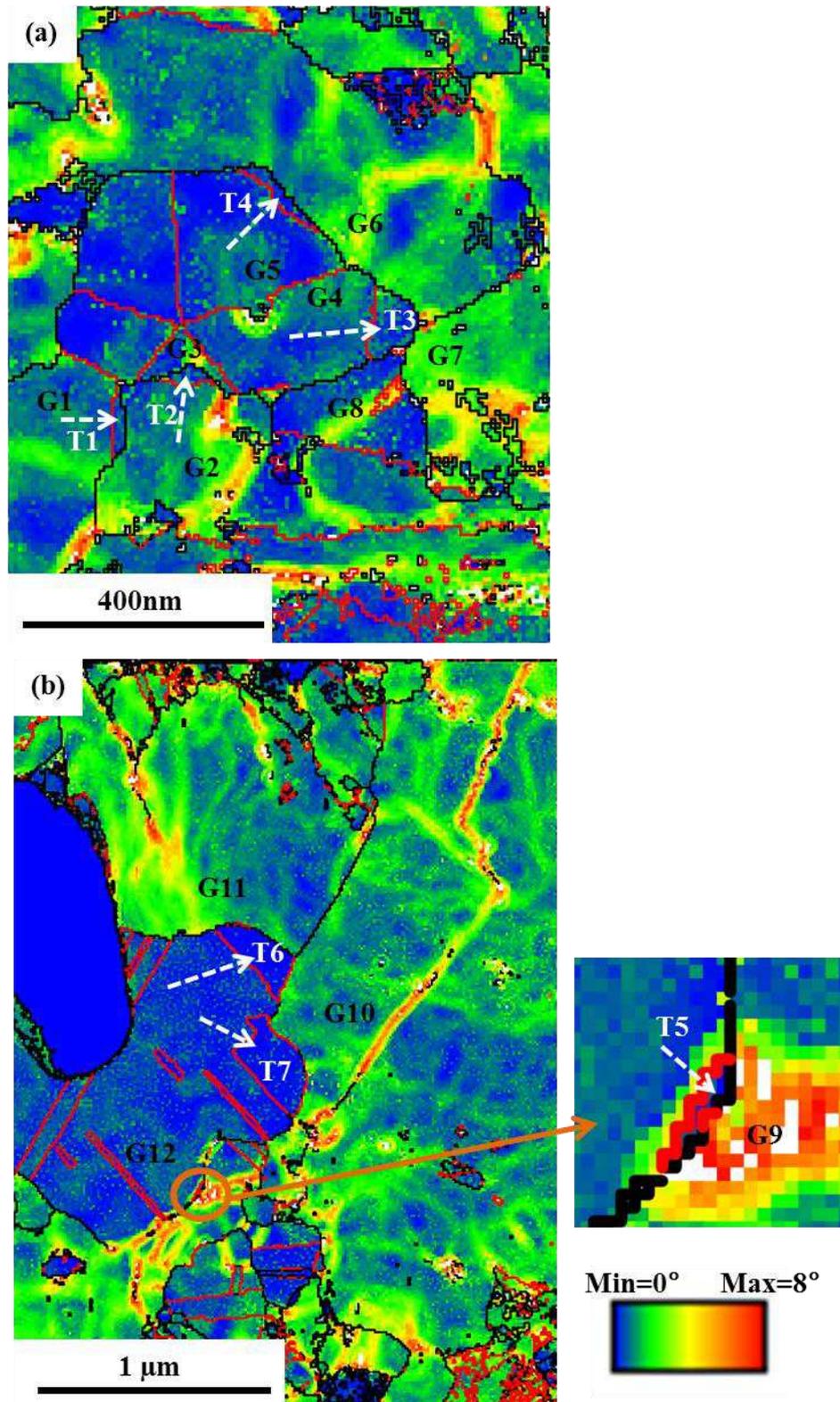


Figure VI.15 : Distribution du KAM dans les zones décrites sur les figures (a) VI.12a (EM721) et (b) VI.14a (EM722). Les lignes noires et rouges correspondent respectivement aux joints de grains généraux ($>15^\circ$) et aux joints $\Sigma 3$. Les flèches blanches montrent les macles formées pendant la croissance du grain.

Le paramètre L correspond à la distance moyenne parcourue par les dislocations pendant la déformation. La densité ρ_{GND} est inférieure ou égale à la densité de toutes les dislocations ρ ($\rho_{GND} \leq \rho$). Comme la désorientation est calculée entre des pixels qui ont une très faible distance (30 nm), nous pouvons supposer qu'il n'existe que des dislocations GND entre ces pixels. Donc dans notre cas, $\rho_{GND} = \rho$, et l'équation VI.20 est obtenue à partir des équations VI.18 et VI.19. Selon cette nouvelle équation, la désorientation, déduite des cartographies de distribution de KAM, indique directement la déformation locale. Ainsi, les pixels bleus et rouges correspondent respectivement aux zones non-déformées et les plus déformées.

$$\varepsilon = \frac{\theta}{x} L \quad (\text{VI.20})$$

Les flèches blanches montrent les macles formées pendant la croissance de grains. Les macles ont toujours une couleur presque bleue, donc la déformation dans ces macles est quasi nulle. L'énergie stockée dans ces macles est donc aussi égale à zéro. Au contraire, les grains verts, aux dépens desquels croissent les grains bleus et leurs macles, sont encore déformés et de fait, leur énergie stockée est non nulle. Cette différence d'énergie est clairement montrée par la petite zone de la figure VI.15b où la macle (T5) vient de se former aux dépens de (G9). Donc, l'existence d'une différence d'énergie stockée (terme $\gamma_{SA'} - \gamma_{SB}$ de l'équation VI.15) est vérifiée.

Sur cette figure VI.15, certains grains déformés ainsi que des grains dont sont issues les macles sont numérotés Gn, avec n égale 1 à 12. Les macles sont également numérotées Tn, avec n de 1 à 7. La valeur du paramètre KAM moyen de chaque zone a alors été calculée pour tous les grains et toutes les macles identifiés (Tableau VI.3).

Tableau VI.3 : Désorientations moyennes calculées à l'aide du KAM pour les grains et les macles définis sur la figure VI.15.

Macles	KAM moyenne (°)	Matrice	KAM moyen (°)	Zone déformée	KAM moyenne (°)
T1	0,7	G1	1,2	G2	1,8
T2	0,6	G2	1,8	G3	1,2
T3	0,6	G4	0,8	G6	1,3
				G7	2,6
				G8	0,9
T4	0,6	G5	0,5	G6	1,3
T5	/	G12	0,5	G9	2,9
T6	0,1	G12	0,5	G11	1,3
T7	0,2	G12	0,5	G10	1,5

Dans ce tableau, la macle, la matrice dont est issue la macle et la zone déformée qui est consommée lors de la croissance sont associées. Sachant qu'une zone qui présente une désorientation inférieure à 1° est définie comme une zone recristallisée, selon ce tableau, les macles correspondent à des zones recristallisées dont l'énergie stockée est nulle. Au contraire, autour des macles, les zones déformées ont toujours une désorientation supérieure à 1°. On peut remarquer que la désorientation dans les zones déformées est faible (environ 1-3°). Cela est dû au fait que les désorientations sont mesurées entre des points très proches (30 nm). Quoiqu'il en soit, la différence d'énergie stockée entre la macle formée et la zone déformée est bien vérifiée. Donc la diminution de l'énergie ΔES est vérifiée pendant le maclage et peut être utilisée pour expliquer énergétiquement la formation des macles. Des études plus détaillées sur l'influence de l'énergie stockée sur la formation des macles seront présentées dans la partie suivante.

VI.3.2 Evolution du maclage pendant la recristallisation primaire

Les échantillons des deux nuances EM721 et EM722 avec différents taux de déformation par laminage (0,59, 1,06 et 1,86) suivi d'un recuit à 900°C pendant 4 minutes ont été préparés pour analyser le maclage pendant la recristallisation primaire.

VI.3.2.1 Vérification de la recristallisation complète

Les distributions de GOS (Grain Orientation Spread – Annexe I) calculées par OIMTM sont présentées sur les figures VI.16 et VI.17, respectivement pour les nuances EM721 et

EM722. Sachant qu'un grain avec une valeur de GOS inférieure à 1° est considéré comme un grain recristallisé, selon ces deux figures, la recristallisation de tous les échantillons est terminée à la fin du recuit de 4 min.

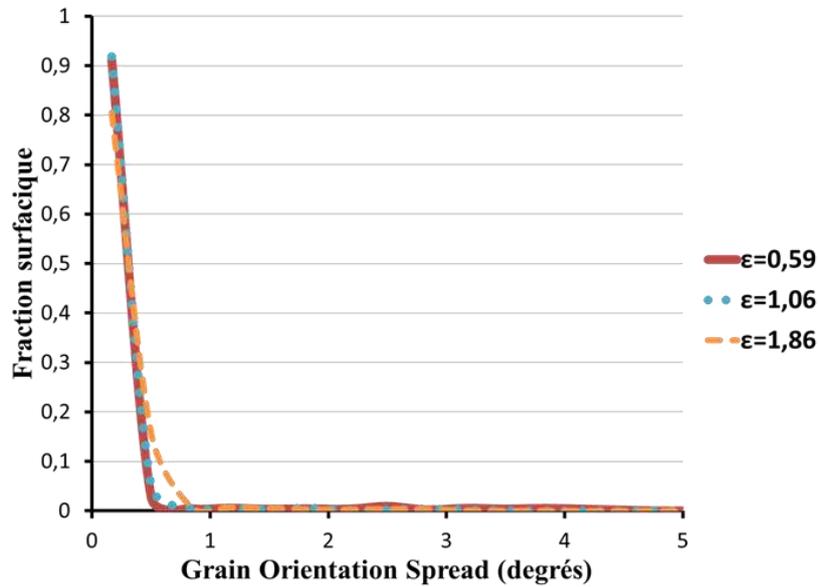


Figure VI.16 : Distribution du paramètre GOS pour la nuance EM721 après différents taux de déformation suivis d'un recuit à 900°C pendant 4 min.

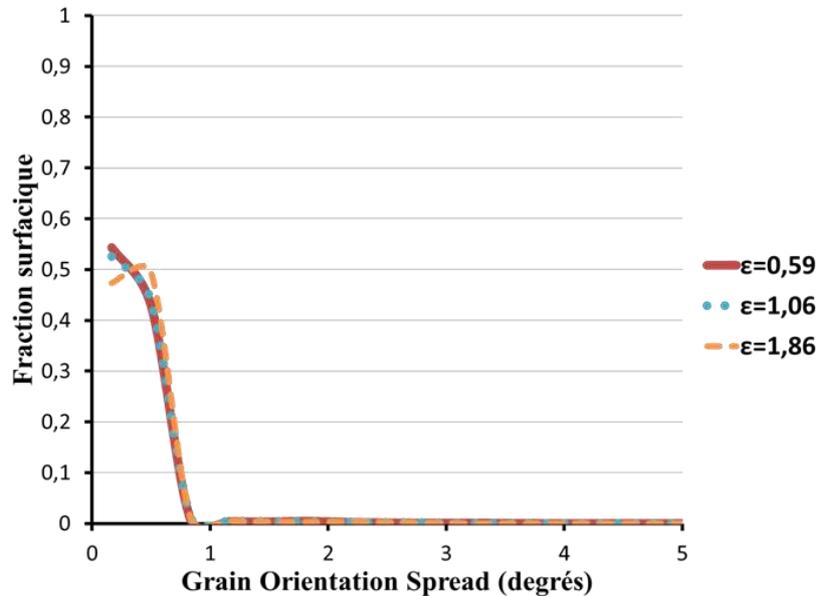


Figure VI.17 : Distribution du paramètre GOS pour la nuance EM722 après différents taux de déformation suivis d'un recuit à 900°C pendant 4 min.

VI.3.2.2 Formation des macles

La distribution des joints de grains après recristallisation complète est présentée pour chaque nuance sur les figures VI.18 (EM721) et VI.19 (EM722). Les joints de grains sont décrits par les lignes noires et les joints $\Sigma 3$, par les lignes rouges. Presque tous les joints $\Sigma 3$ se présentent sous forme de lignes droites et sont situés à l'intérieur des grains.

De plus, les fractions de joints $\Sigma 3^n$ ($n = 1, 2, 3$) sont décrits sur les figures VI.18 et VI.19. Pour chaque nuance, les fractions de joints $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$ sont beaucoup plus faibles que celles de joints $\Sigma 3$. Ce résultat diffère de ceux obtenus avec le procédé GBE avec lequel la création de joints $\Sigma 3^n$ se fait pendant la restauration. Pendant ce processus, le développement d'autres joints $\Sigma 3^n$ ($n > 1$) est toujours associé à celui de joints $\Sigma 3$ (cas idéal $2/3\Sigma 3 + 1/3\Sigma 9$ selon l'équation VI.6).

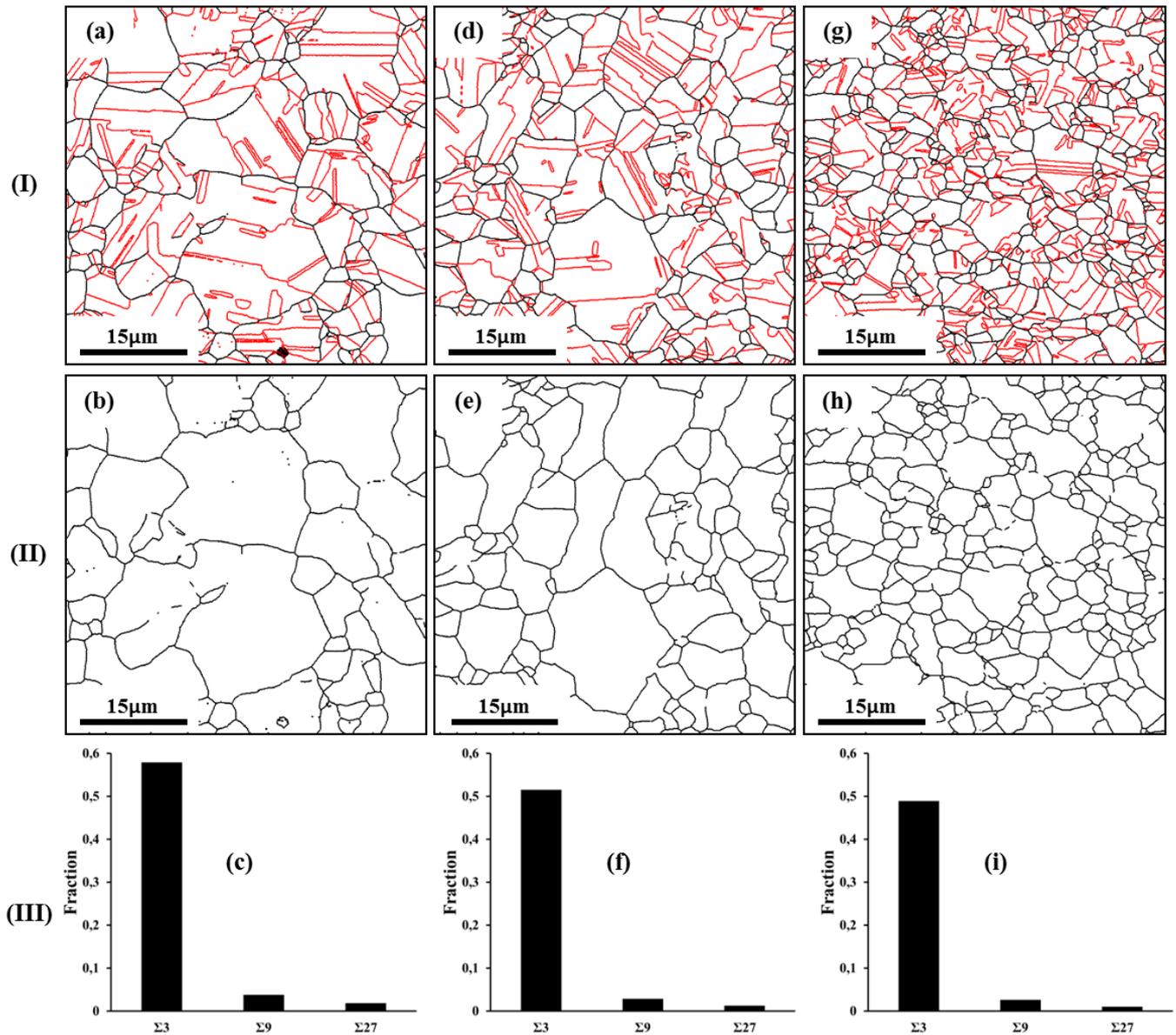


Figure VI.18 : Nuance EM721 après différentes déformations suivies d'un recuit à 900°C pendant 4min. (I) Distribution des joints de grains y compris les joints $\Sigma 3$. (II) Distribution des joints de grains sans tenir compte des joints $\Sigma 3$. (III) Fraction de joints spéciaux $\Sigma 3^n$ ($n=1, 2$ et 3). (a-c) $\epsilon=0,59$, (d-e) $\epsilon=1,06$ et (g-i) $\epsilon=1,86$. Les lignes noires et rouges décrivent respectivement les joints généraux ($>15^\circ$) et les joints $\Sigma 3$.

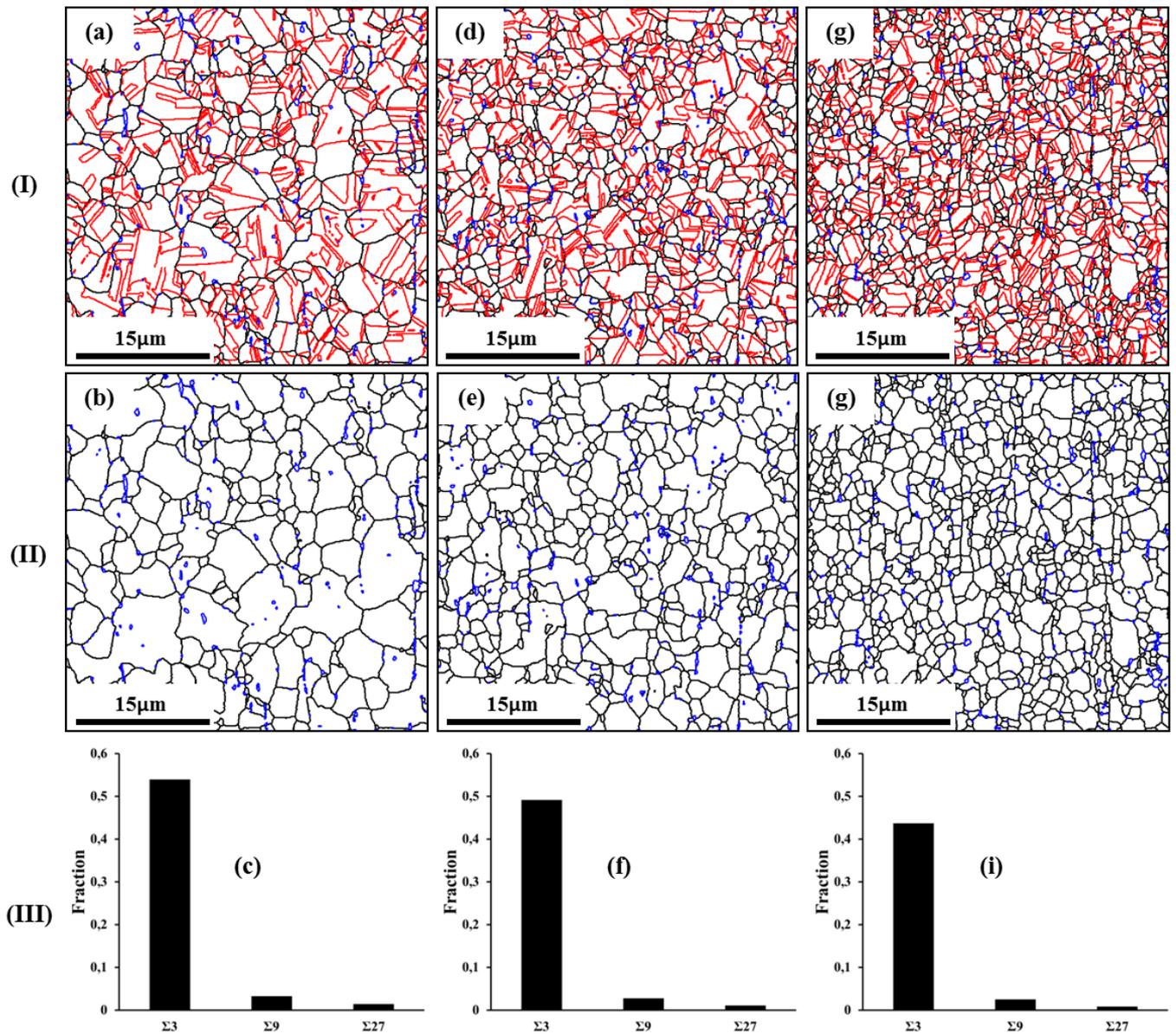


Figure VI.19 : Nuance EM722 après différentes déformations suivies d'un recuit à 900°C pendant 4min. (I) Distribution des joints de grains y compris les joints $\Sigma 3$. (II) Distribution des joints de grains sans tenir compte des joints $\Sigma 3$. (III) Fraction de joints spéciaux $\Sigma 3^n$ ($n=1, 2$ et 3). (a-c) $\varepsilon=0,59$, (d-e) $\varepsilon=1,06$ et (g-i) $\varepsilon=1,86$. Les lignes noires et rouges décrivent respectivement les joints de grains généraux ($>15^\circ$) et les joints $\Sigma 3$. Les lignes ou cercles bleus montrent les précipités de W.

VI.3.2.3 Evolution du maclage en fonction du taux de déformation

Pour suivre l'évolution du maclage en fonction du taux de déformation, différents paramètres ont été analysés : *la fraction totale de joints $\Sigma 3$, la densité de joints $\Sigma 3$, le nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain et la taille moyenne des grains*. Ici, les joints $\Sigma 3$ incluent les joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$.

La définition de ces 4 paramètres est donnée ci-dessous avec :

L = longueur totale des joints (désorientation supérieure à 2°) ;

S = surface totale analysée ;

$L_{\Sigma 3}$ = longueur totale des joints $\Sigma 3$;

N_1 = nombre de grains sans considérer les joints $\Sigma 3$;

N_2 = nombre de grains en considérant les joints $\Sigma 3$.

La fraction totale de joints $\Sigma 3$ est calculée avec $L_{\Sigma 3} / L$.

La densité de joints $\Sigma 3$ est donnée par $L_{\Sigma 3} / S$, i.e. la longueur de joints $\Sigma 3$ par unité de surface [Bozzolo et al., 2012].

Le nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain est obtenu en utilisant le rapport $(N_2 - N_1) / N_1$. Cette définition est différente de celle proposée par Field et al. (N_2 / N_1) [Field et al., 2007]. En effet, la définition de Field et al. permet de compter le nombre de zones maclées dans un grain et non le nombre de joints $\Sigma 3$ dans un grain. Notre définition indique également combien de fois le maclage se produit au cours de la recristallisation d'un grain donné. Cette différence est montrée sur la figure VI.20 dans le cas simple d'un grain individuel avec deux joints $\Sigma 3$ à l'intérieur. Avec la relation $(N_2 - N_1) / N_1$, la valeur obtenue est 2 ce qui révèle deux joints $\Sigma 3$ ou deux maclages. Au contraire, avec la relation N_2 / N_1 , la valeur obtenue est 3. Elle traduit la présence de trois zones maclées dans ce grain.

La taille moyenne des grains après recristallisation complète est obtenue par les analyses OIMTM, sans tenir compte des joints $\Sigma 3$.

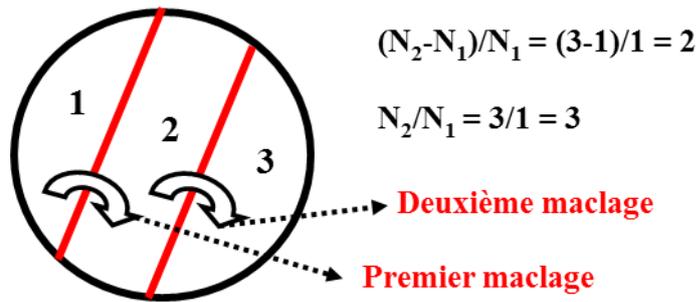


Figure VI.20 : Différence entre les deux définitions proposées pour le calcul du nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain dans le cas simple d'un grain individuel possédant deux joints $\Sigma 3$ à l'intérieur.

Tous les paramètres analysés sont présentés dans les deux tableaux VI.4 et VI.5, respectivement pour les nuances EM721 et EM722.

Tableau VI.4 : Paramètres caractérisant les joints $\Sigma 3$ et la taille moyenne de grains après complète recristallisation (Nuance EM721).

Déformation rationnelle	$\varepsilon = 0,59$	$\varepsilon = 1,06$	$\varepsilon = 1,86$
Fraction totale de joints $\Sigma 3$	57,9%	51,5%	48,9%
Densité de joints $\Sigma 3$ (μm^{-1})	0,54	0,63	0,81
Nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain	4,7	3,2	2,6
Taille moyenne de grains (μm)	12,4	7,1	4,7

Tableau VI.5 : Paramètres caractérisant les joints $\Sigma 3$ et la taille moyenne de grains après complète recristallisation (Nuance EM722).

Déformation rationnelle	$\varepsilon = 0,59$	$\varepsilon = 1,06$	$\varepsilon = 1,86$
Fraction totale de $\Sigma 3$	54,0%	49,2%	43,6%
Densité de $\Sigma 3$ (μm^{-1})	1,08	1,19	1,30
Nombre moyen de $\Sigma 3$ par grain	3,3	2,6	1,8
Taille moyenne de grains (μm)	4,2	3,2	2,2

Selon ces tableaux, pour les deux matériaux EM721 et EM722, la fraction totale de joints $\Sigma 3$ diminue avec l'augmentation du taux de déformation. Ce résultat est cohérent avec ceux obtenus pour un alliage de cuivre [Baudin et al., 2007]. En effet, plus la déformation est importante et plus la taille moyenne de grains est petite. Dans ces conditions, la fraction de joints généraux ($>15^\circ$) augmente et la fraction de joints $\Sigma 3$ diminue. En outre, on constate que le nombre moyen de joints $\Sigma 3$ par grain diminue avec la diminution de la taille moyenne de grains. Cette influence de la taille de grains sur la formation de joints $\Sigma 3$ a également été

observée par Pande et al. au cours de la croissance des grains [Pande et al., 1990]. En fait, ces auteurs ont trouvé que le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain dépend de deux facteurs : la taille de grains et la force motrice pour la croissance des grains (Equation VI.3). Dans leur cas, cette force dépend de l'énergie des joints généraux γ_g (Equation VI.4). Dans la présente étude, les joints $\Sigma 3$ sont formés au cours de la recristallisation primaire, pendant laquelle la force motrice F pour la migration des joints dépend principalement de l'énergie stockée γ_s (par unité de volume). Cette énergie est proportionnelle au taux de déformation ε . Donc, l'équation VI.3 peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\Delta N \propto \Delta D \varepsilon \quad (\text{VI.21})$$

Selon cette nouvelle équation VI.21, une forte déformation devrait favoriser le développement de joints $\Sigma 3$ au cours de la recristallisation. Mais cette condition est en opposition avec les résultats expérimentaux (Tableaux VI.4 et VI.5). En effet, ces derniers montrent la diminution du nombre de joints $\Sigma 3$ par grain avec l'augmentation de la déformation. Pour lever cette contradiction, au lieu de considérer la taille moyenne de grains, la distribution de la taille des grains après recristallisation complète est prise en compte.

Pour chaque échantillon recristallisé (avec différents taux de déformation), le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain N est calculé en fonction de la taille de grains D . Cette taille est définie sans considérer les joints de macle. Les résultats sont décrits sur les figures VI.21 (EM721) et VI.22 (EM722).

Sur la figure VI.21, chaque point caractérise une taille comprise entre $D - 1 \mu\text{m}$ et $D + 1 \mu\text{m}$. Le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain N correspond ainsi à une valeur moyenne pour les grains qui ont une taille comprise dans cet intervalle $D \pm 1 \mu\text{m}$. Pour la nuance EM722, (Figure VI.22), comme les grains recristallisés sont très petits, une partition plus fine ($D \pm 0,25 \mu\text{m}$) permet d'avoir plus de points sur la courbe.

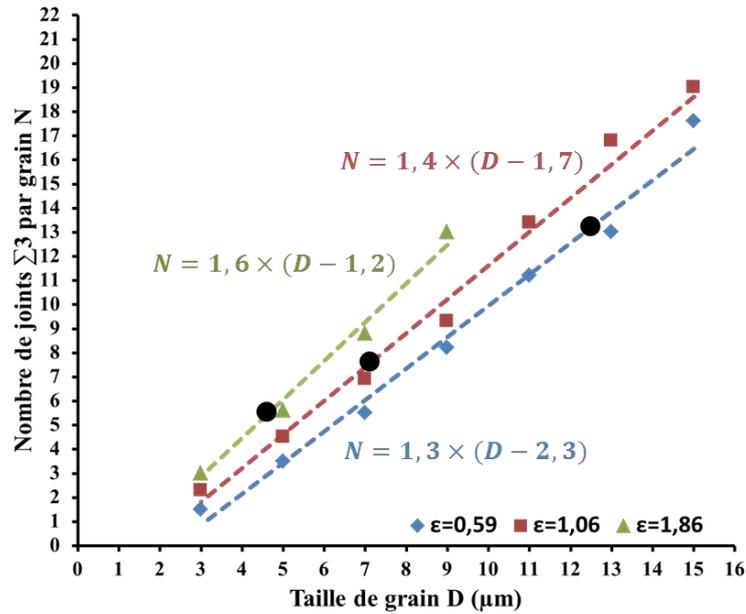


Figure VI.21 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour les échantillons de la nuance EM721 après recristallisation complète à 900°C pendant 4 min. Les points noirs montrent le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille moyenne de grains sans considérer les macles (Tableau VI.4).

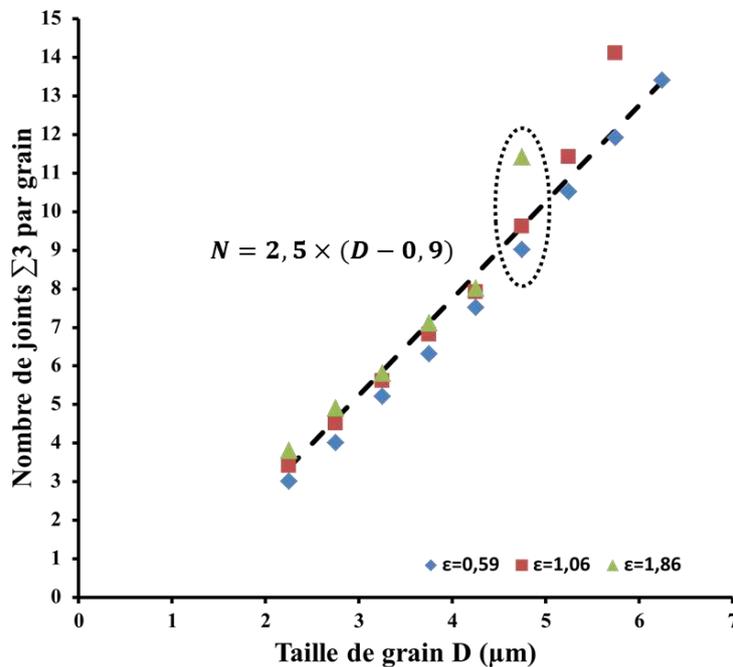


Figure VI.22 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour les échantillons de la nuance EM722 après recristallisation complète à 900°C pendant 4 min.

De plus, pour la nuance EM721, seuls les grains de taille comprise entre 3 et $15 (\pm 1) \mu\text{m}$ sont pris en compte. La limite inférieure de $3 \mu\text{m}$ est choisie pour limiter l'influence de la

résolution des cartographies EBSD. Comme le pas d'acquisition est de 100 nm, le diamètre des grains étudiés est constitué d'au moins 20 pixels. La limite supérieure (15 μm) est utilisée pour ne pas prendre en compte la croissance normale de certains grains après la recristallisation primaire. Pour la nuance EM722, les grains sont choisis entre 2,25 μm et 6,25 ($\pm 0,25$) μm pour les mêmes raisons que celles décrites pour la nuance EM721.

VI.3.2.3.1 Influence de la taille de grains sur la formation des joints $\Sigma 3$

Nuance EM721

Selon la figure VI.21, pour chaque échantillon recristallisé, le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain augmente avec la taille de grains ce qui est cohérent avec les résultats moyennés (Tableau VI.4). En outre, pour chaque classe de taille de grains, le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain N augmente avec le taux de déformation ε . Maintenant, ce résultat est en accord avec l'équation VI.21. Par conséquent, il indique que la formation de macles dépend aussi de la force motrice liée à l'énergie stockée, ce qui est cohérent avec le travail de Pande et al. [Pande et al., 1990].

Les tailles moyennes de grains (Tableau VI.4), après recristallisation complète, sont décrites par des points noirs sur cette figure.

Sur cette figure, N est linéairement dépendant de D (les lignes de tendance sont tracées en pointillés pour chaque échantillon recristallisé). Cette évolution se traduit par l'équation VI.22 :

$$N = C_1(D - D_0) \quad (\text{VI.22})$$

Le paramètre D est différent de celui utilisé par Pande et al. (Equation VI.5). En effet, dans l'équation de Pande et al., D correspond à la taille moyenne de grains au cours du recuit. Ici, D est la taille réelle des différents grains recristallisés. Dans l'équation VI.22, une taille critique D_0 est introduite. Tant que le grain n'a pas atteint cette taille critique, il n'y a pas de formation de joints $\Sigma 3$ ($N = 0$).

Nuance EM722

Selon la figure VI.22, une évolution linéaire de N en fonction de D est à nouveau mesurée. Cependant, pour une taille de grains donnée, N ne varie que très peu en fonction du taux de déformation ε . Ceci est probablement dû à un manque de résolution des analyses

EBSD. En effet, comme la plupart des grains a une taille inférieure à 4,5 μm (bien inférieure à celle de la nuance EM721), le pas d'acquisition de 100 nm n'est plus suffisant. On peut ainsi remarquer que lorsque les grains ont une taille supérieure à 4,5 μm , l'influence de ε sur la formation des joints $\Sigma 3$ peut être observée (cercle pointillé sur la figure VI.22). Dans ces conditions, au lieu de donner une équation par taux de déformation (voir Figure VI.21), une seule équation moyenne est définie pour les trois échantillons (la ligne de tendance est tracée sur la figure VI.22).

VI.3.2.3.2 Influence de l'énergie stockée sur la formation des joints $\Sigma 3$

Comme l'effet de la déformation n'est pas très évident pour la nuance EM722 (Figure VI.22), seuls les résultats obtenus pour la nuance EM721 sont présentés.

Les valeurs de la pente C_1 des lignes de tendance et celles de la taille critique de grains D_0 sont données sur la figure VI.21. L'évolution de ces deux paramètres dépend de la déformation ε . Par conséquent, des discussions plus détaillées sur ces paramètres seront présentées séparément dans deux parties distinctes.

La possibilité de former des joints $\Sigma 3$ est liée à la pente C_1 (Equation VI.22). Comme montré sur la figure VI.21, après recristallisation complète, les pentes C_1 sont de 1,3, 1,4 et 1,6 pour les échantillons déformés respectivement de 0,59, 1,06 et 1,86. L'évolution de ces pentes en fonction du taux de déformation est tracée sur la figure VI.23. Cette évolution est décrite par l'équation VI.23 où les paramètres A et B sont des constantes. B est égal à environ 1,16 et sa signification sera discutée dans la partie VI.3.2.3.3.

$$C_1 = A\varepsilon + B \quad (\text{VI.23})$$

Puisque l'énergie stockée E est proportionnelle à la déformation ε (Equation VI.24), l'équation VI.23 peut s'écrire sous la forme suivante, où C est une constante :

$$E = C\varepsilon \quad (\text{VI.24})$$

$$C_1 = AE / C + B \quad (\text{VI.25})$$

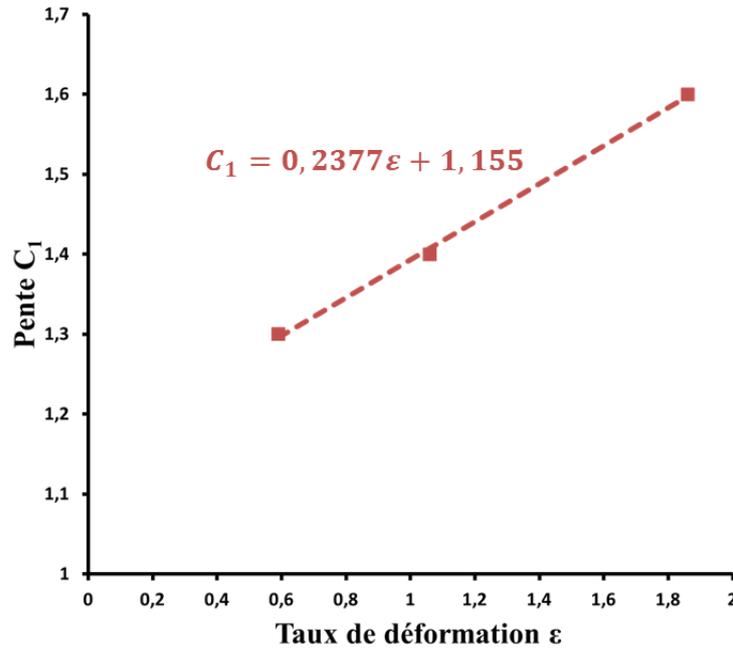


Figure VI.23 : Pente des courbes de tendance de la figure VI.21 (EM721) en fonction du taux de déformation ε . La relation mathématique entre les deux paramètres est également présentée avec une courbe de tendance linéaire.

La formation d'un joint $\Sigma 3$ est considérée comme un accident de croissance, donc les pentes C_1 peuvent traduire la « probabilité » que cet accident ait lieu. Par conséquent, plus le matériau est déformé, plus il est facile d'avoir un accident de croissance. L'évolution de la densité de joints $\Sigma 3$ en fonction du taux de déformation (Tableau VI.4) permet de valider cette hypothèse. En effet, cette densité reflète plus ou moins la quantité relative de cet accident qui augmente avec le taux de déformation.

L'influence du taux de déformation sur la formation des macles a également été étudiée par Bozzolo et al., sur un autre alliage à base de nickel [Bozzolo et al., 2012]. Toutefois, les auteurs ont observé une évolution inverse de la densité de joints $\Sigma 3$ lors d'essais de torsion à chaud. En effet, pour un taux de déformation supérieur à 0,1, cette densité décroît avec l'augmentation de la déformation. Cette différence de comportement est probablement liée d'une part, à la déformation à chaud et d'autre part, au taux de déformation maximum de 0,63 qui est plus faible que ceux envisagés dans la présente étude. En outre, en prenant en compte la présence de la seconde phase ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), Bozzolo et al. ont aussi suggéré que cette densité de macles dépendait de la vitesse de migration des joints puisque le joint de grains pourrait rapidement migrer localement autour de la seconde phase. Cette vitesse élevée serait due à la

pression introduite par le gradient local d'énergie stockée. Ce résultat est cohérent avec la valeur de la pente moyenne de la nuance EM722 (Figure VI.22) qui est plus importante que celles de la nuance EM721 (Figure VI.21).

La taille critique de grain D_0 est respectivement de 2,3 μm , 1,7 μm et 1,2 μm pour les échantillons de la nuance EM721 déformés respectivement de 0,59, 1,06 et 1,86. Elle diminue donc avec l'augmentation de la déformation (Figure VI.24) et est linéairement proportionnelle à l'inverse de la déformation (ou l'inverse de l'énergie stockée) (Equation VI.26).

$$D_0 \propto (1/\varepsilon) \propto (1/E) \quad (\text{VI.26})$$

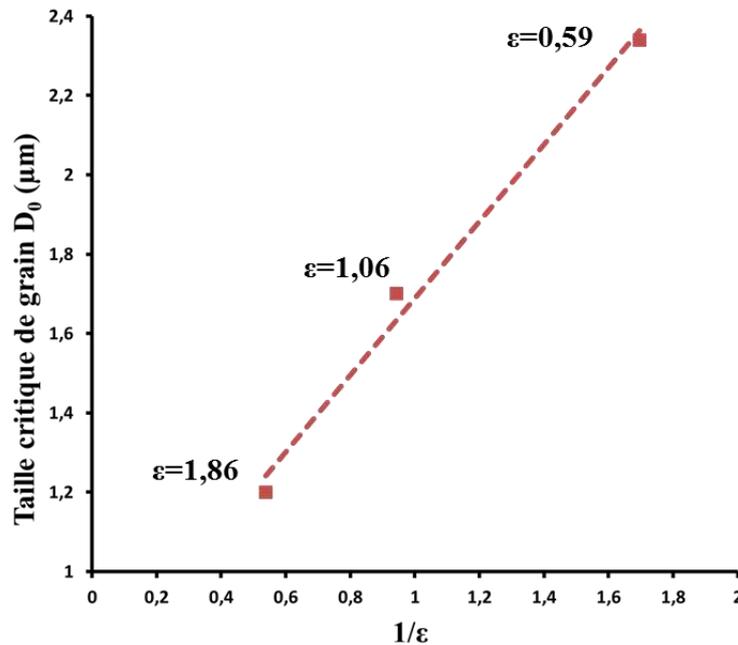


Figure VI.24 : Taille critique de grains pour commencer la formation de joints $\Sigma 3$ en fonction de l'inverse de la déformation (EM721).

Cette évolution peut être expliquée à partir des mécanismes de recristallisation et de maclage mis en jeu. Le mécanisme de recristallisation de SIBM a été identifié pour la nuance EM721 (Chapitre V). En outre, la formation de joints $\Sigma 3$ est considérée comme un accident lors de la migration des joints de grains (Figure VI.25). Sur cette figure, la flèche noire indique la direction de croissance d'un germe issu du grain A. Au cours de cette migration, un joint $\Sigma 3$ (ligne rouge) est formé. Par conséquent, on peut suggérer qu'une fois que le mécanisme de SIBM a démarré, un joint $\Sigma 3$ peut être formé.

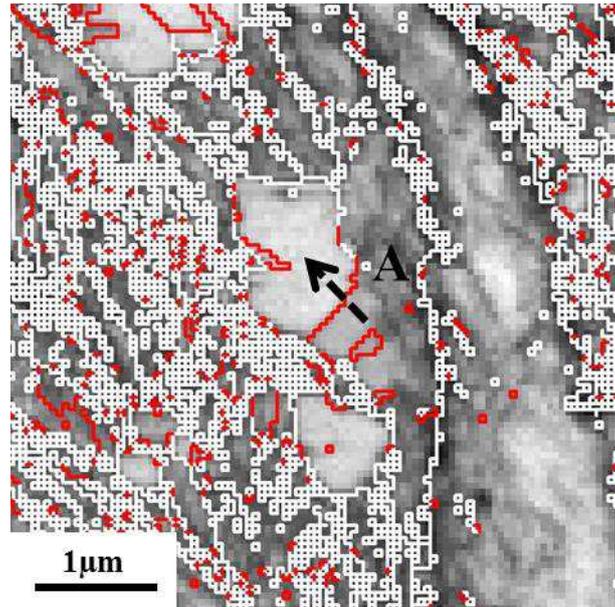


Figure VI.25 : Cartographie EBSD (IQ) de la nuance EM721 qui montre la formation de joints $\Sigma 3$ pendant le mécanisme de SIBM. Les lignes rouges et blanches correspondent respectivement aux joints $\Sigma 3$ et aux joints généraux ($> 15^\circ$).

De fait, la condition essentielle pour déclencher le SIBM (Equation VI.27) peut également être utilisée pour définir le rayon critique des grains pour la formation des joints $\Sigma 3$ [Humphreys et Hatherly, 2004]. Une schématisation du mécanisme de SIBM est montrée sur la figure VI.26.

$$R_{crit} = 2\gamma_g / \Delta E \quad (VI.27)$$

γ_g est l'énergie des joints généraux fortement désorientés (ou HAGB, Hhigh Angle Grain Boundary). Elle est considérée comme étant constante.

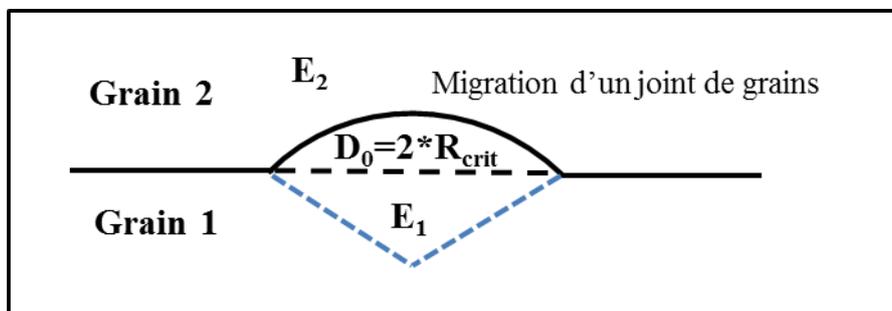


Figure VI.26 : Schématisation du mécanisme de SIBM et condition critique pour le déclencher.

Selon la figure VI.26, ΔE est la différence d'énergie stockée entre les deux grains qui forment le joint migrant ($\Delta E = E_1 - E_2$). E_1 est l'énergie stockée du nouveau germe formé

derrière le joint migrant. Comme ce germe est libre de dislocations, E_1 peut être considérée comme nulle et de fait $\Delta E = E_2$. La recristallisation étant très rapide à 900°C, la restauration est supposée négligeable. E_2 peut alors être décrite par l'énergie E stockée au cours de la déformation. Ainsi, l'équation VI.27 peut s'exprimer de la manière suivante :

$$D_0 = 2R_{crit} = 4\gamma_g / E \quad (VI.28)$$

Afin de vérifier l'équation VI.28, les énergies stockées au cours de la déformation ont été déterminées par diffraction de neutrons. L'énergie stockée et la taille critique de grains sont présentées dans le tableau VI.6 avec les déformations correspondantes.

Tableau VI.6 : Energie stockée et taille critique de grains en fonction de la déformation (nuance EM721)

Déformation	D_0 (μm)	E (J/mol)
0,59	2,3	18,1
1,06	1,7	25,7
1,86	1,2	35,9

A l'aide des valeurs expérimentales de D_0 et de E (figure VI.27), on peut donc déduire $4\gamma_g = 43 \mu\text{m}\cdot\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$. Comme le paramètre de maille du matériau est similaire à celui du nickel pur, le volume molaire de ce matériau est proche de $6,59 \cdot 10^{-6} \text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$ (volume molaire du nickel pur). Donc, l'énergie de joint γ_g est égale à environ $1,63 \text{J}\cdot\text{m}^{-2}$.

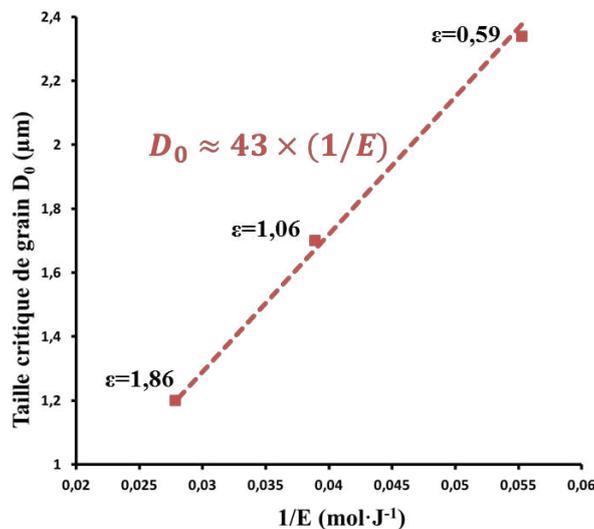


Figure VI.27 : Evolution de la taille critique de grains en fonction de l'inverse de l'énergie stockée (nuance EM721).

Pour la nuance EM721, les tailles critiques indiquées sur la figure VI.21 et dans le tableau VI.6 sont d'environ 1 à 2 μm . Toutefois, les études en MET (Chapitre V) montrent que cette taille est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. Cette différence est bien sûr liée à la différence de résolution entre le MEB et le MET. En fait, il existe des macles extra-fines dans les grains qui ne peuvent pas être détectées par EBSD avec un pas d'acquisition de 100 nm. En considérant ces micro-macles, on devrait trouver des tailles critiques plus petites et une énergie de joint inférieure à $1,63 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$. Bien que l'énergie de joint soit fonction du matériau et de sa structure, cette énergie a été mesurée et calculée pour le nickel et certains de ses alliages et elle a été trouvée égale à environ $1 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ [Murr, 1975 ; Roth, 1975 ; Amouyal et al., 2005 ; Holm et al., 2010]. En conclusion, l'ordre de grandeur des énergies mesurées et calculées dans la littérature sont similaires à celui estimé pour la nuance EM721 et ce malgré la non prise en compte des micro-macles.

En combinant les équations VI.22, VI.25 et VI.28, une nouvelle équation (Equation VI.29) est obtenue. Elle montre à la fois l'influence de la taille de grains et de l'énergie stockée sur la formation des joints $\Sigma 3$ pendant la recristallisation primaire. Dans cette équation, la constante A' est utilisée pour simplifier le terme A/C.

$$N = (A'E + B)(D - 4\gamma_g / E) \quad (\text{VI.29})$$

A partir de ces résultats, on peut faire deux remarques.

Remarque 1 : s'il n'y a pas de déformation avant le traitement thermique, l'énergie stockée correspondante est égale à zéro et la taille critique de grains devient infinie. Par conséquent, les équations VI.28 et VI.29 ne fonctionnent plus. En fait, pour cette situation particulière, il y a uniquement une croissance de grains (sans recristallisation primaire). Il faut alors utiliser la théorie de Pande et al. (Equations VI.3-5) qui ne tient compte que de l'énergie de joints.

Remarque 2 : pour la nuance EM722, l'influence de l'énergie stockée n'a pas pu être mise en évidence expérimentalement dans la description de N en fonction de D (Figure VI.22). Toutefois, en utilisant l'équation moyenne, la taille critique pour la formation de joints $\Sigma 3$ a été trouvée égale à $0,9 \mu\text{m}$. Cette taille est liée à la condition de formation des germes par SIBM et par PSN (mécanismes de recristallisation identifiés pour la nuance EM722). En effet, lorsqu'un germe, formé par SIBM ou par PSN, atteint sa taille critique, il peut commencer de

macler pendant sa croissance. La condition pour déclencher le SIBM est décrite par l'équation VI.28. Elle permet aussi de trouver la condition de déclenchement du PSN [Xu et al., 2007]. Par conséquent, on peut supposer que la condition de formation des joints $\Sigma 3$ est également décrite par l'équation VI.28 pour la nuance EM722.

VI.3.2.3.3 Constante B

Comme mentionné dans la partie VI.3.2.3.2, la constante B (Equation VI.29) est égale à 1,16. Rappelons que B est la pente C_1 pour un échantillon recuit qui n'a pas subi de LAF ($\varepsilon=0$). C'est pourquoi, l'échantillon initial de la nuance EM721 après homogénéisation (état de référence – Chapitre III) a également été caractérisé par EBSD avec le même pas d'exploration, pour déterminer la valeur expérimentale de B. La figure VI.28 montre le nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour cet échantillon. Cette figure montre la préexistence de joints $\Sigma 3$ dans l'échantillon initial, avant toute déformation. L'évolution de N en fonction de D dans cet échantillon est similaire à celle présentée sur la figure VI.21. La pente B de cette droite (0,46) est inférieure à la constante B (1,16) extrapolée à partir de la Figure VI.23 pour $\varepsilon=0$.

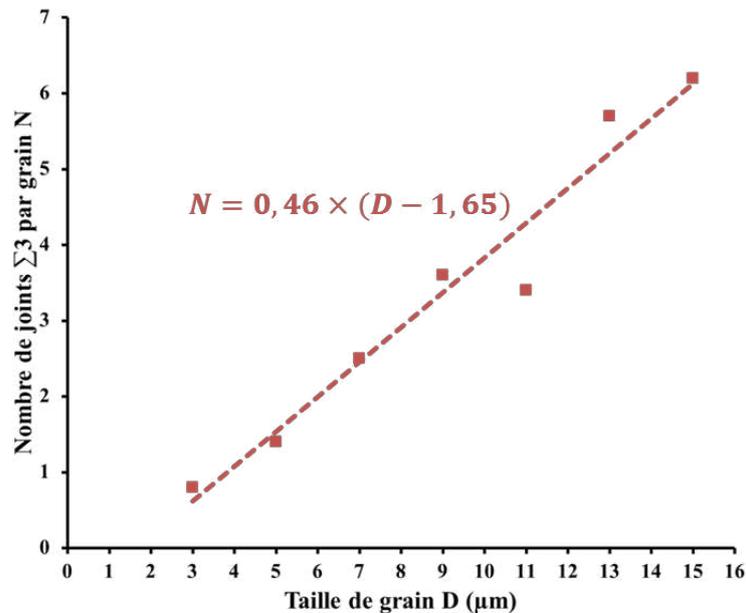


Figure VI.28 : Nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains pour l'échantillon initial de la nuance EM721 (après homogénéisation).

Le fait que la valeur de B extrapolée soit supérieure à la valeur expérimentale peut s'expliquer par deux facteurs. Le premier pourrait être lié à la formation de joints $\Sigma 3$ (« macles » mécaniques) au cours de la déformation. Le second pourrait être associé à la croissance des grains après la recristallisation primaire. En effet, comme le matériau est recuit à 900°C, les grains recristallisent très rapidement et donc une étape de croissance normale des grains est envisageable.

VI.4 Conclusion

VI.4.1 Le maclage (ASTAR)

Le mécanisme de recristallisation par SIBM a été identifié pour les deux nuances EM721 et EM722. De plus, le mécanisme de PSN a également été observé pour la nuance EM722 (chapitre V). A partir des études réalisées avec le système ASTAR, il est supposé que les joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$ sont formés par un accident de croissance au cours de la migration des joints. Dans certains cas, les joints $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ (Figure VI.12c) sont spontanément et nécessairement formés pour servir de liaison entre des joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$.

Pour un grain donné, il existe 4 axes $\langle 111 \rangle$, donc 4 systèmes de maclage sont possibles. Le système actif de maclage dépend de la direction de croissance ou de migration des joints de grains. Lorsque l'un des 4 axes $\langle 111 \rangle$ correspond approximativement à la direction de croissance, il est possible d'avoir un accident de croissance et une macle est formée via une rotation selon cet axe.

De plus, le maclage est assisté par l'énergie stockée induite par la déformation qui est le moteur de la recristallisation. Lors de la formation des macles, il y a alors une diminution de l'énergie stockée totale comme lors de la recristallisation.

VI.4.2 Evolution du maclage (EBSD)

Comme la recristallisation des nuances EM721 et EM722 est très rapide à 900°C, et terminée au bout de 4 min, on peut donc considérer que la restauration est négligeable. Pour cette raison, l'étude de la formation des joints $\Sigma 3$ ($\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$) pendant la recristallisation primaire a été étudiée.

Tout d'abord, l'augmentation de la taille de grains conduit à la formation de plus de joints $\Sigma 3$ pour les deux nuances EM721 et EM722 (Equation VI.22).

Ensuite, pour la nuance EM721, la formation de joints $\Sigma 3$ dépend aussi de la force motrice liée à la déformation (Equation VI.29). Cet effet est introduit par l'intermédiaire de deux paramètres : la pente C_1 qui traduit, pour les grains, la potentialité de macler en fonction du taux de déformation et de la taille critique D_0 des grains. A taille de grains identique, plus la déformation ou l'énergie stockée est grande, plus le maclage est actif et plus la taille critique d'un germe pour commencer le maclage est petite. Pour la nuance EM722, parce que les grains sont très petits, l'influence du taux de déformation sur le maclage n'a pas pu être vérifiée.

Enfin, dans les équations VI.23 et VI.29, il apparaît une constante B , dont la présence est supposée dépendre de trois facteurs : la préexistence de joints $\Sigma 3$ à l'état initial (formés pendant la phase d'homogénéisation du matériau) et la formation de joints $\Sigma 3$ pendant la déformation et au cours de la croissance normale après recristallisation primaire.

Chapitre VII : Simulation de la recristallisation et du maclage

VII.1 Bibliographie

La formation des macles pendant la déformation et le recuit est un phénomène très important pour les matériaux qui ont une faible γ_{EDE} . Par conséquent, il est intéressant de simuler le maclage pour mieux comprendre son développement et son évolution au cours d'un traitement thermique. Le maclage de déformation a déjà été simulé en dynamique moléculaire [Yamakov et al., 2002] tout comme le maclage de recuit [Bringa et al., 2008]. A partir de cette dernière simulation, les auteurs ont supposé que la formation des macles était liée à l'émission de dislocations partielles. Dans ce chapitre, nous proposons de développer une simulation de type Monte Carlo, à l'échelle mésoscopique (et non atomique), pour étudier l'évolution du maclage pendant la recristallisation primaire.

La simulation Monte Carlo est principalement utilisée pour des problèmes physiques statistiques et elle fonctionne de manière stochastique [Landau et Binder, 2009]. Cette simulation n'a pas d'échelle de temps et l'évolution des grandeurs simulées est décrite en fonction du nombre de pas de calcul, sachant qu'un pas Monte Carlo correspond à X tirages aléatoires, X correspondant au nombre de pixels total dans la microstructure.

L'évolution de la microstructure et de la texture pendant le recuit peut être simulée avec cette méthode à partir d'une cartographie EBSD qui est formée de pixels hexagonaux (Figure VII.1a). Les procédures simplifiées de la simulation sont les suivantes :

- a) Choix d'un pixel i au hasard (Figure VII.1a) ;
- b) Calcul de la probabilité de réorientation du pixel i (il existe 6 premiers voisins pour le pixel i (Figure VII.1b), donc il faut calculer 6 probabilités) ;
- c) Comparaison des 6 probabilités pour trouver la probabilité maximale ;
- d) Réorientation du pixel i . Il prend l'orientation du pixel voisin avec lequel la probabilité de réorientation est maximale.
- e) Passage à l'itération suivante en partant de (a).

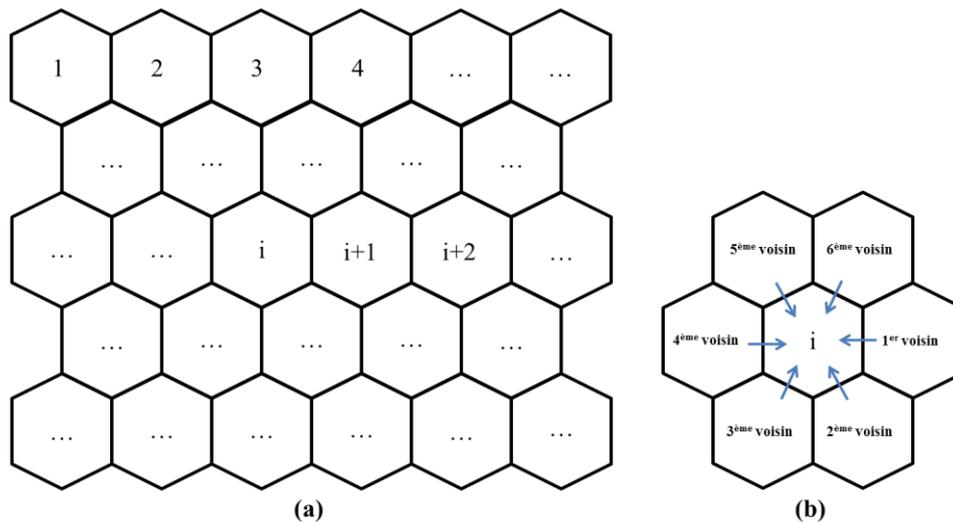


Figure VII.1 : Structure d'une cartographie EBSD formée par des pixels hexagonaux.

Selon cette procédure, le modèle de Monte Carlo fonctionne pour un pixel individuel qui est choisi au hasard. Cette méthode se distingue d'autres approches (éléments finis et champs de phases, ...) qui travaillent sur toute la microstructure [Rollett et Manohar, 2004].

Au cours du traitement thermique d'un matériau déformé, plusieurs phénomènes apparaissent comme la restauration, la recristallisation primaire et la croissance de grains. Au cours de ces étapes, le maclage peut intervenir et jouer un rôle important sur le développement de la microstructure et de la texture.

VII.1.1 Restauration

La restauration correspond à la diminution de l'énergie stockée au cours de la déformation, ce qui conduit à retarder le déclenchement de la recristallisation [Byrne, 1965]. La cinétique de restauration (évolution de l'énergie stockée E en fonction du temps t) a été décrite par Stüwe et al. [Stüwe et al., 2002] (Figure VII.2 et Equation VII.1).

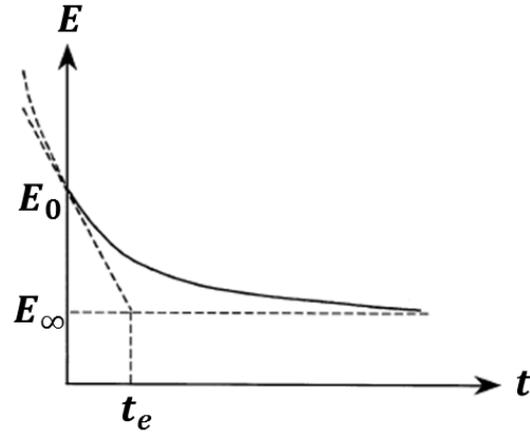


Figure VII.2 : Evolution de l'énergie stockée pendant la restauration [Stüwe et al., 2002].

$$E = E_{\infty} + (E_0 - E_{\infty}) \left(\frac{t_e}{t + t_e} \right) \quad (\text{VII.1})$$

E_0 est l'énergie stockée après déformation et E_{∞} correspond à celle qui subsiste après restauration (quand la germination commence). t_e définit le temps pour lequel la restauration est complète dans le cas où la vitesse de restauration est constante et égale à la tangente de la courbe en E_0 . Par conséquent, c'est un paramètre qui permet de caractériser la vitesse de restauration. Les auteurs ont aussi trouvé que le temps t_e était indépendant de la déformation introduite avant le recuit. Cependant, il est inversement dépendant de la température de recuit T (Equation VII.2).

$$t_e = t_0 \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{VII.2})$$

Le paramètre t_0 est une constante, Q est l'énergie activation pour la restauration et R est la constante des gaz parfaits.

VII.1.2 La recristallisation et la croissance normale

Rollett et Raabe [Rollett et Raabe, 2001] ont montré que la méthode de Monte Carlo pouvait être utilisée pour simuler la croissance de grains. Ils ont aussi montré que la probabilité $P(i, n^{\text{ème}})$ de la ré-orientation du $n^{\text{ème}}$ pixel des 6 premiers voisins vers le pixel choisi i (Figure VII.1) dépend à la fois de la mobilité $M(i, n^{\text{ème}})$ de l'interface entre les

pixels et de la force motrice $F(i, n^{\text{ème}})$ (Equation VII.3). Cette probabilité dépend aussi de la variation de l'énergie $\Delta E(i, n^{\text{ème}})$ du système. Si cette variation correspond à une augmentation de l'énergie du système ($\Delta E(i, n^{\text{ème}}) > 0$), la probabilité doit être modifiée par un facteur qui dépend de la température T et de $\Delta E(i, n^{\text{ème}})$ (Equation VII.4, où b est une constante). Pour la croissance de grains, la force motrice $F(i, n^{\text{ème}})$ (c'est un abus de langage, car en fait il s'agit d'une pression) est liée à l'énergie $EJ(i, n^{\text{ème}})$ du joint entre le $n^{\text{ème}}$ pixel voisin et le pixel choisi i (Equation VII.5). $EJ(i, n^{\text{ème}})$ s'exprime en Joules et est égale à l'énergie de joint $\gamma(i, n^{\text{ème}})$ par unité de surface multipliée par la surface de l'interface S_{int} entre deux pixels proches.

$$\text{Si } \Delta E(i, n^{\text{ème}}) < 0, \quad P(i, n^{\text{ème}}) = M(i, n^{\text{ème}}) F(i, n^{\text{ème}}) \quad (\text{VII.3})$$

$$\text{Si } \Delta E(i, n^{\text{ème}}) > 0, \quad P(i, n^{\text{ème}}) = M(i, n^{\text{ème}}) F(i, n^{\text{ème}}) \exp\left(-\frac{\Delta E(i, n^{\text{ème}})}{bT}\right) \quad (\text{VII.4})$$

$$F(i, n^{\text{ème}}) \propto EJ(i, n^{\text{ème}}) \propto \gamma(i, n^{\text{ème}}) S_{\text{int}} \quad (\text{VII.5})$$

De plus, l'énergie $\gamma(i, n^{\text{ème}})$ et la mobilité $M(i, n^{\text{ème}})$ du joint sont souvent exprimées en fonction de la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ entre le $n^{\text{ème}}$ pixel voisin et le pixel choisi i (Equations VII.6 et VII.7).

$$M(i, n^{\text{ème}}) = f[\theta(i, n^{\text{ème}})] \quad (\text{VII.6})$$

$$\gamma(i, n^{\text{ème}}) = f[\theta(i, n^{\text{ème}})] \quad (\text{VII.7})$$

Pendant la recristallisation primaire, le gradient d'énergie stockée a une influence plus importante que l'énergie de joint sur la force motrice. Volovitch et al. [Volovitch et al., 2007] ont introduit ce gradient dans la force motrice (l'équation VII.5 devient l'équation VII.8).

$$F(i, n^{\text{ème}}) \propto [EJ(i, n^{\text{ème}}) + C \cdot ES(i, n^{\text{ème}})] \quad (\text{VII.8})$$

Le paramètre C pondère l'influence du gradient d'énergie stockée par rapport à celle de l'énergie de joint sur la force motrice. $ES(i, n^{\text{ème}})$ est le gradient d'énergie stockée entre le pixel i choisi et le $n^{\text{ème}}$ voisin.

VII.1.3 Le maillage

Selon la théorie de Gleiter [Gleiter, 1969], la probabilité P_m pour qu'il y ait maillage pendant le recuit dépend de la différence d'énergie libre de Gibbs ΔG^0 entre les grains qui croissent et ceux qui disparaissent (Equation VII.9). L'auteur a aussi supposé que ΔG^0 était liée d'une part, à l'énergie des joints généraux fortement désorientés (désorientation supérieure à 15°) γ_g (High Angle Grain Boundaries, HAGB) qui est considérée comme constante et d'autre part, au rayon du grain r_0 (Equation VII.10).

$$P_m \propto \Delta G^0 \quad (\text{VII.9})$$

$$\Delta G^0 = \frac{2\gamma_g}{r_0} \quad (\text{VII.10})$$

Li et al. ont montré que ΔG^0 devait dépendre aussi de la déformation plastique ε introduite avant le traitement thermique (Equation VII.11, où q est une constante) [Li et al., 2009].

$$\Delta G^0 = \frac{2\gamma_g}{r_0} (1 + q\varepsilon^2) \quad (\text{VII.11})$$

L'influence de la taille de grains D (diamètre du grain) et de l'énergie de joint γ_g sur la densité ρ_m de macles formées pendant le recuit a été décrite par Pande et al. (Equation VII.12) [Pande et al., 1990]. D_0 est la taille (ou le diamètre) critique de grains pour la formation d'une macle (si $D < D_0$, $\rho_m = 0$).

$$\rho_m = \frac{1}{D} k \gamma_g \log \frac{D}{D_0} \quad (\text{VII.12})$$

En combinant ces études, l'équation de Pande et al. a été modifiée par Cahoon et al. en introduisant la déformation plastique ε et l'énergie de défauts d'empilement γ_{EDE} du matériau (Equation VII.13) [Cahoon et al., 2009]. C est une constante.

$$\rho_m = \frac{C}{\gamma_{EDE}} \frac{4\gamma_g}{D} (1 + q\varepsilon^2) \log \frac{D}{D_0} \quad (\text{VII.13})$$

Cependant, dans toutes ces études, la taille de grains D utilisée correspond à une valeur moyenne. La distribution de tailles de grains ou la vraie taille d'un grain individuel n'est pas considérée. C'est pourquoi, l'influence de cette distribution sur la formation des macles a été étudiée dans le chapitre VI. Nous avons ainsi montré que le maclage dépend bien sûr de la taille des grains D et de l'énergie stockée E induite pendant la déformation (Equation VII.14).

$$N = (AE + B)(D - 4\gamma_g / E) \quad (\text{VII.14})$$

N est le nombre de joints $\Sigma 3$ dans les grains. A et B sont des constantes. Cette relation n'est valable que si la restauration n'est pas présente ou que son effet est négligeable. Dans le cas contraire, il peut exister une compétition entre la restauration et la recristallisation.

L'énergie stockée $E(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ est fonction de l'orientation $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ des grains (Equation VII.15). Toutefois, dans l'équation VII.14, E est une énergie moyenne dans tout le matériau qui est déterminée grâce à l'équation VII.16.

$$E(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (\text{VII.15})$$

$$E = \sum_{i=1}^n F(\varphi_{1i}, \phi_i, \varphi_{2i}) E(\varphi_{1i}, \phi_i, \varphi_{2i}) \quad (\text{VII.16})$$

n est le nombre total d'orientations différentes présentes dans le matériau et $F(\varphi_{1i}, \phi_i, \varphi_{2i})$ est la fraction volumique de la $i^{\text{ème}}$ orientation.

VII.2 Simulation

Dans ce chapitre, la simulation se concentre sur le maclage au cours de la recristallisation de la nuance EM721. En effet, dans la nuance EM722, il apparaît le mécanisme de PSN qui n'est pas introduit dans cette simulation. Par ailleurs, comme la restauration est négligeable à 900°C, elle n'est pas prise en compte dans la simulation.

La restauration correspond souvent à la formation de sous-grains. Quand un sous-grain atteint une taille critique, il devient alors un germe qui peut croître aux dépens de la zone déformée (Figure V.7d). Toutefois, pour la nuance EM721, le mécanisme de SIBM n'est pas lié à la présence de sous-grains (Figure V.7c). Donc, pour simuler la germination, la cartographie EBSD de l'état déformé est mesurée avec un pas d'acquisition (taille des pixels) de 200 nm qui correspond approximativement à la taille critique des germes. Pendant la simulation, chaque pixel peut donc être considéré comme un germe et son énergie stockée

devient nulle à partir du moment où il croît.

VII.2.1 Données initiales pour la simulation

La simulation est réalisée à partir d'une cartographie EBSD mesurée sur un échantillon déformé.

Selon l'équation VII.8, pour simuler la recristallisation, le gradient d'énergie stockée ΔES entre les pixels voisins doit être pris en compte. Donc, tout d'abord, il faut déterminer l'énergie stockée pour chaque pixel. Cette énergie est couramment calculée à partir de l'indice de qualité (IQ) des diagrammes de Kikuchi utilisés pour les analyses EBSD [Gerber et al., 2004 ; Chun et al., 2006] ou à partir de simulations par éléments finis [Baudin et al., 2005].

Parce que notre simulation est faite à partir d'une cartographie EBSD expérimentale, la méthode des éléments finis n'est pas choisie pour déterminer l'énergie stockée. Par ailleurs, compte tenu de l'actuelle haute résolution des analyses EBSD, l'utilisation d'IQ pour différencier l'énergie stockée entre les différents pixels reste très qualitative.

Ainsi dans notre étude, l'énergie stockée $E(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ a d'abord été déterminée par diffraction des neutrons en fonction de l'orientation des grains. Comme les énergies mesurées sont similaires (Figure IV.22), quelles que soient les composantes de texture, l'énergie stockée moyenne $E_{neutron}$ du matériau a alors été calculée à l'aide de l'équation VII.16. Cette valeur nous permet d'avoir une vision globale de l'énergie stockée dans le matériau déformé.

Pour la simulation, l'énergie stockée a été calculée plus localement à l'aide du KAM (Kernel Average Misorientation - Annexe II) qui utilise la désorientation locale mesurée par EBSD. Avec cette méthode, pour chaque pixel, on peut obtenir la désorientation moyenne θ_i entre le pixel i et ses voisins pour l'affecter au pixel i . En théorie, les désorientations (KAM) maximale et minimale $\theta_{max}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et $\theta_{min}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ peuvent être déterminées pour chaque composante de texture (avec une dispersion donnée). Toutefois, en pratique, comme les énergies mesurées par diffraction des neutrons montrent qu'elles ne dépendent pas de l'orientation des grains, une seule valeur de θ_{max} et de θ_{min} caractérise la microstructure du présent matériau.

Alors, à partir de l'énergie stockée macroscopique $E_{neutron}$ (diffraction des neutrons) et de la distribution de la désorientation locale θ_i (KAM), l'énergie stockée locale $E(i)$, en $J.m^{-3}$, peut être estimée pour chaque pixel i , selon les définitions suivantes :

Si le pixel i a une désorientation θ_i égale à θ_{max} alors l'énergie stockée $E(i)$ est égale à $E_{neutron}$.

Si le pixel i a une désorientation θ_i égale à θ_{min} alors $E(i)$ est égale à E_{min} (10% $E_{neutron}$). Cette énergie E_{min} n'est pas mise à zéro pour permettre de distinguer les pixels déformés des pixels recristallisés, ces derniers ayant une valeur nulle.

Enfin, si le pixel i a une désorientation θ_i intermédiaire, l'énergie $E(i)$ est donnée par l'équation VII.17.

$$E(i) = E_{min} + (E_{neutron} - E_{min}) \frac{\theta_i - \theta_{min}}{\theta_{max} - \theta_{min}} \quad (VII.17)$$

VII.2.2 Procédures pour la simulation

La simulation peut être divisée en deux parties : la recristallisation et le maclage. Selon les équations VII.3, VII.4 et VII.8, la recristallisation et le maclage sont simulés pour chaque pixel, mais le maclage tient compte de la taille de grains (Equation VII.14).

Même si la base de notre modèle reste la croissance d'un pixel i vers l'un de ses premiers voisins (Figure VII.3.II), il est un peu différent de celui classiquement utilisé (Figure VII.1 et Figure VII.3.I). Un inconvénient et un avantage de notre modèle sont exposés par la suite.

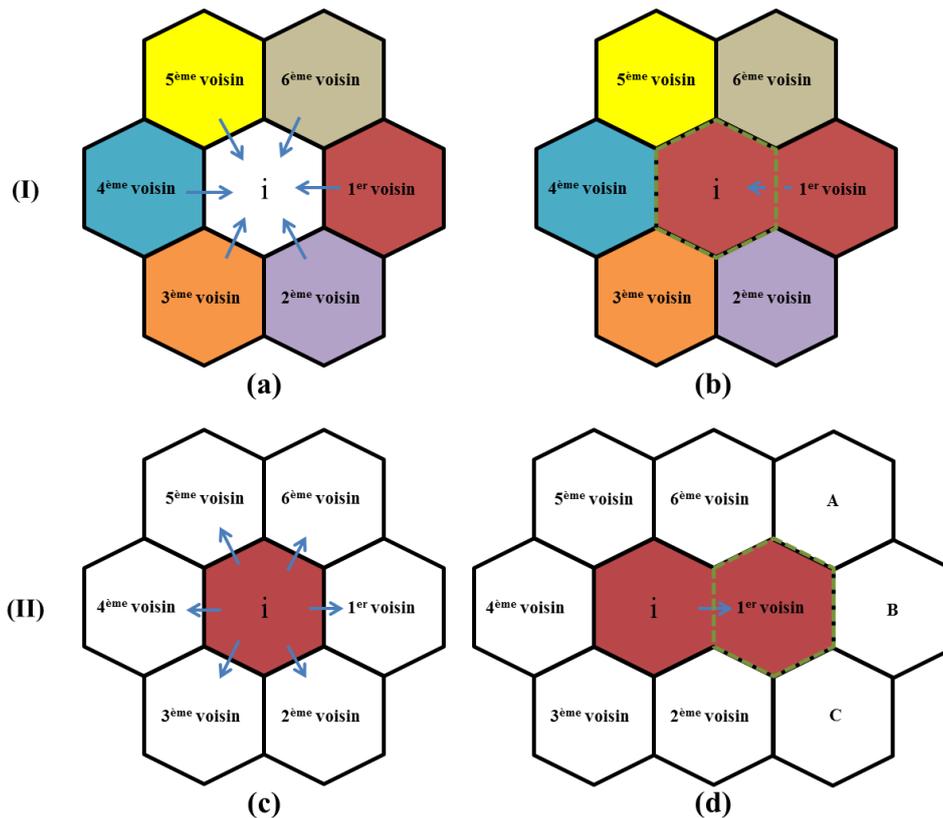


Figure VII.3 : Différences entre le modèle classique et notre modèle. (I) modèle classique : (a) pixel i choisi et (b) si le 1^{er} voisin croît, l'orientation du pixel i devient la même que celle du 1^{er} voisin et les désorientations avec ses premiers voisins vont varier (lignes vertes en pointillées) ; (II) notre modèle : (c) pixel choisi et (d) si le pixel i croît vers le 1^{er} voisin, l'orientation du 1^{er} voisin devient la même que celle du pixel i et les désorientations entre le 1^{er} voisin et ses voisins vont varier (lignes vertes en pointillées).

L'inconvénient :

Selon le modèle classique, pour un pixel i choisi au hasard, quand l'un des premiers voisins croît à ses dépens (exemple : 1^{er} voisin sur la figure VII.3b), son orientation est donc modifiée et devient la même que celle de ce voisin. De fait, la désorientation entre le pixel i et ses voisins change (lignes vertes en pointillées sur la figure VII.3b). Donc, pour calculer la variation d'énergie du système $\Delta E(i, n^{ème})$ (nécessaire pour le calcul de la probabilité de croissance - Equations VII.3 et VII.4) qui dépend de la variation de désorientation (chapitre VII.2.21), il ne faut considérer que les premiers voisins du pixel i (parce que la variation de la désorientation ne se fait qu'autour du pixel i).

Au contraire, dans notre modèle, c'est le pixel i qui croît vers l'un de ses premiers voisins (exemple : 1^{er} voisin sur la figure VII.3d). L'orientation de ce voisin devient la même que celle du pixel i ce qui induit une variation des désorientations autour du premier voisin

(lignes vertes en pointillées sur la figure VII.3d). Pour calculer $\Delta E(i, n^{ème})$, il faut donc considérer certains voisins secondaires (pixels A, B et C sur la figure VII.3d). Cela conduit bien sûr à une diminution de la vitesse de calcul par rapport au modèle classique, puisqu'il faut considérer plus de voisins autour du pixel i.

L'avantage :

Notre modèle présente cependant un avantage puisqu'il facilite la simulation du maclage. En effet, pour générer le maclage à partir d'un pixel, il faut prendre en compte les 4 axes $\langle 111 \rangle$ possibles. Dans le modèle classique, c'est un pixel voisin du pixel i qui croît à ses dépens, de fait, comme chaque premier voisin peut éventuellement macler avec 4 axes $\langle 111 \rangle$ possibles, il existe 24 systèmes de maclage (4 axes x 6 premiers voisins). Au contraire, dans notre modèle, le pixel i maclé vers l'un de ses voisins. Par conséquent, seuls les 4 systèmes de maclage du pixel i sont considérés.

VII.2.2.1 Procédure pour simuler la recristallisation

La procédure numérique est décrite sur les figures VII.4 et VII.5.

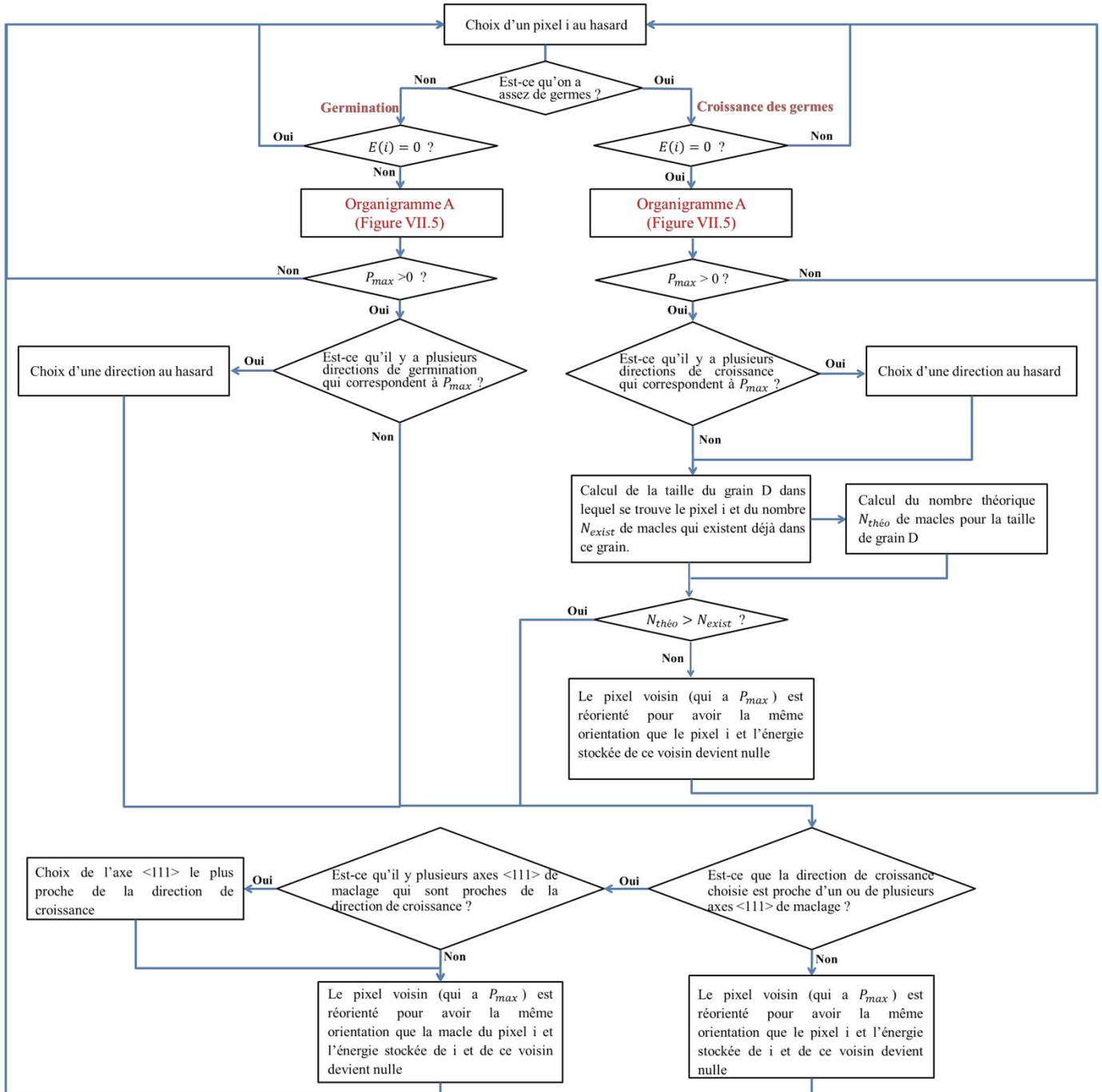


Figure VII.4 : Procédure de simulation de la recristallisation et du maclage.

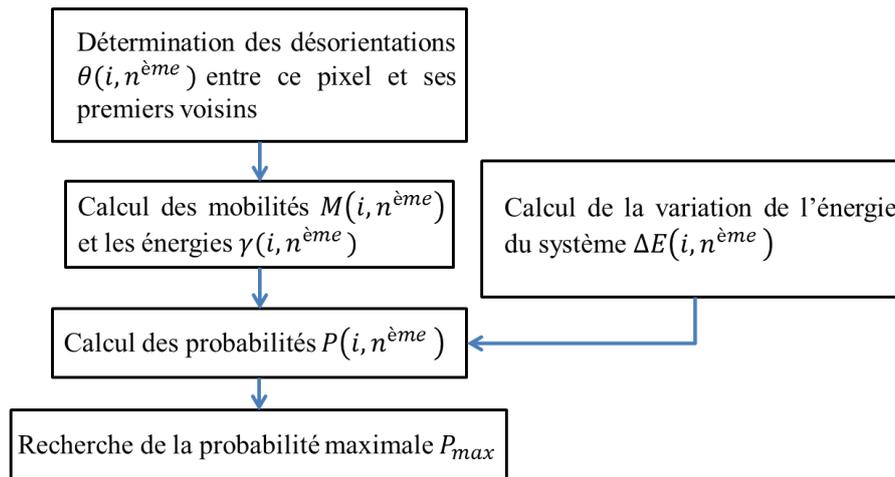


Figure VII.5 : Organigramme A sur la figure VII.4.

Les différentes étapes de cette procédure numérique sont décrites ci-dessous :

- a) Choix d'un pixel i au hasard ;
- b) Choix du mode d'évolution pour ce pixel (germination, croissance du germe ou pas d'évolution) ;

Comme signalé précédemment, la restauration, qui est très importante pour la germination, n'est pas simulée. En revanche, une constante, qui définit le nombre total de germes, est introduite pour contrôler la germination. En effet, l'analyse EBSD d'un échantillon recristallisé permet de calculer le nombre de grains sur une surface donnée et comme un grain recristallisé résulte de la croissance d'un germe, alors on peut en déduire le nombre de germes. Au début de la simulation, des germes sont créés selon la procédure décrite précédemment. Lorsque le nombre de germes est atteint, seule la croissance des germes se produit. Sinon, la germination se poursuit en parallèle de la croissance des germes existants.

Par ailleurs, pour un pixel i choisi, son énergie stockée $E(i)$ est également prise en compte. En effet, si $E(i)$ est égale à 0, il ne peut pas germer puisqu'il correspond déjà à un pixel recristallisé. Les deux paramètres qui pilotent la germination sont donc le « nombre de germes » et l'« énergie stockée » du pixel i par rapport à ses voisins.

- c) Détermination de la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ entre le pixel i et son $n^{\text{ème}}$ premier voisin ;

- d) Détermination de la mobilité $M(i, n^{\text{ème}})$ et de l'énergie $\gamma(i, n^{\text{ème}})$ de l'interface entre le pixel i et son $n^{\text{ème}}$ premier voisin.

La mobilité d'interface :

Nous avons introduit les mobilités maximale $M_{\max} = 1$ et minimale $M_{\min} = 0$. Les mobilités $M(i, n^{\text{ème}})$ sont distribuées en fonction de la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ (Equation VII.6).

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est inférieure à 5° (limite inférieure définie par Volovitch et al. [Volovitch et al., 2005]) :

$$M(i, n^{\text{ème}}) = M_{\min} \quad (\text{VII.18})$$

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est supérieure à 15° (limite qui correspond à la désorientation minimale d'un joint de grains) :

$$M(i, n^{\text{ème}}) = M_{\max} \quad (\text{VII.19})$$

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est entre les limites inférieure et supérieure [Radhakrishnan et al., 1998] :

$$M(i, n^{\text{ème}}) = M_{\max} [M_{\min} + (1 - M_{\min}) (1 - \exp(-q(\theta(i, n^{\text{ème}}))^3))] \quad (\text{VII.20})$$

q est une constante. Quand $M_{\max} = 1$ et $M_{\min} = 0$, cette équation est simplifiée (Equation VII.21) [Volovitch et al., 2005].

$$M(i, n^{\text{ème}}) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\theta(i, n^{\text{ème}})}{\theta_0}\right)^3\right] \quad \text{avec } \theta_0 = 15^\circ \quad (\text{VII.21})$$

C'est cette équation que nous avons utilisée dans la simulation.

L'énergie d'interface :

Cette énergie est donnée en J.m^{-2} . Les énergies maximale γ_{\max} et minimale γ_{\min} sont aussi introduites dans la simulation. γ_{\max} est constante et correspond à l'énergie γ_g des joints généraux avec une désorientation supérieure à 15° . La valeur de $0,8 \text{ J.m}^{-2}$ a été choisie

en accord avec l'étude du nickel pur de Murr [Murr, 1975]. γ_{\min} est prise égale à zéro.

$\gamma(i, n^{\text{ème}})$ est déterminée de la même manière que la mobilité.

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est inférieure à 5° :

$$\gamma(i, n^{\text{ème}}) = \gamma_{\min} \quad (\text{VII.22})$$

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est supérieure à 15° :

$$\gamma(i, n^{\text{ème}}) = \gamma_{\max} \quad (\text{VII.23})$$

Si la désorientation $\theta(i, n^{\text{ème}})$ est entre les limites inférieure et supérieure, l'équation de Read et Shockley est utilisée [Read, 1953] :

$$\gamma(i, n^{\text{ème}}) = \gamma_{\max} \frac{\theta(i, n^{\text{ème}})}{\theta_0} (1 - \log(\frac{\theta(i, n^{\text{ème}})}{\theta_0})) \quad \text{avec} \quad \theta_0 = 15^\circ \quad (\text{VII.24})$$

Les joints spéciaux (joints de macle) :

Il existe deux types de joints de macle, les joints de macle cohérent $\Sigma 3_{\text{coh}}$ et incohérent $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ (Chapitre VI). Pour les joints $\Sigma 3_{\text{coh}}$, leur mobilité et leur énergie sont nulles. Au contraire, les joints $\Sigma 3_{\text{incoh}}$ sont mobiles et leur énergie n'est pas nulle. Cependant, dans la présente simulation, pour simplifier le calcul, pour une interface $\Sigma 3$ donnée ($\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$), sa mobilité $M(i, n^{\text{ème}})$ et son énergie $\gamma(i, n^{\text{ème}})$ sont toujours supposées nulles.

e) Détermination de la variation d'énergie $\Delta E(i, n^{\text{ème}})$ en Joules, du système, si le pixel i croît aux dépens du $n^{\text{ème}}$ voisin.

Cette variation peut être décomposée en deux parties : la variation de l'énergie stockée du système $\Delta ES(i, n^{\text{ème}})$ et la variation de l'énergie totale des joints $\Delta EJ(i, n^{\text{ème}})$. $\Delta ES(i, n^{\text{ème}})$ correspond à la somme de la variation totale de l'énergie stockée du pixel i et du $n^{\text{ème}}$ voisin après (ap) la croissance (avant la croissance : av) (Equation VII.25). V_{pixel} est le volume d'un pixel (on suppose que son épaisseur est égale au pas d'acquisition). $\Delta EJ(i, n^{\text{ème}})$ provient des nouvelles désorientations créées entre le $n^{\text{ème}}$ voisin et ses premiers voisins (m)

(parmi lesquels, certains sont les voisins secondaires du pixel i , après sa réorientation (Equation VII.26). S_{int} est la surface de l'interface entre deux pixels voisins.

$$\Delta ES(i, n^{\text{ème}}) = [(E(i)^{\text{ap}} - E(i)^{\text{av}}) + (E(n^{\text{ème}})^{\text{ap}} - E(n^{\text{ème}})^{\text{av}})] \cdot V_{\text{pixel}} \quad (\text{VII.25})$$

$$\Delta EJ(i, n^{\text{ème}}) = \left(\sum_{m=1}^6 \Delta EJ(n^{\text{ème}}, m)^{\text{ap}} - \sum_{m=1}^6 \Delta EJ(n^{\text{ème}}, m)^{\text{av}} \right) \cdot S_{\text{int}} \quad (\text{VII.26})$$

f) Détermination des probabilités $P(i, n^{\text{ème}})$ de la croissance du pixel i vers les voisins.

Cette partie utilise les équations VII.3, VII.4 et VII.8. Dans l'équation VII.8, $EJ(i, n^{\text{ème}})$ et $ES(i, n^{\text{ème}})$ sont en Joules. Il ne s'agit donc pas d'énergies par unité de surface ou par unité de volume. De fait, lors du calcul, il faut introduire la surface S_{int} de l'interface et le volume V_{pixel} d'un pixel.

De plus, une condition supplémentaire est ajoutée. Si l'énergie stockée $E(i)$ du pixel i est supérieure à $E(n^{\text{ème}})$ du $n^{\text{ème}}$ voisin, la probabilité $P(i, n^{\text{ème}})$ est imposée comme étant nulle. Cela permet d'éviter la croissance de la zone déformée aux dépens de la zone recristallisée.

g) Détermination de la probabilité maximale P_{max} parmi les probabilités $P(i, n^{\text{ème}})$.

h) Si $P_{\text{max}} = 0$, retour à la procédure (a) ;

Si $P_{\text{max}} \neq 0$ et si une seule direction de croissance correspond à P_{max} , exécution du point (i) ;

Si $P_{\text{max}} \neq 0$ et s'il y a plusieurs directions de croissance correspondant à P_{max} , choix au hasard d'une direction de croissance puis exécution du point (i) ;

i) Réorientation du pixel voisin pour qu'il ait la même orientation que le pixel i (Figure VII.3d) ;

j) Retour à (a).

VII.2.2.2 Procédure pour le maclage

Dans le chapitre VI, nous avons montré que le maclage correspond surtout à la formation de joints de macle $\Sigma 3$ coh. Les joints $\Sigma 3$ incoh peuvent être considérés comme nécessaires pour relier les joints $\Sigma 3$ coh (Figures VI.2 et VI.12c). Par conséquent, dans la simulation, le maclage est lié à la formation des joints $\Sigma 3$ coh.

Influence de la grille de mesure hexagonale de la cartographie EBSD sur le maclage pendant la simulation :

Selon la figure VI.13, le maclage dépend de la direction de croissance du grain. Si un plan $\{111\}$ de la matrice est perpendiculaire (ou si sa normale est parallèle) à cette direction, le maclage peut commencer. Dans une situation réelle, pour une orientation donnée, la direction de croissance peut prendre n'importe quelle direction. Au contraire, avec la simulation, à partir d'une cartographie EBSD, pour la croissance d'un pixel hexagonal, il existe au maximum 6 directions possibles vers les 6 premiers voisins. Par conséquent, pour le maclage à partir d'un pixel, il est souvent difficile de trouver l'un de ses axes $\langle 111 \rangle$ parallèle à sa direction de croissance.

Afin de résoudre ce problème, la direction de croissance d'un pixel est définie à partir de sa probabilité maximale P_{\max} . Dès que cette direction est connue, au lieu de déterminer s'il y a un axe $\langle 111 \rangle$ de ce pixel qui est parfaitement parallèle à cette direction, une dispersion de $\pm 30^\circ$ est tolérée autour de cette direction. Si c'est le cas, le maclage commence. Cette approche permet de simuler tous les systèmes de maclage et d'éliminer autant que possible l'influence de la forme des pixels.

Influence de la grille de mesure hexagonale de la cartographie EBSD sur la formation des joints $\Sigma 3$ coh pendant la simulation :

Dans le cas de la figure VII.6a, pour le pixel i, la direction de croissance est dirigée vers le 6^{ème} voisin. Un axe $\langle 111 \rangle$ du pixel i est trouvé proche de cette direction (ligne verte en pointillées). Le pixel i peut donc macler et un joint $\Sigma 3$ est formé entre les deux pixels (ligne rouge sur la figure VII.6b). Théoriquement, le joint $\Sigma 3$ coh (ligne orange) devrait être perpendiculaire à l'axe de rotation (ligne verte en pointillés) mais il existe un écart entre ce joint $\Sigma 3$ coh théorique et celui simulé qui n'est pas perpendiculaire à l'axe $\langle 111 \rangle$.

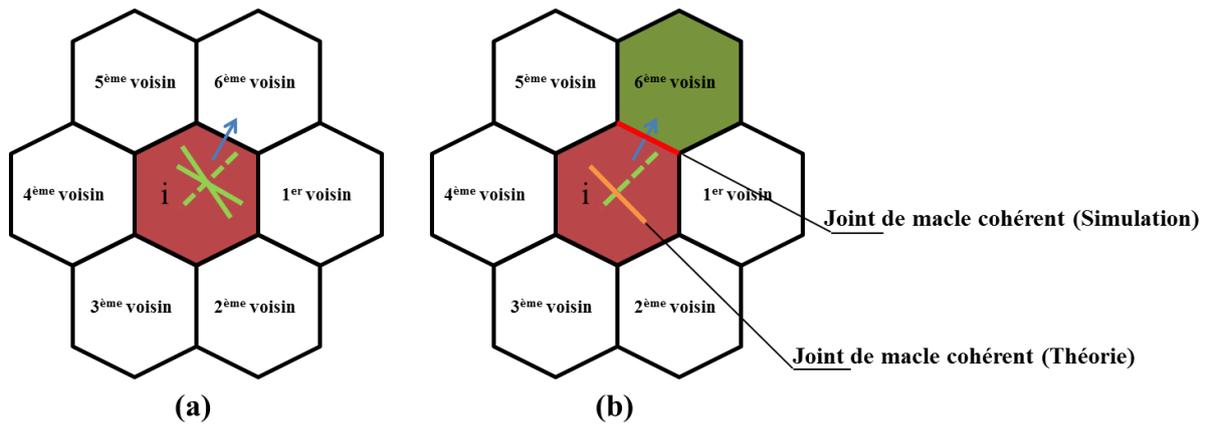


Figure VII.6 : Modèle proposé pour la simulation du maclage (les flèches bleues décrivent la direction de croissance et les traits verts, les axes $\langle 111 \rangle$ du pixel i). (a) Avant maclage et (b) après maclage.

Ce problème provient également de la grille de mesure de la cartographie EBSD. En effet, classiquement, avec le logiciel OIM, un joint de grains est défini par une série de segments (les segments rouges qui délimitent les pixels hexagonaux) (Figure VII.7). Cette définition donne des joints dentelés. Il peut aussi être défini par une ligne droite entre deux points triples (ligne bleue entre A et B) [Wright et Larsen, 2002].

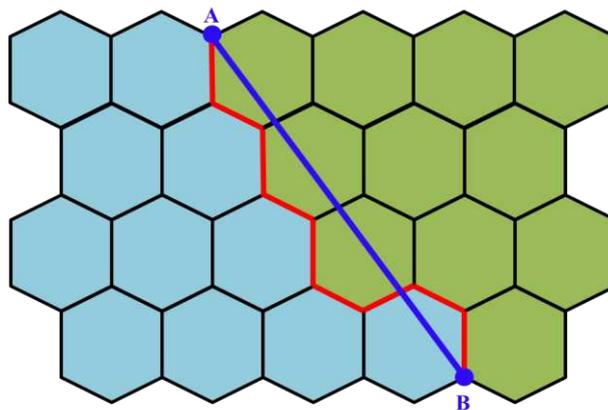


Figure VII.7 : Représentations d'un joint avec le logiciel OIM.

Quand le joint correspond à un seul segment, les deux définitions de l'interface sont identiques (Figure VII.8a). Pour un joint aussi court, il n'existe que trois directions a , b et c (les lignes rouges à partir du point triple A). La direction a est la conséquence de la croissance du pixel i vers le 3^{ème} ou le 6^{ème} voisin, b correspond à celle vers le 2^{ème} ou le 5^{ème} voisin et c correspond à celle vers le 1^{er} ou le 4^{ème} voisin (Figures VII.3c et VII.8a). Ces trois directions ne suffisent pas pour simuler tous les joints $\Sigma 3$ coh qui peuvent être orientés dans n'importe

quelle direction, ce qui peut expliquer la situation décrite sur la figure VII.6b. Par contre, quand le joint correspond à deux segments (Figure VII.8b), le nombre de joints possibles (avec différentes directions) devient égal à 6 (voir aussi [Wright et Larsen, 2002]). Plus le joint est long et plus le nombre de directions possibles est important ce qui facilite la simulation des joints de macle cohérents.

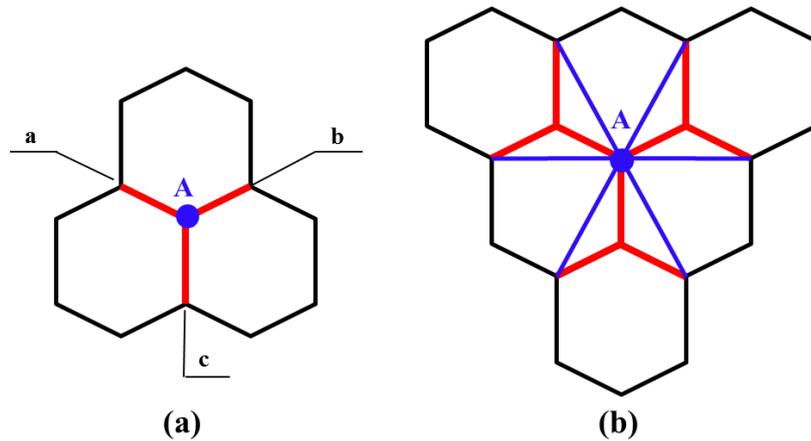


Figure VII.8 : Directions possibles du joint en fonction de sa longueur. Un joint est défini (a) par un segment et (b) par deux segments.

A partir des travaux de Wright et Larsen [Wright et Larsen, 2002], nous avons proposé une méthodologie pour contrôler la formation des joints $\Sigma 3$ coh. Tout d'abord, si l'un des axes $\langle 111 \rangle$ du pixel i est proche (avec une dispersion de $\pm 30^\circ$) de sa direction de croissance, le maillage se produit vers le voisin correspondant en formant un joint $\Sigma 3$ (selon le modèle présenté sur la figure VII.6b). Ensuite, la direction de ce joint (ligne rouge) est contrôlée et ajustée lors de la croissance des grains (au cours de l'augmentation de la longueur du joint), en la comparant avec celle du joint $\Sigma 3$ coh théorique (ligne orange).

La figure VII.9 montre l'évolution de la direction d'un joint $\Sigma 3$ coh. Le pixel rouge (Figure VII.9a) macle vers le 6^{ème} voisin (Figure VII.6b). Il s'en suit à la fois la croissance de la matrice (pixels rouges) et celle de la macle (pixels bleus), la direction du joint $\Sigma 3$ coh (ligne noire tracée entre les deux points triples) est alors ajustée.

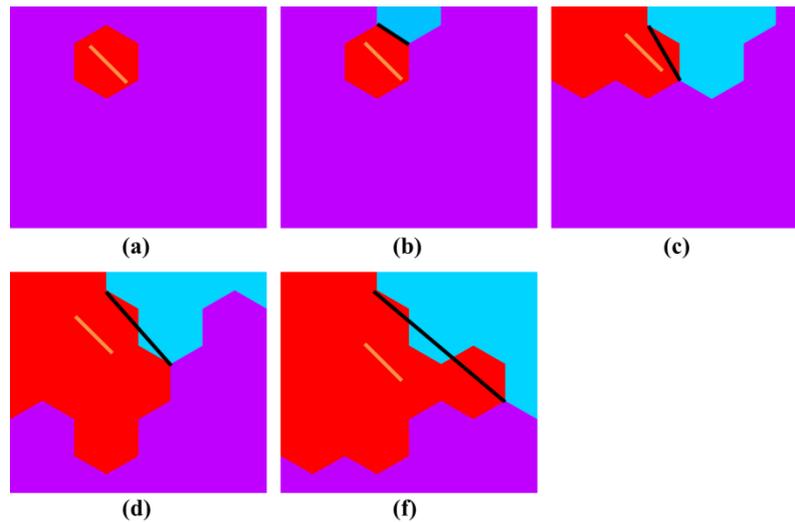


Figure VII.9 : Exemple de l'ajustement de la direction du joint $\Sigma 3$ coh pendant sa croissance. (a) Le pixel rouge est la matrice ; (b) le maclage forme une interface contenant un segment de joint $\Sigma 3$ coh ; (c-d) la direction du joint $\Sigma 3$ coh est ajustée pour finalement devenir parallèle à la direction théorique (ligne orange) ; (f) cette direction est gardée pendant la croissance avec une légère oscillation qui est fonction de la forme des pixels.

Comme présenté dans le chapitre V (Figure V.21), les macles peuvent se développer dès que les germes se forment. La taille critique des germes est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres (observations en MET). Cependant, à partir de l'évolution du maclage, présentée dans la partie VI.3.2.3.2, la taille critique estimée par EBSD est autour de 1-2 μm . Cette différence est due au choix du pas d'exploration en EBSD (100nm) qui est trop important pour identifier les germes observés en MET. Dans ces conditions, si l'équation VII.14 est introduite dans la simulation, le premier maclage ne sera formé que lorsque le nouveau grain atteindra une taille critique de l'ordre de 1-2 μm . Par conséquent, le maclage est introduit séparément au cours de la germination et de la croissance des germes (au début de l'organigramme présenté sur la figure VII.4). Pendant la germination, le maclage ne dépend que de la direction de croissance du pixel choisi et ne dépend pas de l'équation VII.14. Au contraire, l'évolution du maclage (Equation VII.14), trouvée par EBSD, est introduite dans l'étape de croissance des germes. Comme cette évolution est fonction de la taille de grains, pour le pixel choisi, la taille du grain dans lequel il se trouve est déterminée à l'aide d'une procédure supplémentaire. Pour ce grain, si le nombre de macles est inférieur à celui prédit par l'équation VII.14, le pixel choisi peut à nouveau macler.

Rappelons que comme la simulation est faite en deux dimensions, les joints $\Sigma 3$ coh, les

axes $\langle 111 \rangle$ et les plans $\{111\}$ des cristaux sont décrits par leur projection (trace du plan) sur le plan de laminage (DL-DT).

VII.3 Résultats et discussion

La simulation est réalisée à partir de cartographies EBSD ($50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$, avec un pas de 200 nm) mesurées sur l'état laminé à froid de 60% ($\epsilon=1,06$). Les résultats simulés (germination, cinétique de recristallisation, microstructure, évolution du maclage et de la texture) sont présentés. Mis à part la cinétique de recristallisation qui n'a pas pu être déterminée expérimentalement (Chapitre VI), ces résultats sont comparés à ceux obtenus après un recuit de 4 minutes à 900°C qui implique une recristallisation très rapide avec une restauration négligeable.

VII.3.1 Germination

La germination dans la nuance EM721, après le LAF de 60% suivi d'un recuit de 1 minute à 900°C , est décrite sur la figure VII.10a. Le maclage est observé expérimentalement dès que le germe se crée et possède une taille critique d'environ 500 nm.

La figure VII.10b montre la germination au cours de la simulation après un pas Monte Carlo. Rappelons qu'un pas Monte Carlo comprend plusieurs tirages aléatoires. Comme expliqué précédemment les germes sont distribués aléatoirement et leur nombre est calculé à partir de la taille finale des grains après complète recristallisation. Après un pas Monte Carlo, on note la présence de germes d'environ 500 nm contenant un joint $\Sigma 3\text{coh}$. Ceci est cohérent avec les observations expérimentales.

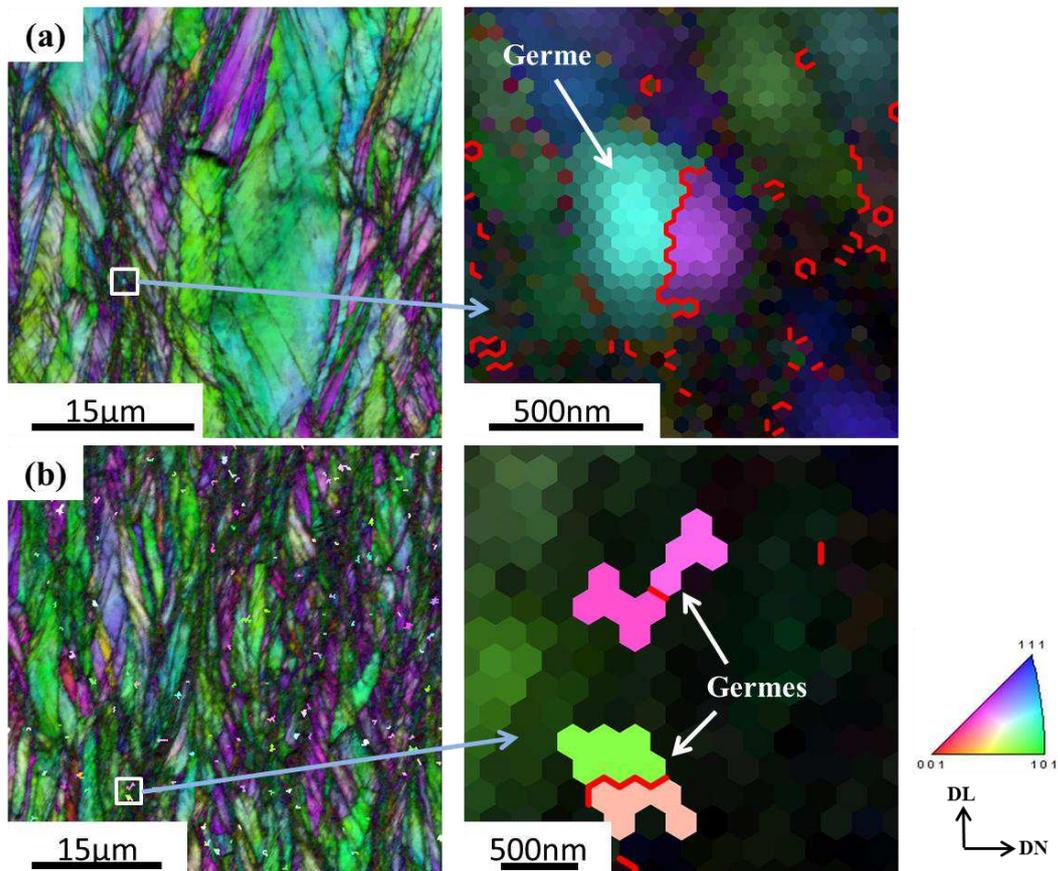


Figure VII.10 : Cartographies EBSD de la distribution des $\{hkl\} // \text{plan du laminage}$ superposée à celle des IQ. (a) Nuance EM721 déformée par LAF de 60% suivi d'un recuit de 1 mn à 900°C et (b) simulation après un pas Monte Carlo (les lignes rouges dans les germes sont les joints $\Sigma 3\text{coh}$).

Les résultats simulés sont donc en accord avec les observations expérimentales : la taille des nouveaux grains, la présence du premier joint de macle ainsi que sa longueur. Toutefois, il est important de noter que tous les germes se forment simultanément au début de la simulation (après un pas Monte Carlo), avec une distribution homogène dans la microstructure. Cette situation est différente de ce qui est observé expérimentalement. Cette différence est due à l'absence de la restauration dans la simulation.

VII.3.2 Cinétique de recristallisation

La figure VII.11 présente l'évolution de la fraction recristallisée en fonction du nombre de pas Monte Carlo. Le coefficient n de la loi JMAK vaut 2 ce qui correspond à la valeur théorique dans le cas d'une croissance en deux dimensions (chapitre V). Cette valeur est un peu plus grande que celles trouvées expérimentalement dans la littérature (chapitre V) et que celle trouvée pour le recuit à 700°C (rappelons que n est indépendant de la température [Kalu

et Waryoba, 2007]). Cela peut être dû à la distribution homogène des germes et à l'absence de la restauration dans la simulation.

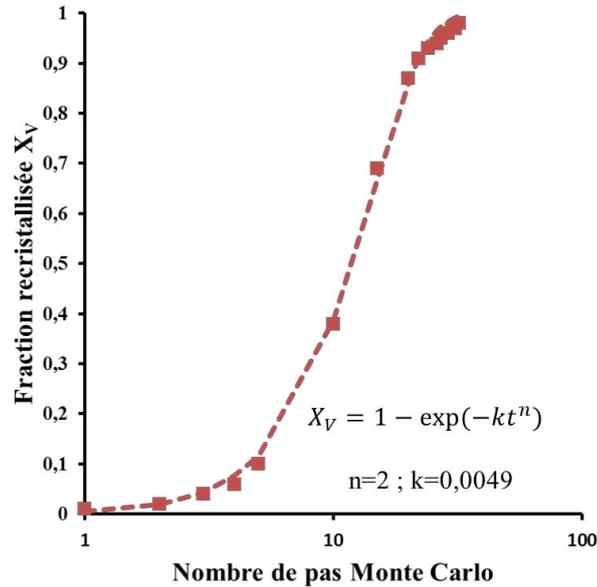


Figure VII.11 : Cinétique de recristallisation obtenue avec la simulation (fraction recristallisée en fonction du nombre de pas Monte Carlo).

k est égal à 0,0049. Cette valeur est beaucoup plus grande que la valeur expérimentale (de l'ordre de 10^{-5}) trouvée pour le recuit à 700°C (chapitre V), ce qui est logique, puisque la cinétique de recristallisation est beaucoup plus rapide à 900°C.

VII.3.3 Microstructure

Les microstructures expérimentale et simulée après complète recristallisation sont décrites sur la figure VII.12. Les grains sont coloriés (couleurs aléatoires) sans considérer les joints de macle. Nous pouvons observer que la forme et la taille des grains simulées sont proches de celles de la microstructure expérimentale.

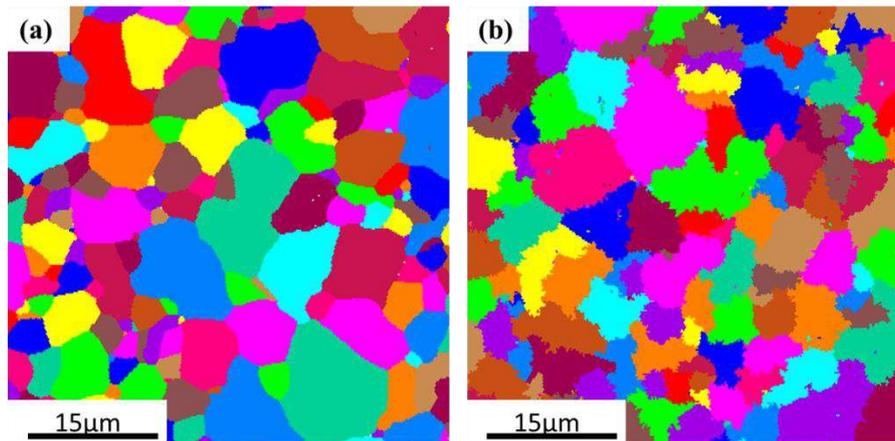


Figure VII.12 : Microstructures à l'état recristallisé (a) après le recuit à 900°C pendant 4 min et (b) après la simulation (les couleurs ne correspondent pas à l'orientation des grains, elles ne sont utilisées que pour distinguer les grains sans considérer les joints de macle).

Les fractions surfaciques des grains en fonction de leur taille sont montrées sur la figure VII.13. La taille moyenne de grains est de l'ordre de 6-7 µm pour les deux distributions (7,2 µm pour l'expérience et 6,3 µm pour la simulation). L'écart entre les maxima des deux distributions peut provenir de la croissance normale des grains qui n'est pas introduite dans la simulation. Pendant la simulation, quand deux grains recristallisés se rencontrent, la croissance d'un grain aux dépens de l'autre est interdite alors qu'expérimentalement cette croissance est possible. Les grains formés par croissance normale tendent alors à déplacer la courbe vers les plus fortes tailles de grains.

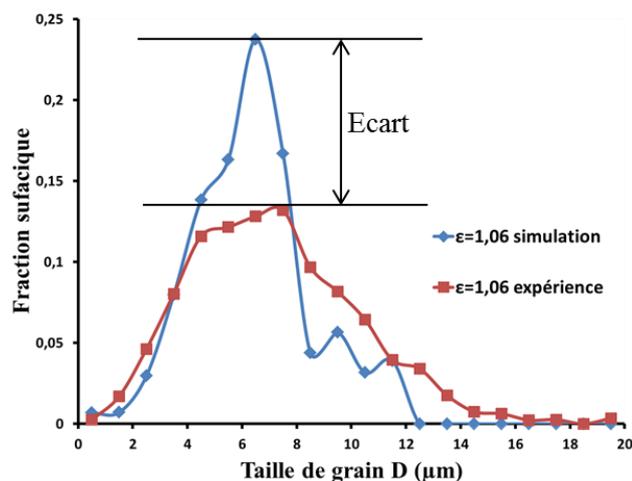


Figure VII.13 : Distributions de la taille de grains obtenues expérimentalement (analyse à partir d'une cartographie EBSD de 175µm x 500µm) et par simulation (analyse à partir d'une cartographie simulée de 50µm x 50µm).

Morphologie des joints de macles observée expérimentalement :

Les différentes morphologies possibles des macles et donc des joints de macles ont été présentées par Mahajan et al. (Figure VII.14) [Mahajan et al., 1997].

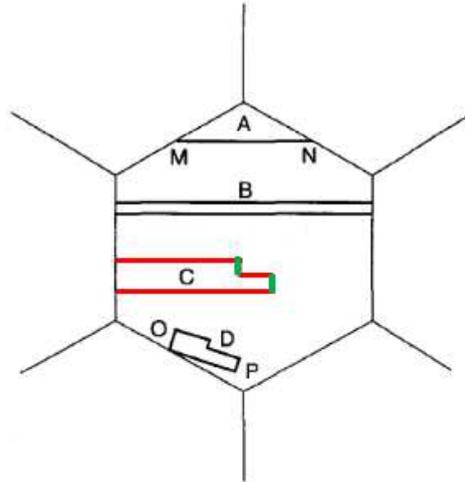


Figure VII.14 : Quatre morphologies différentes de macles et donc de joints de macle dans un grain [Mahajan et al., 1997].

La première morphologie est décrite par la macle A dans un « coin » du grain, à côté d'un point triple, avec un joint $\Sigma 3_{coh}$ (MN). La deuxième situation est décrite par la macle B qui traverse le grain et qui est formée par deux joints $\Sigma 3_{coh}$ parallèles. La troisième est décrite par la macle C qui ne traverse pas le grain mais, au contraire, s'arrête à l'intérieur du grain (ce type de morphologie est présenté sur les figures VI.1 et VI.2). Elle est formée par des joints $\Sigma 3_{coh}$ parallèles (lignes rouges) et des joints $\Sigma 3_{incoh}$ (lignes vertes). La dernière situation est décrite par la macle D qui est entièrement à l'intérieur d'un grain. Elle est considérée comme étant une trace (ou la projection) d'une macle dans le plan d'observation, parce que la formation d'une macle est toujours tri-dimensionnelle.

Dans la nuance EM721, nous avons aussi observé deux autres morphologies. La figure VII.15a montre un joint de macle qui contient deux joints $\Sigma 3_{coh}$ (lignes rouges) avec un décalage qui correspond à un joint $\Sigma 3_{incoh}$ (ligne verte). Cette situation est aussi présentée sur la figure VI.12c. Cela montre bien que le mécanisme de maclage est un accident qui se produit lors de la croissance du grain. La dernière morphologie trouvée (Figure VII.15b) consiste en la présence de joints $\Sigma 3_{coh}$ qui forment un joint $\Sigma 9$ (ligne bleue). Cette situation a déjà été discutée dans le chapitre V (Figures V.21c et V.22).

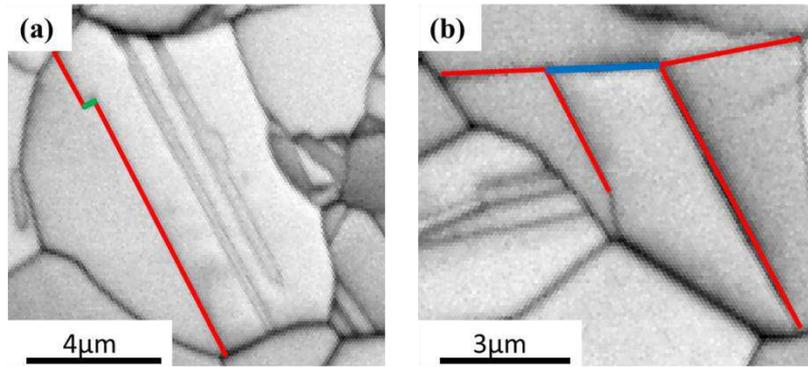


Figure VII.15 : Deux autres morphologies de joints de macle observées par EBSD dans un échantillon EM721 après 60% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min (les lignes rouges, vertes et bleues correspondent respectivement à des joints $\Sigma 3_{coh}$, $\Sigma 3_{incoh}$ et $\Sigma 9$).

Morphologie des joints de macle observée pendant la simulation :

Toutes les morphologies des joints de macles, observées expérimentalement, ont été reproduites lors de la simulation (Figure VII.16 : les couleurs ne montrent pas l'orientation des grains, elles ne sont utilisées que pour distinguer les grains et les macles).

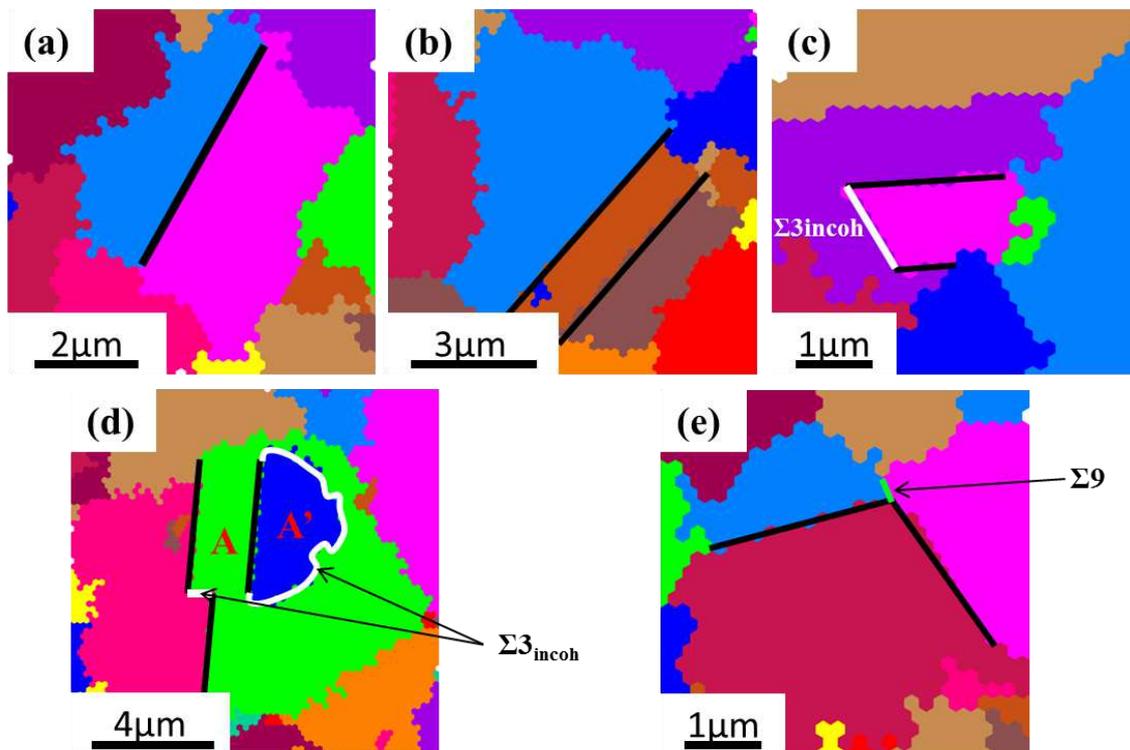


Figure VII.16 : (a)-(e) Différentes morphologies de joints de macle obtenues par simulation (les couleurs ne montrent pas l'orientation des grains, elles ne sont utilisées que pour distinguer les grains et les macles). Les lignes noires, blanches et vertes correspondent respectivement aux joints $\Sigma 3_{coh}$, $\Sigma 3_{incoh}$ et $\Sigma 9$).

Les figures VII.16a-c présentent les trois premières situations correspondant à celles montrées sur la figure VII.14. Les figures VII.16d-e montrent les deux autres morphologies obtenues par simulation et qui correspondent à celles présentées sur la figure VII.15.

De plus, la figure VII.16d présente une macle (zone bleue semi-circulaire). Elle est entourée par un joint $\Sigma 3$ coh (ligne noire) et un joint $\Sigma 3$ incoh (ligne blanche). Cette situation pourrait correspondre à la macle D présentée sur la figure VII.11. Toutefois, son existence viendrait d'un maclage en trois dimensions alors que la simulation n'est faite qu'en deux dimensions. Il s'agit donc d'une reproduction non physique de la macle D. En effet, le grain vert (A) macle et forme le grain bleu (A'). Toutefois, au cours de la croissance, le grain A a la possibilité de contourner le grain A' et de former ainsi un joint $\Sigma 3$ incoh. Expérimentalement, comme le joint $\Sigma 3$ incoh est mobile, il pourrait donc migrer. Au contraire, dans la simulation, comme la mobilité des joints $\Sigma 3$ incoh est supposée nulle, la structure est figée.

Dans la simulation, seule la formation des joints $\Sigma 3$ coh est introduite. Cependant, des joints $\Sigma 3$ incoh sont quand même formés (Figures VII.16c-d). Ce résultat permet donc de montrer que la formation des joints $\Sigma 3$ incoh dépend de celle des joints $\Sigma 3$ coh, comme cela a déjà été expliqué dans le chapitre VI (Figure VI.12c).

VII.3.4 Evolution de maclage

L'évolution du nombre N de joints $\Sigma 3$ par grain (incluant les joints $\Sigma 3$ coh et $\Sigma 3$ incoh) en fonction de la taille de grains D est décrite sur la figure VII.17 à la fois pour l'expérience et la simulation.

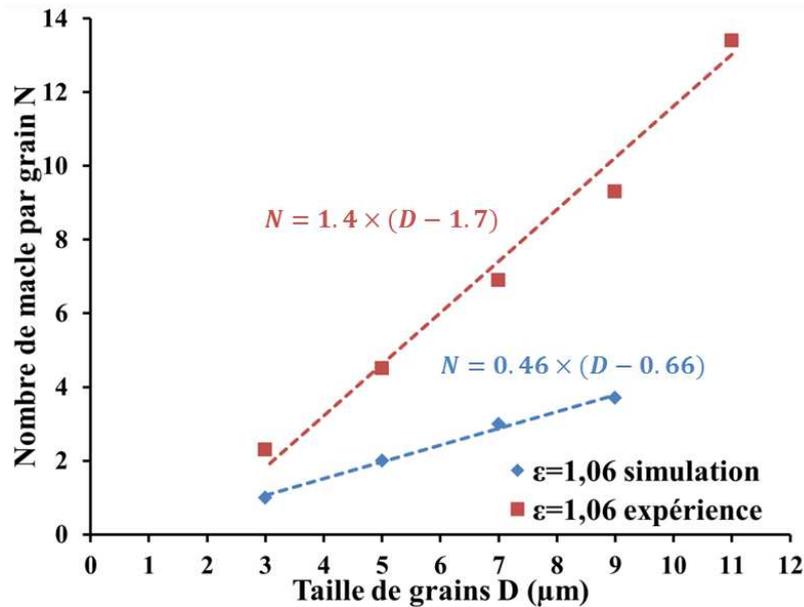


Figure VII.17 : Comparaison Simulation-Expérience de l'évolution du nombre de joints de macle $\Sigma 3$ ($\Sigma 3_{coh}$ et $\Sigma 3_{incoh}$) par grain en fonction de la taille de grains (la droite rouge correspond aux résultats expérimentaux obtenus pour la nuance EM721 après 60% de LAF suivi d'un recuit à 900°C pendant 4min et la droite bleue, à la simulation).

Nous pouvons observer que l'évolution de N en fonction de D est linéaire expérimentalement et après simulation. Cependant, la taille critique et la pente de la droite simulée sont plus faibles que celles obtenues expérimentalement. Cette différence de tailles critiques peut être expliquée par deux effets. D'une part, le pas d'acquisition (100 nm) en EBSD tend à surestimer la taille critique expérimentale (1,7 μm). D'autre part, dans la simulation, l'introduction du maclage pendant la germination (chapitre VII.2.2.2) qui est indépendant de la taille de grains (Equation VII.14) permet de diminuer cette taille critique (660 nm, en MET la taille a été estimée à environ quelques centaines de nanomètres).

En ce qui concerne la différence de pentes, deux explications peuvent être avancées.

Première explication :

Expérimentalement, le nombre de joints de macle N est affecté à une valeur moyenne de la taille des grains autour de D. Par conséquent, dans ce domaine autour de D, le nombre de joints de macles peut être supérieur ou inférieur à cette valeur moyenne N. Dans ces conditions, on peut supposer qu'il existe une courbe maximale et une courbe minimale qui permettent d'encadrer la courbe moyenne (Figure VII.18a).

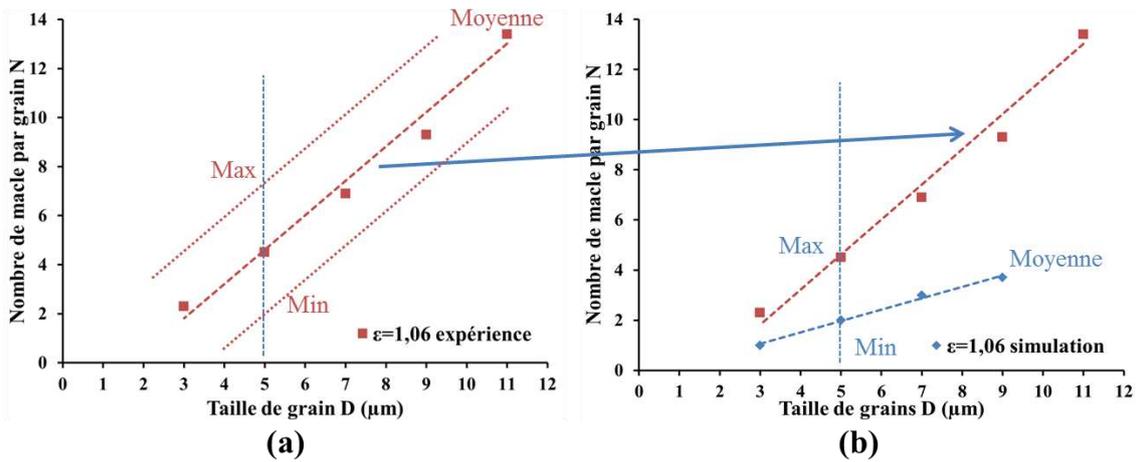


Figure VII.18 : (a) Evolutions minimale, moyenne et maximale du nombre de macles en fonction de la taille de grains obtenues expérimentalement. (b) Evolution moyenne expérimentale (maximale ou critique pour la simulation) comparée à la cinétique moyenne simulée.

Cependant, dans la simulation, cette évolution moyenne (N en fonction de D) est introduite comme étant la cinétique maximale (condition critique). Ainsi, l'évolution moyenne est plus lente que celle observée expérimentalement (Figure VII.18b). Pour améliorer la simulation, il faudrait ajuster la pente maximale.

Seconde explication :

De plus, dans la simulation, il existe une autre condition critique, puisqu'il faut qu'un axe $\langle 111 \rangle$ du cristal soit proche de la direction de croissance (le maclage dépend de la direction de croissance des grains). Cette condition tend donc à diminuer la possibilité de macler.

Par ailleurs, on peut supposer que la direction de croissance du grain dépend du maclage plutôt que l'inverse, ce qui augmenterait la possibilité de macler. En effet, dans notre simulation (Figure VII.19a), on connaît la direction de croissance, mais on ne trouve pas forcément un axe $\langle 111 \rangle$ (avec une dispersion) parallèle à cette direction. Au contraire, dans l'autre cas, on trouvera toujours un axe $\langle 111 \rangle$ (avec une dispersion) perpendiculaire à l'un des 6 côtés du pixel (Figure VII.19b), permettant ainsi le maclage.

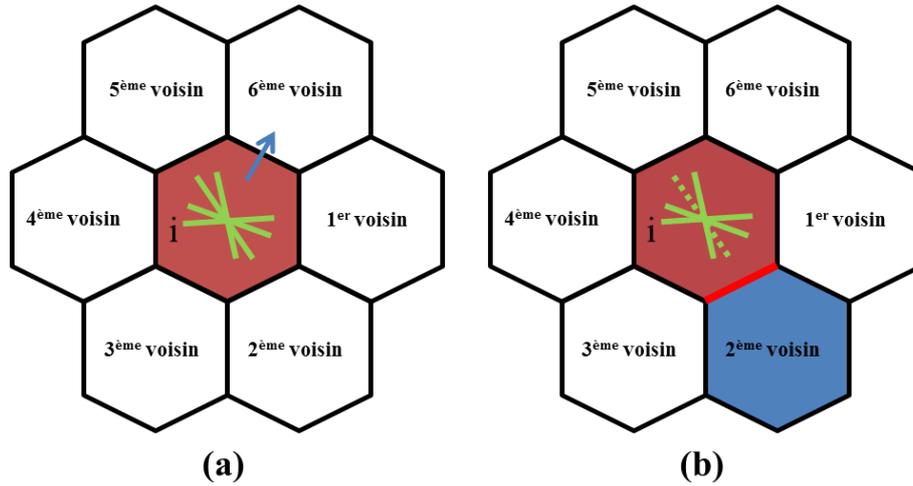


Figure VII.19 : (a) Le maclage dépend de la direction de croissance des grains. Si la direction de croissance (ligne bleue) est dirigée vers le 6^{ème} voisin, un axe $\langle 111 \rangle$ (lignes vertes) parallèle (avec une dispersion) à cette direction de croissance n'est pas trouvé. (b) Au contraire, si l'axe de maclage est privilégié, il est facile de trouver un axe $\langle 111 \rangle$ (ligne verte en pointillées) qui est perpendiculaire à l'un des 6 côtés du pixel (avec une dispersion), pour macler (la ligne rouge est un joint de macle $\Sigma 3\text{coh}$).

A notre sens, le premier cas est physiquement plus approprié à la recristallisation primaire, même s'il y a probablement, à un certain moment, une compétition entre les deux modèles lorsque le gradient d'énergie stockée diminue.

VII.3.5 Texture de recristallisation

La texture de recristallisation, après simulation, est décrite sur la figure VII.20 (coupe de l'ODF à $\varphi_2=0^\circ$) et est comparée à la même coupe de l'ODF expérimentale. La simulation rend bien compte de la formation de la fibre partielle $\{011\}$. On note cependant quelques différences, notamment en termes d'acuité de la texture (surtout pour la composante B).

Cela est dû à la cartographie initiale utilisée pour la simulation. En effet, elle présente une texture qui contient beaucoup plus de composante B que de composante G (Figure VII.20c). Par conséquent, la composante B se développe majoritairement pendant la recristallisation et sa fraction est donc élevée après la simulation (Figure VII.20d). Au contraire, expérimentalement, l'état déformé de la nuance EM721 après 60% de LAF contient presque autant de composantes B et G (Figure VII.20a). Pendant la recristallisation, les deux composantes peuvent donc se développer simultanément et leur fraction varie peu après complète recristallisation (Figure VII.20b).

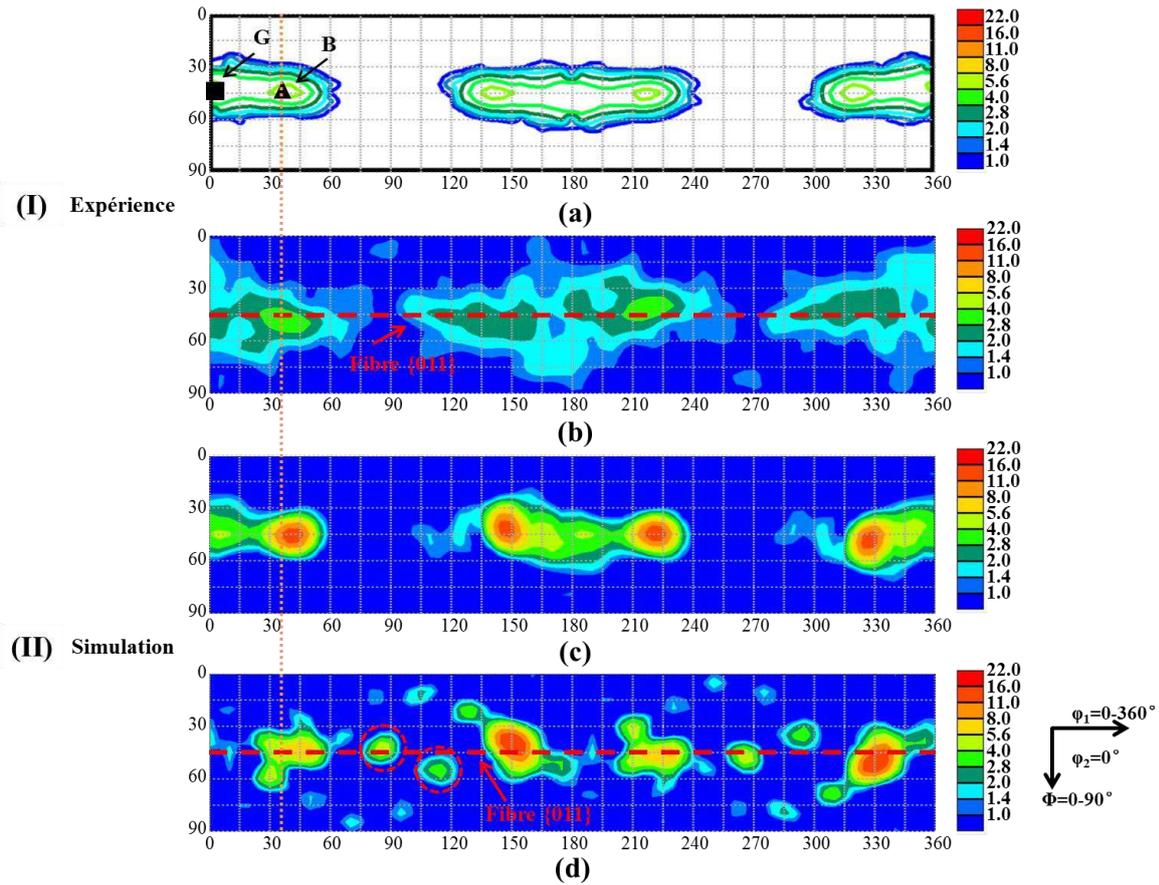


Figure VII.20 : (I) Expérience : (a) Nuance EM721 laminée à froid de 60% (diffraction des neutrons) et (b) nuance EM721 laminée à froid de 60% et recuite à 900°C pendant 4min (analyse EBSD d'une zone de 350µm x 150µm). (II) Simulation : (c) Nuance EM721 laminée à froid de 60% (état initial pour la simulation) (analyse EBSD d'une zone 50µm x 50µm) et (d) état recristallisé (état final de la simulation). Les lignes rouges indiquent la fibre {011} et la ligne orange verticale montre la position de la composante B.

De plus, expérimentalement, la fibre {011} a commencé de se former (dispersion des pôles selon la ligne rouge) (Figure VII.20b). Après simulation, cette dispersion est reproduite via l'apparition de deux nouvelles composantes (cercles rouges) qui sont formées par maillage (Figure VII.20d). Comme expliqué dans le chapitre V, le maillage est un mécanisme important pour la formation de cette fibre {011}.

VII.4 Conclusion

Dans cette partie, le maillage de recuit est simulé pendant la recristallisation primaire. La germination et la cinétique de recristallisation sont bien simulées. La simulation permet aussi de reproduire toutes les morphologies de joints (incluant les joints $\Sigma 3$ coh et $\Sigma 3$ incoh) observées expérimentalement. Elle permet d'expliquer que des joints $\Sigma 3$ incoh peuvent se

développer indirectement suite à la formation de joints $\Sigma 3$ coh.

La taille de grains critique simulée, permettant le maclage, est en accord avec celle estimée par MET. Cependant, l'évolution simulée du nombre de joints $\Sigma 3$ par grain en fonction de la taille de grains est plus lente que celle trouvée expérimentalement. Cette différence peut notamment être expliquée par une mauvaise prise en compte des paramètres expérimentaux (choix de la droite N en fonction de D).

Enfin, la simulation de la recristallisation conduit à la formation d'une fibre partielle $\{011\}$ comme vérifié expérimentalement.

Conclusions

Les travaux sur l'homogénéisation, la déformation, la recristallisation et la simulation du maillage ont été réalisés sur deux nouveaux alliages à base de Ni avec précipités de W (nuance EM722) et sans précipités de W (nuance EM721).

Homogénéisation :

Dans un premier temps, comme la microstructure des matériaux initiaux était hétérogène, une étude sur l'optimisation de la microstructure a été réalisée. Une déformation moyenne (LAF de 50% ou de 70%), suivie d'un traitement thermique, ne favorise pas l'homogénéisation de la microstructure après recristallisation. Au contraire, une forte déformation par laminage à froid (réduction de 90%) suivie d'un recuit à 900°C pendant 3h le permet. Ce processus thermomécanique conduit à un état de référence avec une microstructure homogène et une texture relativement isotrope pour les deux nuances. Dans ces conditions, la taille de grains est de l'ordre de 17 μm pour la nuance EM721 et de 8 μm pour la nuance EM722.

Déformation :

A partir des états de référence, une étude de l'évolution de la texture au cours du laminage a été réalisée par diffraction des neutrons pour différents taux de réduction. Cette évolution est similaire pour les deux nuances. Après LAF de 80%, un renforcement de la texture de type Laiton est observé pour les deux nuances. Cette texture est présente dans les matériaux CFC à faible ou moyenne énergie de défauts d'empilement γ_{EDE} . Les mécanismes de déformation ont été étudiés par MET et EBSD. Nous avons trouvé que le début de la déformation (LAF de 20%) correspond au glissement des dislocations qui favorise le développement de la texture de type Cuivre. Puis, lorsque la déformation est moyenne (LAF de 40%), le maillage mécanique devient le mécanisme le plus important. La texture des deux nuances devient alors moins accusée. En augmentant la déformation (LAF de 60% et de 80%), la formation de bandes de cisaillement domine. Celles-ci permettent de tourner les cristaux

autour de la direction transverse DT de l'échantillon et sont supposées être à l'origine de la formation des composantes de Goss.

Recristallisation :

Après la déformation, la cinétique de recristallisation a été décrite à l'aide de l'équation de JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov). Pour le recuit à 700°C, l'exposant n est compris entre 1 et 2 pour les deux matériaux. Cependant, la cinétique de recristallisation est plus lente pour la nuance EM721 que pour la nuance EM722 qui possède des précipités de W. Pour les traitements thermiques à 900°C, la recristallisation est très rapide dans les deux matériaux et elle est presque finie après 4 min de recuit, quelle que soit la déformation (sauf pour la nuance EM721 après LAF de 20%).

Les mécanismes de recristallisation ont été étudiés en microscopie électronique en transmission. Le mécanisme de SIBM (Strain Induced grain Boundary Migration) a été identifié pour les deux alliages. Pour celui possédant des précipités (EM722), le mécanisme de PSN (Particle Stimulated Nucleation) a également été observé, ce qui permet d'expliquer pourquoi la nuance EM722 présente les cinétiques de recristallisation les plus rapides. De plus, nous avons observé que le maclage se développe quel que soit le mécanisme de recristallisation (SIBM ou PSN). Lorsque les germes sont formés, ils maclent très rapidement. Ce mécanisme de maclage a une forte influence sur l'évolution de la texture de recristallisation et il permet de former la fibre $\{011\}$.

Maclage :

La recristallisation est très rapide à 900°C, donc la restauration est supposée négligeable. Cela nous a permis de faire une étude complémentaire sur l'évolution du maclage au cours de la recristallisation primaire. Il apparaît ainsi que la formation des joints $\Sigma 3$ coh dépend de la direction de croissance des grains (ou de la direction de migration des joints de grains). De plus, le maclage dépend également de la taille des grains et de l'énergie stockée induite par la déformation. Plus la taille de grains est grande et/ou plus l'énergie stockée est grande, plus le maclage est possible.

Simulation :

Finalemment, une simulation de type Monte Carlo a également été développée pour reproduire la recristallisation primaire. Elle prend en compte le maclage et donc la formation de joints de macles cohérents et rectilignes. La cinétique de recristallisation, la morphologie des joints de macles ainsi que l'influence de la taille de grains sur le maclage sont bien simulés. En revanche, en ce qui concerne le nombre de macles par grains, il existe encore un écart entre la simulation et l'expérience. Cette différence peut être expliquée soit par une mauvaise prise en compte des paramètres expérimentaux (choix de la pente de la droite N fonction de D), soit par un manque de connaissances fines sur le mécanisme de maclage (la direction de croissance pourrait dépendre de la direction de maclage et non l'inverse).

Perspectives

Suite à ces travaux, il conviendrait de poursuivre certaines analyses pour mieux appréhender les mécanismes mis en jeu notamment lors de la déformation et du maclage. Par ailleurs, la simulation pourrait être améliorée.

Déformation :

Il serait intéressant de poursuivre la caractérisation microstructurale par MET et par EBSD (avec une meilleure résolution) dans le plan transverse (DL-DN). Il s'agirait notamment d'étudier en détails les bandes de cisaillement ainsi que la zone de transition entre la zone maclée et la bande de cisaillement (réorientation des joints de macles vers la direction des bandes de cisaillement).

Maclage :

Tout d'abord, comme la taille de grains de la nuance EM722 est très petite ($<4,5 \mu\text{m}$), l'influence de l'énergie stockée sur la formation des macles n'a pas pu être observée. Il faudrait donc compléter les analyses EBSD (avec un pas d'acquisition $< 100\text{nm}$) pour observer les micro-macles présentes dans les petits grains.

Ensuite, nous avons montré que la formation des macles dépend de la force motrice nécessaire à la migration des joints. Cette force motrice est identique pour le PSN et le SIBM. Elle ne dépend que du gradient d'énergie stockée entre les grains. La différence essentielle entre les mécanismes de PSN et de SIBM est la nature du site de germination. Cependant, la présence de précipités peut aussi avoir un effet retardateur sur la recristallisation en bloquant la migration des joints (diminution de la force motrice par l'effet Zener). Par conséquent, pour la nuance EM722, nous pourrions introduire l'effet Zener dans le calcul du nombre de joints de macle en fonction de l'énergie stockée, de l'énergie des joints et de la taille de grains ($N = (AE + B)(D - 4\gamma_g / E)$).

Simulation :

La simulation présentée dans le chapitre VII ne prend pas en compte la restauration. Il

serait donc important de l'introduire pour mieux simuler la germination progressive.

Par ailleurs, tous les joints $\Sigma 3$ ($\Sigma 3_{\text{coh}}$ et $\Sigma 3_{\text{incoh}}$) sont supposés posséder une énergie et une mobilité nulles. Or, cette hypothèse est fautive pour les joints $\Sigma 3_{\text{incoh}}$. Par conséquent, il conviendrait de modifier la simulation pour introduire des valeurs non nulles pour les joints de macles incohérents.

Enfin, nous avons trouvé qu'il existe un écart entre la simulation et l'expérience en termes de nombre de macles par grains. Cela montre, qu'avec la simulation, la possibilité de former des macles est plus faible qu'expérimentalement. Cette différence peut venir d'une mauvaise prise en compte des paramètres expérimentaux (choix de la droite N en fonction de D). Il faut donc essayer d'ajuster ces paramètres. Elle peut aussi être liée à la condition introduite dans la simulation pour développer le maillage. Cette condition suppose que la direction de maillage doit être parallèle à celle de la croissance du grain. Cependant, l'inverse est également possible, c'est-à-dire que la direction de croissance peut dépendre de celle du maillage. Il faudrait donc pouvoir répondre à cette question fondamentale : la formation des macles dépend-elle de la direction de croissance des grains ou la direction de croissance des grains dépend-elle de la formation des macles ou encore les deux phénomènes interagissent-ils simultanément ? Pour mieux comprendre ces mécanismes, des analyses in-situ en température dans le MEB pourraient être nécessaires.

Références :

[Amouyal, Y ; Rabkin, E ; Mishin Y]

Correlation between grain boundary energy and geometry in Ni-rich NiAl, *Acta Mater*, 53 (2005) 3795-3805.

[Avrami, M]

Kinetics of Phase Change: I General Theory, *J Chem Phys*, 7 (1939) 1103-1112.

[Bailey, J.E ; Hirsch, P.B]

The recrystallization process in some polycrystalline metals, *Proc. R. Soc. Lond. A*, 267 (1962) 11-30.

[Bate, P ; Hutchinson,B]

A re-evaluation of the mechanism of SIBM, *Scripta Mater*, 36 (1997) 195-198.

[Baudin, T]

Analyse EBSD – Principe et cartographies d'orientation, *Techniques de l'ingénieur*, Paris (2013).

[Baudin, T ; Etter, A.L ; Gerber, P ; Samet-Meziou, A ; Penelle, R ; Rey, C]

Influence of thermo-mechanical treatments on the stored energy simulated by FEM for two low carbon steels, *Mater Sci Forum*, 495-497 (2005) 1291-1296.

[Baudin, T ; Etter, A.L ; Penelle, R]

Annealing twin formation and recrystallization study of cold-drawn copper wires from EBSD measurements, *Mater Charact*, 58 (2007) 947-952.

[Baudin, T ; Julliard, F ; Penelle, R]

Développement de la texture de recristallisation par maillage multiple dans l'INVAR (Fe-36%Ni), *Revue de Métallurgie*, 100 (2003) 193-202.

[Beck, P.A ; Sperry, P.R]

Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum, *J Appl Phys*, 21 (1950) 150-152.

[Beyerlein, I.J ; Mara, N.A ; Bhattacharyya, D ; Alexander, D.J ; Necker, C.T]

Texture evolution via combined slip and deformation twinning in rolled silver-copper cast eutectic nanocomposite, *Int J Plasticity*, 27 (2011) 121-146.

[Bhattacharjee, P.P ; Ray, R.K ; Tsuji, N]

Cold rolling and recrystallization textures of a Ni-5 at.% W alloy, *Acta Mater*, 57 (2009) 2166-2179.

[Bhattacharjee, P.P ; Ray, R.K ; Upadhyaya, A]

Development of cube texture in pure Ni, Ni-W and Ni-Mo alloys prepared by the powder metallurgy route, *Scripta Mater*, 53 (2005) 1477-1481.

[Biermann, H ; Ungár, T ; Pfannenmüller, T ; Hoffmann, G ; Borbély, A ; Mughrabi, H]

Local variations of lattice parameter and long-range internal stresses during cyclic deformation of polycrystalline copper, *Acta Metall and Mater*, 41 (1993) 2743–2753.

[Bozzolo, N ; Souai, N ; Logé, R.E]

Evolution of microstructure and twin density during thermomechanical processing in a γ - γ' nickel-based superalloy, *Acta Mater*, 60 (2012) 5056-5066.

[Bracke, L ; Verbeken, K ; Kestens, L ; Penning, J]

Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel, *Acta Mater*, 57 (2009) 1512-1524.

[Brewer, L.N ; Field, D.P ; Merriman, C.C]

Mapping and assessing plastic deformation using EBSD, In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* (Schwartz, A.J ; Kumar, M ; Adams, B.L ; Field, D.P), New York: Springer (2009) 251-262.

[Bringa, E.M ; Farkas, D ; Caro, A ; Wang, Y.M ; McNaney, J ; Smith, R]

Fivefold twin formation during annealing of nanocrystalline Cu, *Scripta Mater*, 59 (2008) 1267-1270.

[Byrne, J.G]

Recovery, recrystallization and grain growth, New York: The MC Millan Company (1965).

[Bystrzycki, J ; Kurzydłowski, K.J ; Przetakiewicz, W]

On the geometry of twin boundaries and their contribution to the strengthening and recovery of fcc polycrystals, *Mat Sci Eng A*, 225 (1997) 188-195.

[Cahoon, J.R ; Li, Q.Y ; Richards, N.L]

Microstructural and processing factors influencing the formation of annealing twins, *Mat Sci Eng A*, 526 (2009) 56-61.

[Carpenter, H.C.H ; Tamara, S]

The formation of twinned metallic crystals, *Proc. R. Soc. Lond. A*, 113 (1926) 161-182.

[Christian, J.W]

The theory of transformations in metals and alloys: Advanced Textbook in Physical Metallurgy, (2nd ed.), Oxford: Pergamon Press (1975).

[Chun, Y.B ; Semiatin, S.L ; Hwang, S.K]

Monte Carlo modeling of microstructure evolution during the static recrystallization of cold-rolled, commercial-purity titanium, *Acta Mater*, 54 (2006) 3673-3689.

[Clefs CEA]

Les réacteurs à haute température : un passé récent et un futur proche, *Clefs CEA*, N°55 (2007).

[Cury, R]

Etude métallurgique des alliages Ni - W et Ni - W - Cr : relation entre ordre à courte distance et durcissement, Phd, Université Paris-XII, Val - de - Marne (2007).

[Delannay, L ; Mishin, O.V ; Jensen, D.J ; Houtte, P.V]

Quantitative analysis of grain subdivision in cold rolled aluminum, *Acta Mater*, 49 (2001) 2441-2451.

[Delannay, L ; Kalidindi, S.R ; Houtte, P.V]

Quantitative prediction of textures in aluminium cold rolled to moderate strains, *Mat Sci Eng A*, 336 (2002) 233-224.

[Dillamore, I.L ; Morris, P.L ; Smith, C.J.E ; Hutchinson, W.B]

Transition bands and recrystallization in metals, *Proc. R. Soc. Lond. A*, 329 (1972) 405-420.

[Dillamore, I.L ; Roberts, W.T]

Rolling textures in f.c.c. and b.c.c metals, *Acta Metall*, 12 (1964) 281-293.

[Dillamore, I.L ; Smith, C.J.E ; Watson, T.W]

Oriented nucleation in the formation of annealing textures in iron, *Metal Science*, 1 (1967) 49-54.

[Donadille, C ; Valle, R ; Dervin, P ; Penelle, R]

Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of f.c.c. alloys: example of an austenitic steel, *Acta Metall*, 37 (1989) 1547-1571.

[Duckham, A ; Knutsen, R.D ; Engler, O]

Influence of deformation variables on the formation of copper-type shear bands in Al - 1Mg, *Acta Mater*, 49 (2001) 2739-2749.

[Duggan, B.J ; Hatherly, M ; Hutchinson, W.B ; Wakefield, P.T]

Deformation structures and textures in cold-rolled 70:30 brass, *Met Sci*, 12 (1978) 343-351.

[Dupont, J.N ; Lippold, J.C ; Kiser, S.D]

Welding metallurgy and weldability of Ni-base alloys, Hoboken: Wiley (2009).

[Eastwood, L.W ; Bousu, A.E ; Eddy, C.T]

Recrystallization and grain growth in cold-worked polycrystalline metal, *Trans. Metall. Soc A.I.M.E*, 117 (1935) 246-264.

[Engler, O ; Randle, V]

Introduction to texture analysis, macrotexture, microtexture and orientation mapping (2nd ed.), Boca Raton: CRC press (2010).

[Etter, A.L ; Mathon, M.H ; Baudin, T ; Branger, V ; Penelle, R]

Influence of the cold rolled reduction on the stored energy and the recrystallization texture in a Fe-53%Ni alloy, *Scripta Mater*, 46 (2002) 311-317.

[Fang, X.Y ; Zhang, K ; Guo, H ; Wang, W.G ; Zhou, B.X]

Twin-induced grain boundary engineering in 304 stainless steel, *Mat Sci Eng A*, 487 (2008) 7-13.

[Field, D.P ; Bradford, L.T ; Nowell, M.M ; Lillo, T.M]

The role of annealing twins during recrystallization of Cu, *Acta Mater*, 55 (2007) 4233-4241.

[Fullman, R.L ; Fisher, J.C]

Formation of annealing twins during grain growth, *J App lPhys*, 22 (1951) 1350-1354.

[Gao, H ; Huang, Y ; Nix, W.D ; Hutchinson, J.W]

Mechanism-based strain gradient plasticity - I. Theory, *J Mech Phys Solids*, 47 (1999) 1239-1263.

[Gerber, P ; Baudin, T ; Jakani, S ; Mathon, M.H ; Bacroix, B]

Estimation of stored energy distribution from EBSD measurements, *Mater Sci Forum*, 467-470 (2004) 51-56.

[Gleiter, H]

The formation of annealing twins, *Acta Metall*, 17 (1969) 1421-1428.

[Gottstein, G]

Annealing texture development by multiple twinning in F.C.C. crystals, *Acta Mater*, 32 (1984) 1117-1138.

[Helbert, A.L ; Wang, W ; Brisset, F ; Baudin, T ; Penelle, R]

In situ EBSD investigation of recrystallization in a partially annealed and cold-rolled aluminum alloy of commercial purity, *Adv Eng Mater*, 14 (2012) 39-44.

[Higginson, R ; Bate, P]

Substructure drag effects and recrystallization textures in aluminium, *Acta Mater*, 47 (1999) 1079-1090.

[Hjelen, J ; Ørsund, R ; Nes, E]

On the origin of recrystallization textures in aluminium, *Acta Metall Mater*, 39 (1991) 1377-1404.

[Holm, E.A ; Olmsted, D.L ; Foiles, S.M]

Comparing grain boundary energies in face-centered cubic metals: Al, Au, Cu and Ni, *Acta Mater*, 63, (2010), 905-908.

[Hu, C.L ; Xia, S ; Li, H ; Liu, T.G ; Zhou, B.X ; Chen, W.J ; Wang, N]

Improving the intergranular corrosion resistance of 304 stainless steel by grain boundary network control, *Corros Sci*, 53 (2011) 1880-1886.

[Hu, H ; Cline, R.S]

Temperature dependence of rolling textures in high-purity silver, *J Appl Phys*, 32 (1961) 760-763.

[Hu, H ; Goodman, S.R]

Texture transition in copper, *Trans. Metall. Soc A.I.M.E*, 227 (1963) 627-639.

[Hu, H ; Sperry, P.R ; Beck, P.A]

Rolling textures in face-centered cubic metals, *J Metals*, 4 (1952) 76-81.

[Hull, D]

Effect of grain size and temperature on slip, twinning and fracture in 3% silicon iron, *Acta Metall*, 9 (1961) 191-204.

[Humphreys, F.J]

The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium, *Acta Mater*, 25 (1977) 1323-1344.

[Humphreys, F.J]

Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel, *Scripta Mater*, 43 (2000) 591-596.

[Humphreys, F.J ; Hatherly, M]

Recrystallization and Related Annealing Phenomena (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).

[Humphreys, F.J ; Stewart, A.T]

Dislocation generation at SiO₂ particles in an α -Brass matrix on plastic deformation, *Surf Sci*, 31 (1972) 389-421.

[Hutchinson, B ; Jonsson, S ; Ryde, L]

On the kinetics of recrystallisation in cold worked metals, *Scripta Metall*, 23 (1989) 671-676.

[Jin, Y ; Bernacki, M ; Rohrer, G.S ; Rollett, A.D ; Lin, B ; Bozzolo, N]

Formation of annealing twins during recrystallization and grain growth in 304L austenitic stainless steel, Mater Sci Forum, 753 (2013) 113-116.

[Johnson, W.R ; Barrett, C.R ; Nix, W.D]

The high-temperature creep behavior of Nickel-rich Ni-W solid solutions, Metall Trans, 3 (1972) 963-969.

[Julliard, F]

Etude des mécanismes de recristallisation dans l'Invar, alliage Fe-36%Ni, Phd, Université Paris Sud, Orsay (2001).

[Kalu, P.N ; Waryoba, D.R]

A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure, Mat Sci Eng A, 464 (2007) 68-75.

[Kamijo, T ; Sekine, K]

On the mechanism of texture transition in fcc metals, Metall Trans, 1 (1970) 1287-1292.

[Karaman, I ; Sehitoglu, H ; Gall, K ; Chumlyakov, Y.I ; Maier , H.J]

Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip, Acta Mater, 48 (2000) 1345-1359.

[Kazeminezhad, M]

On the modeling of the static recrystallization considering the initial grain size effects, Mat Sci Eng A, 486 (2008) 202-207.

[King, W.E ; Schwartz, A.J]

Toward optimization of the grain boundary character distribution in OFE copper, Scripta Mater, 38 (1998) 449-455.

[Kröner, E]

Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls, Zeitschrift für Physik, 151 (1958) 504-518.

[Kubin, L.P ; Mortensen, A]

Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues, Scripta Mater, 48 (2003) 119-125.

[Kumar, M ; Schwartz, A.J ; King, W.E]

Microstructural evolution during grain boundary engineering of low to medium stacking fault energy fcc materials, Acta Mater, 50 (2002) 2599-2612.

[Landau, D.P ; Binder, K]

A guide to Monte-Carlo simulation in statistical physics (3rd ed.), New York: Cambridge (2009).

[Leffers, T]

Deformation rate dependence of rolling texture in brass containing 5% zinc, Scripta Metall, 2 (1968) 447-452.

[Leffers, T ; Bilde-Sørensen, J]

Intra- and intergranular heterogeneities in the plastic deformation of brass during rolling, Acta Metall & Mater, 38 (1990) 1917-1926.

[Leffers, T ; Kayworth, P]

Twinning and texture, In Proceedings ICOTOM 3, Paris: Société Française de Métallurgie, (1973) 149-171.

[Leffers, T ; Ray, R.K]

The brass-type texture and its deviation from the copper-type texture, Prog Mater Sci, 54 (2009) 351-396.

[Leslie, W.C ; Michalak, J.T ; Aul, F.W]

The annealing of cold-worked iron, In Iron and its dilute solid solution (C.W. Spencer and F.E. Werner), New York: Interscience (1963), 103-119.

[Li, Q.Y ; Cahoon, J.R ; Richards, N.L]

Effects of thermo-mechanical processing parameters on the special boundary configurations of commercially pure nickel, Mat Sci Eng A, 527 (2009) 263-271.

[Li, X.L ; Liu, W ; Godfrey, A ; Jensen, D.J ; Liu, Q]

Development of the cube texture at low annealing temperatures in highly rolled pure nickel, Acta Mater, 55 (2007) 3531-3540.

[Liu, Q ; Jensen, D.J ; Hansen, N]

Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium, Acta Mater, 46 (1998) 5819-5838.

[Liu, Q ; Huang, X ; Lloyd, D.J ; Hansen, N]

Microstructure and strength of commercial purity aluminium (AA 1200) cold rolled to large strains, Acta Mater, 50 (2002) 3789-3802.

[Mahajan, S ; Pande, C.S ; Imam, M.A ; Rath, B.B]

Formation of annealing twins in fcc crystals, Acta Mater, 45 (1997) 2633-2638.

[Meyers, M.A ; Murr, L.E]

A model for the formation of annealing twins in fcc metals and alloys, *Acta Metall*, 26 (1978) 951-962.

[Murr, L.E]

Interfacial phenomena in metals and alloys, Addison-Wesley (1975).

[Nast, R ; Obst, B ; Goldacker, W]

Cube-textured nickel and Ni alloy substrates for YBCO coated conductors, *Physica C*, 372-376 (2002) 733-737.

[Nes, E ; Ryum, N ; Hunderi, O]

On the Zener drag, *Acta Mater*, 33 (1985) 11-22.

[Palumbo, G ; King, P.J ; Aust, K.T ; Erb, U ; Lichtenberger, P.C]

Grain boundary design and control for intergranular stress-corrosion resistance, *Scripta Metall Mater*, 25 (1991) 1775-1780.

[Pande, C.S ; Imam, M.A ; Rath, B.B]

Study of annealing twins in fcc metals and alloys, *Metal Trans A*, 21 (1990) 2891-2896.

[Park, H.S ; Gall, K ; Zimmerman, J.A]

Deformation of FCC nanowires by twinning and slip, *J Mech Phys Solids*, 54 (2006) 1862-1881.

[Paul, H ; Driver, J.H ; Jasienski, Z]

Shear banding and recrystallization nucleation in a Cu-2%Al alloy single crystal, *Acta Mater*, 50 (2002) 815-830.

[Paul, H ; Morawiec, A ; Bouzy, E ; Fundenberger, J.J ; Piatkowski, A]

Brass-type shear bands and their influence on texture formation, *Metall Mater Trans A*, 35 (2004) 3775-3786.

[Pawlik, K ; Pospiech, J ; Lücke, K]

The ODF approximation from Pole Figures with the aid of the ADC method, *Texture Microstruct*, 14 (1991) 25-30.

[Radhakrishnan, B ; Sarma, G.B ; Zacharia, T]

Modeling the kinetics and microstructural evolution during static recrystallization-Monte Carlo simulation of recrystallization, *Acta Mater*, 46 (1998) 4415-4433.

[Randle, V]

Twinning-related grain boundary engineering, *Acta Mater*, 52 (2004) 4067-4081.

[Randle, V ; Rios, P.R ; Hu, Y]

Grain growth and twinning in nickel, *Scripta Mater*, 58 (2008) 130-133.

[Ray, R.K]

Rolling textures of pure nickel, nickel-iron and nickel-cobalt alloys, *Acta Metall Mater*, 43 (1995) 3861-3872.

[Read, W.T]

Dislocations in crystals, New York: McGraw Hill (1953).

[Ridha, A.A ; Hutchinson, W.B]

Recrystallisation mechanisms and the origin of cube texture in copper, *Acta Metall*, 30 (1982) 1929–1939.

[Robson, J.D ; Henry, D.T ; Davis, B]

Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: particle stimulated nucleation, *Acta Mater*, 57 (2009) 2739-2747.

[Rohatgi, A ; Vecchio, K.S ; Gray III, G.T]

The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloys: deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery, *Metall Mater Trans A*, 32 (2001) 135-145.

[Rollett, A.D ; Manohar , P]

The Monte Carlo method, In *Continuum scale simulation of engineering materials: Fundamentals-Microstructures-Process applications* (Raabe, D ; Roters, F ; Barlat, F ; Chen, L.Q), Weinheim: WILEY-VCH (2004) 77-114.

[Rollett, A.D ; Raabe, D]

A hybrid model for mesoscopic simulation of recrystallization, *Comp Mater Sci*, 21 (2001) 69-78.

[Roth, T.A]

The surface and grain boundary energies of iron, cobalt and nickel, *Mat Sci Eng*, 18 (1975) 183-192.

[Schramm, R.E ; Reed, R.P]

Stacking fault energies of fcc Fe-Ni alloys by X-ray diffraction line profile analysis, *Metall Trans A*, 7 (1976) 359-363.

[Schulz, L.G]

A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a Geiger Counter X-ray spectrometer, *J Appl Phys*, 20 (1949) 1030-1033.

[Schwartz, A.J ; Kumar, M ; Adams, B.L ; Field, D.P]

Electron backscatter diffraction in materials science (2nd ed.), New York: Springer (2009).

[Sekine, K ; Wang, J]

Characteristic features of rolling texture development in fcc alloys having very low stacking fault energies, Mater Trans JIM, 40 (1999) 1-6.

[Sevillano, J.G ; Houtte, P.V ; Aernoudt, E]

The contribution of macroscopic shear bands to the rolling texture of fcc metals, Scripta Metall, 11 (1977) 581-585.

[Stibitz, G.R]

Energy and lattice spacing in strained solids, Phys Rev, 49 (1937) 872-883.

[Stüwe, H.P ; Padiha, A.F ; Jr, F.S]

Competition between recovery and recrystallization, Mat Sci Eng A, 333 (2002) 361-367.

[Theyssier, M.C ; Driver, J.H]

Recrystallization nucleation mechanism along boundaries in hot deformed Al bicrystals, Mat Sci Eng A, 272 (1999) 73-82.

[Varin, R.A ; Kruszynska, J]

Control of annealing twins in type 316 austenitic stainless steel, Acta Mater, 35 (1987) 1767-1774.

[Vercammen, S ; Blanpain, B ; De Cooman, B.C ; Wollants, P]

Cold rolling behaviour of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning, Acta Mater, 52 (2004) 2005-2012.

[Volovitch, P ; Baudin, T ; Penelle, R ; Caleyó, F ; Barrallier, L]

Role of Recovery in the Recrystallization Simulation Application to a Cold Rolled IF-Ti Steel and a Cold Drawn Copper Wire, Mater Sci Forum, 550 (2007) 453-458.

[Volovitch, P ; Caleyó, F ; Baudin, T ; Gerber, P ; Penelle, R ; Rey, C]

Monte Carlo modeling of low carbon steel recrystallization: role of thermo-mechanical treatment and chemical composition, Mater Sci Forum, 495-497 (2005) 507-512.

[Wagner, P ; Engler, O ; Lücke, K]

Formation of Cu-type shear bands and their influence on deformation and texture of rolled f.c.c. $\{112\}\langle 111 \rangle$ single crystals, Acta Metall Mater, 43 (1995) 3799-3812.

[Wang, J ; Zheng, J.H ; Sekine, K]

Rolling texture evolution of Ag and Ag-Zn alloys having very low stacking fault energies, In Proceedings ICOTOM 11, Beijing : International Academic Publishers (1996) 362-367.

[Wassermann, G]

Der Einfluss mechanischer Zwillingsbildung auf die Entstehung der Walztexturen kubisch flächenzentrierter Metalle, *Z Metallkde*, 54 (1963) 61-65.

[Wright, S.I ; Larsen, R.J]

Extracting twins from orientation imaging microscopy scan data, *J Microsc*, 205 (2002) 245-252.

[Xu, W ; Ferry, M ; Cairney, J.M ; Humphreys, F.J]

Three-dimensional investigation of particle-stimulated nucleation in a nickel alloy, *Acta Mater*, 55 (2007) 5157-5167.

[Yamakov, V ; Wolf, D ; Phillpot, S.R ; Gleiter, H]

Deformation twinning in nanocrystalline Al by molecular-dynamics simulation, *Acta Mater*, 50 (2002) 5005-5020.

[Zhao, Y ; Suo, H.L ; Zhu, Y.H ; Grivel, J.C ; Gao, M.M ; Ma, L ; Fan, R.F ; Liu, M ; Ji, Y ; Zhou, M.L]

Study on the formation of cubic texture in Ni-7 at. % W alloy substrates by powder metallurgy routes, *Acta Mater*, 57 (2009) 773-781.

Annexe I : GOS (Grain Orientation Spread)

Le paramètre GOS du logiciel OIMTM permet de calculer la dispersion d'orientations dans un grain. Donc, il dépend forcément de la définition d'un grain dans OIMTM. Par défaut, un grain est défini par une zone qui contient au moins deux pixels et la désorientation entre deux pixels voisins est inférieure à 5°.

Le calcul du GOS peut être séparé en deux parties. D'abord, pour un grain donné, OIMTM calcule son orientation moyenne \bar{g} . Ensuite, le GOS est calculé à partir de la désorientation moyenne entre toutes les orientations des pixels de ce grain et l'orientation moyenne \bar{g} du grain [Field et al., 2007 ; Brewer et al., 2009] (Equation AI.1). N correspond au nombre de pixels dans un grain. A est le numéro de ces pixels et g^A est l'orientation de l' $A^{\text{ème}}$ pixel. Le paramètre h_i est l'élément de symétrie permettant d'obtenir l'angle de désorientation minimum $\min[\]$ entre \bar{g} et l'orientation g^A du pixel A .

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{A=1}^N \left\{ \min \left[\cos^{-1} \left(\frac{\text{trace} [\bar{g}(h_i g^A)] - 1}{2} \right) \right] \right\} \quad (\text{AI.1})$$

Pour un grain donné, quand le paramètre GOS est inférieur à 1°, il peut être considéré comme un grain recristallisé [Jin et al., 2013]. La figure AI.1 montre trois courbes de GOS qui présentent respectivement la recristallisation complète, la recristallisation partielle et l'état déformé (nuance EM721). Dans le premier cas, tous les grains ont une désorientation inférieure à 1°. Dans le deuxième cas, un grand nombre de grains est recristallisé mais certains ont un GOS important qui va jusqu'à 10°. Il s'agit donc de grains déformés ou restaurés. Dans le dernier cas, qui correspond à l'état déformé, pratiquement tous les grains ont un paramètre de GOS élevé. La valeur moyenne est de l'ordre de 5-6°.

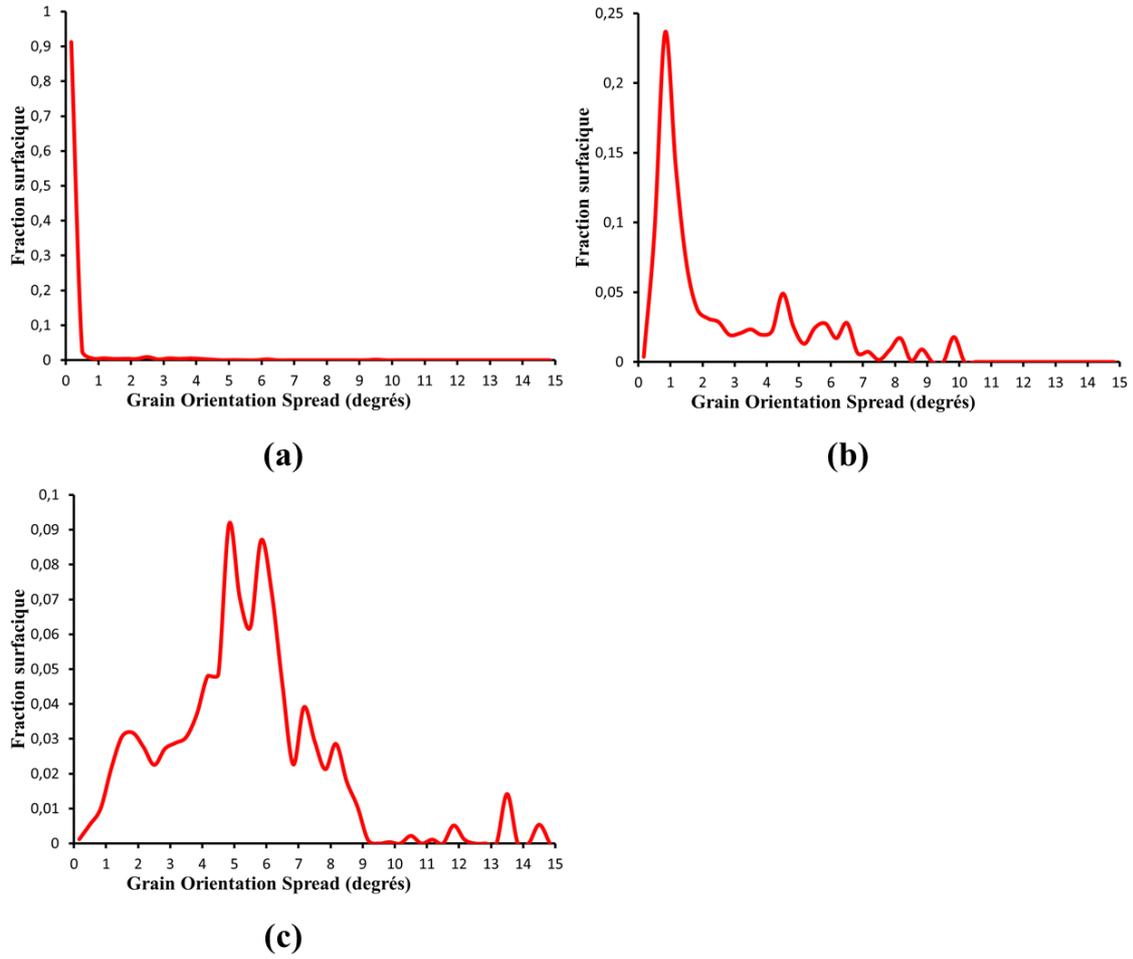


Figure AI.1 : Trois exemples de distribution de GOS respectivement pour (a) une recrystallisation complète, (b) une recrystallisation partielle et (c) un état déformé (nuance EM721).

Annexe II : KAM (Kernel Average Misorientation)

AII.1 Les microstructures

Il existe différents types de microstructures, qui dépendent notamment des taux de déformation et de recristallisation.

Pour simplifier, on peut les classer selon 4 situations simples, où les microstructures sont constituées :

- a. de grains (les joints de grains ont une désorientation supérieure à 15°) qui contiennent des dislocations (Figure AII.1a)
- b. de grains (les joints de grains ont une désorientation supérieure à 15°) qui ne contiennent pas de dislocations (Figure AII.1b)
- c. de sous-grains (les sous-joints de grains ont une désorientation supérieure à 5° et inférieure à 15°) qui contiennent des dislocations (Figure AII.1c)
- d. de sous-grains (les sous-joints de grains ont une désorientation supérieure à 5° et inférieure à 15°) qui ne contiennent pas de dislocations (Figure AII.1d)

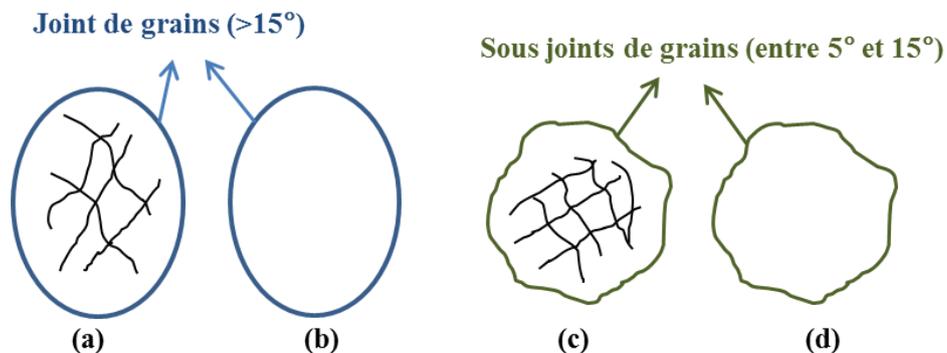


Figure AII.1 : Classement des microstructures : (a) grain déformé, (b) grain recristallisé, (c) sous-grain contenant des dislocations et (d) sous-grain sans dislocations.

Les situations a et c correspondent à un état déformé (l'existence des situations a et c peut varier en fonction de l'énergie de défauts d'empilement du matériau, de l'orientation des grains et du taux de déformation). La situation b correspond à un état recristallisé et la situation d correspond à un état restauré.

AII.2 Principe du KAM

Le paramètre KAM permet d'étudier la distribution de la désorientation locale [Brewer et al., 2009]. A l'aide du logiciel OIM, le paramètre KAM peut être calculé selon deux procédures* :

« Perimeter only » : le logiciel calcule la désorientation moyenne entre un pixel choisi et les pixels qui se trouvent autour de lui à une distance donnée (définition de la taille des zones Kernel) (Figure AII.2a) ;

« All points » : il peut aussi calculer la désorientation entre le pixel choisi et tous les autres pixels qui se trouvent dans la zone Kernel (Figure AII.2b).

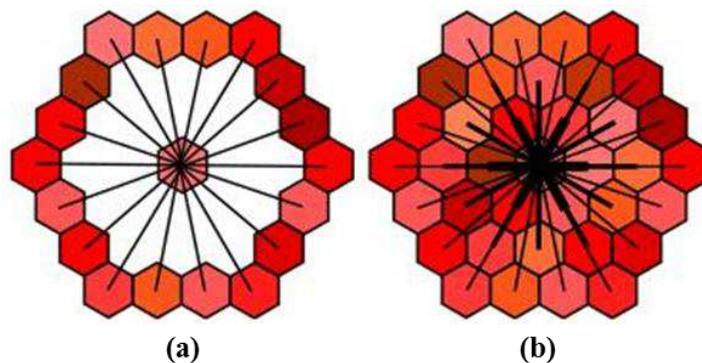


Figure AII.2 : Deux procédures de calcul du paramètre KAM : (a) « perimeter only » et (b) « all points ».

Par la suite, seule la première procédure sera envisagée [ref de N. Bozzolo]. Deux paramètres doivent être ajustés pour calculer le KAM : le numéro de la couche de voisins considérés et la désorientation maximale tolérée.

Le premier paramètre (Figure AII.3) est utilisé pour définir la taille des zones Kernel (les premiers, deuxièmes ou troisièmes ... voisins).

* Aide du logiciel OIM™

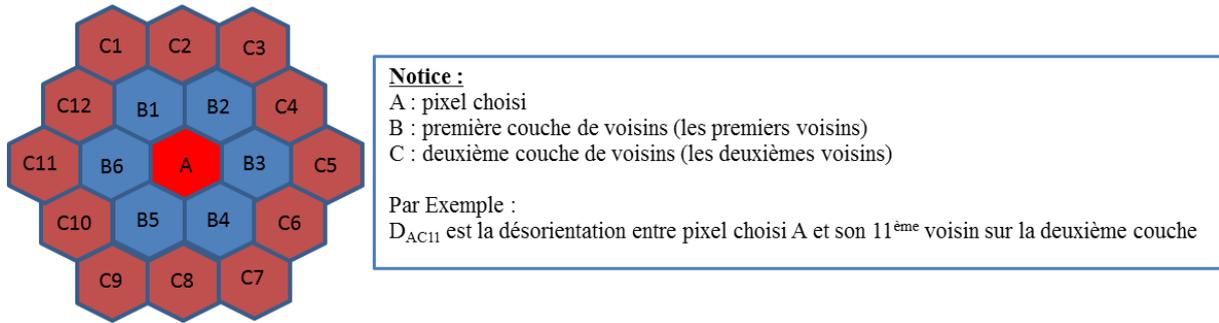


Figure AII.3 : Couches de voisins considérés pour calculer le KAM.

Deux exemples sont présentés ci-dessous :

Quand la zone Kernel est définie avec les premiers voisins, le logiciel calcule la désorientation moyenne avec la formule suivante :

$$D_{moyenne} = \frac{1}{6} (D_{AB1} + D_{AB2} + D_{AB3} + D_{AB4} + D_{AB5} + D_{AB6}) \quad (\text{AII.1})$$

Quand la zone Kernel utilise les deuxièmes voisins, il calcule la désorientation moyenne avec la formule suivante :

$$D_{moyenne} = \frac{1}{12} (D_{AC1} + D_{AC2} + D_{AC3} + \dots + D_{AC11} + D_{AC12}) \quad (\text{AII.2})$$

Le second paramètre permet, lors du calcul de la désorientation moyenne, de ne pas prendre en compte la désorientation entre le pixel choisi et l'un de ses voisins, si elle est supérieure à la désorientation maximale admissible.

Un exemple est décrit sur la figure AII.4.

Si on considère les deuxièmes voisins et si la désorientation maximale est fixée à 5°, selon la figure AII.4, les désorientations entre le pixel A et les trois pixels C1, C2 et C3 sont supérieures à 5°. Par conséquent, la désorientation moyenne entre A et ses deuxièmes voisins est calculée à l'aide de l'équation AII.3, au lieu de l'équation AII.2.

$$D_{moyenne} = \frac{1}{9} (D_{AC4} + D_{AC5} + D_{AC6} + \dots + D_{AC11} + D_{AC12}) \quad (\text{AII.3})$$

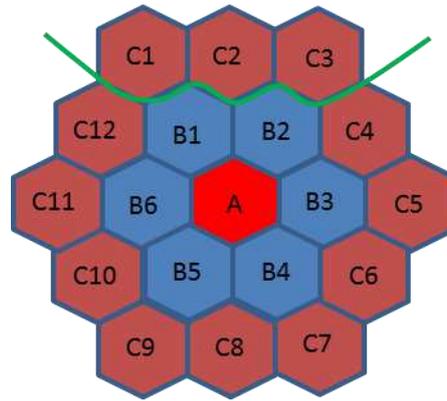


Figure AII.4 : Désorientation maximale utilisée pour le calcul du KAM. La ligne verte montre une interface qui a une désorientation supérieure à 5°. Si la désorientation maximale est fixée à 5°, les pixels C1, C2 et C3 de la deuxième couche ne seront pas pris en compte dans le calcul du KAM.

AII.2.1 Influence du premier paramètre (taille du Kernel)

La désorientation locale est calculée entre le pixel A et ses voisins qui sont situés à une distance x . Le premier paramètre est utilisé pour définir cette distance.

Dans la littérature, il a été montré que la densité ρ_{GND} de dislocations GND (Geometrically Necessary Dislocations) dépend de la désorientation θ par unité de longueur x (Equation AII.4 et Figure AII.5) [Gao et al., 1999 ; Kubin et Mortensen, 2003]. C est une constante et b est le vecteur de Burgers.

$$\rho_{GND} = \frac{C\theta}{xb} \quad (\text{AII.4})$$

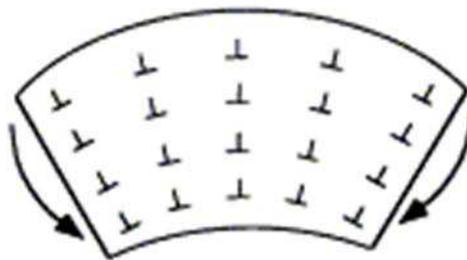


Figure AII.5 : Désorientation cristalline créée par la présence de dislocations GND [Gao et al., 1999].

Pour un matériau déformé, si on considère que la distribution des dislocations est homogène, la désorientation θ doit donc être proportionnelle à la distance x .

Par conséquent, la désorientation moyenne θ calculée par la méthode du KAM doit aussi dépendre de la couche de voisins choisie (ou de la taille du Kernel choisie). Plus la couche de voisins choisie est loin (plus la distance x entre le pixel choisi et ses voisins est grande) et plus la désorientation θ est grande.

Un exemple est montré sur la figure AII.6, en considérant une désorientation maximale de 15° . Pour une même zone, présentant un gradient d'orientations, la distribution des désorientations KAM se déplace vers la droite (la désorientation moyenne augmente) lorsque la taille du Kernel choisie augmente.

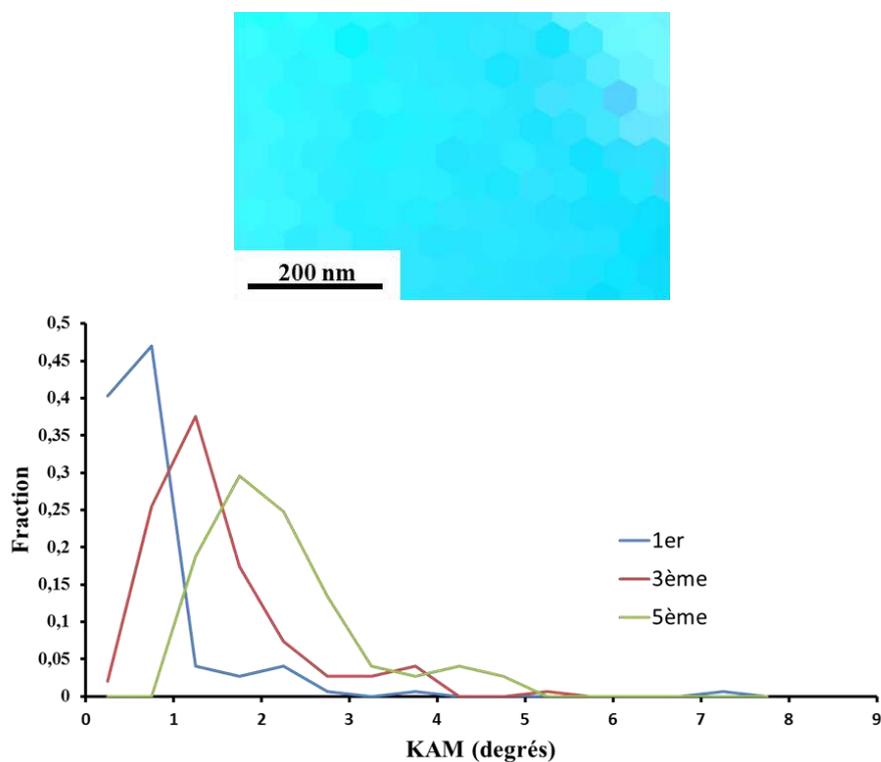


Figure AII.6 : Influence du choix des pixels voisins sur le calcul du KAM (la désorientation maximale est fixée à 15°).

AII.2.2 Influence du deuxième paramètre (désorientation maximale)

Dans cette partie, les premiers voisins sont choisis pour définir la zone de Kernel. Sachant que les valeurs typiques de désorientations minimales d'un sous-joint et d'un joint sont respectivement de 5° et de 15° , ces valeurs ont été choisies pour tester l'effet de la désorientation lors des analyses du paramètre KAM.

AII.2.2.1 Les situations a et b des figures AII.1a et AII.1b :

La figure AII.7 schématise un grain dans lequel les situations décrites sur les figures AII.1a et AII.1b vont être discutées. Les pixels bleus et rouges sont des pixels à l'intérieur d'un grain mais les pixels rouges sont à proximité d'une interface (ligne noire).

Quand il existe des dislocations dans le grain (situation a), la désorientation entre les pixels est élevée mais reste inférieure à 5° (avec une grande résolution de l'image et donc un petit pas d'acquisition).

Lorsque le grain est libre de dislocations (situation b), la désorientation entre les pixels est nulle (ou très faible).

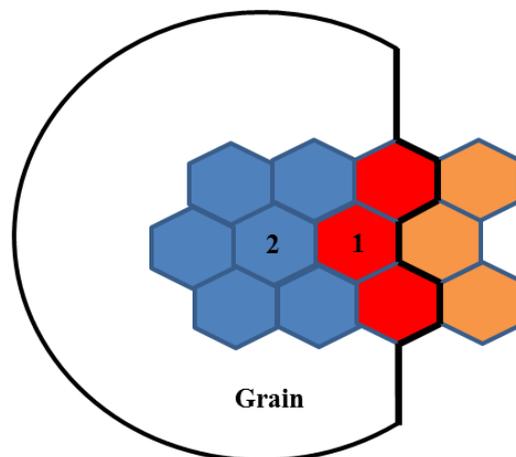


Figure AII.7 : Etude des situations a et b décrites sur les figures AII.1a et AII.1b. Les pixels bleus et rouges se trouvent dans le même grain. Les pixels rouges sont à proximité d'une interface. Les pixels oranges se trouvent dans le grain voisin. La ligne noire schématise le joint de grains ($>15^\circ$).

Pour le pixel 2, qui est au sein du grain, les deux valeurs de 5° et de 15° n'ont pas d'influence sur le calcul puisque la désorientation entre pixels est inférieure à 5° et donc à 15° . Donc le choix de la désorientation maximale n'a pas d'influence sur le calcul du KAM à l'intérieur d'un grain.

Le pixel 1 est à côté d'un joint de grains. Sa désorientation avec son voisin de droite est donc supérieure à 15° (on suppose que les grains voisins n'ont pas d'orientations proches). Dans ce cas, quelle que soit la valeur de la désorientation maximale, 5° ou 15° , la désorientation moyenne est calculée uniquement en utilisant les autres voisins. A nouveau, la valeur de la désorientation maximale n'a pas d'influence sur le calcul du KAM lorsque le pixel choisi est à côté d'un joint de grains.

Par conséquent, pour les situations a et b, le choix de la valeur de la désorientation maximale (5° ou 15°) n'a pas d'influence sur le calcul du KAM comme le montre la figure AII.8. Cette dernière présente un zoom d'une cartographie EBSD dans laquelle apparaissent deux grains séparés par un joint de grains (ligne verte) dont la désorientation est supérieure à 15° . Les paramètres KAM sont alors calculés en utilisant les deux désorientations maximales de 5 et de 15° . Les deux histogrammes se superposent parfaitement (Figure AII.8).

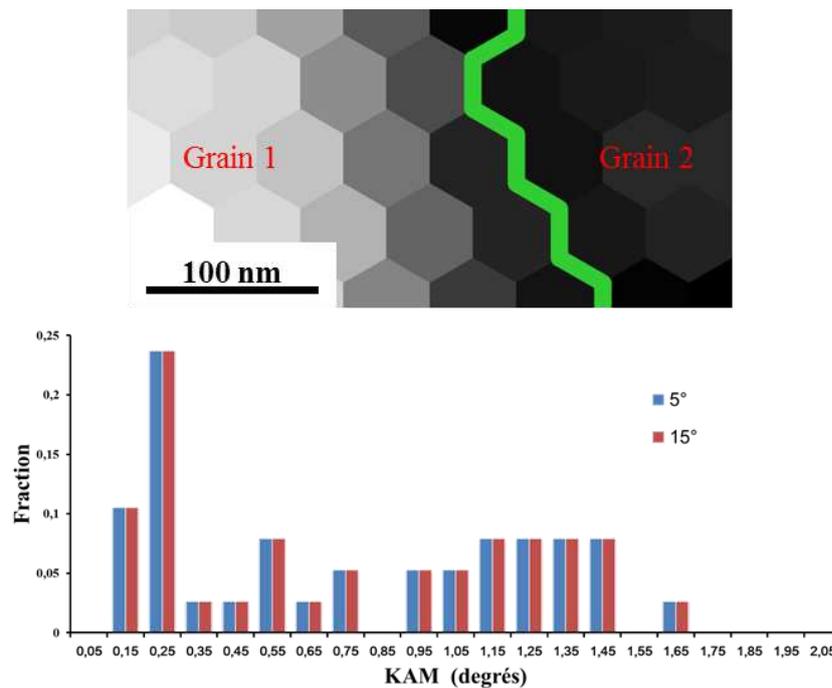


Figure AII.8 : Influence de la désorientation maximale dans le calcul du KAM pour les situations a et b des figures AII.1a et AII.1b. La ligne verte est un joint de grains dont la désorientation est supérieure à 15° .

AII.2.2.2 Les situations c et d des figures AII.1c et AII.1d :

La figure AII.9 schématise un sous-grain dans lequel les situations décrites sur les figures AII.1c et AII.1d vont être discutées. Les pixels bleus et rouges sont des pixels à l'intérieur de ce sous-grain mais les pixels rouges sont à proximité du sous-joint de grains (ligne verte).

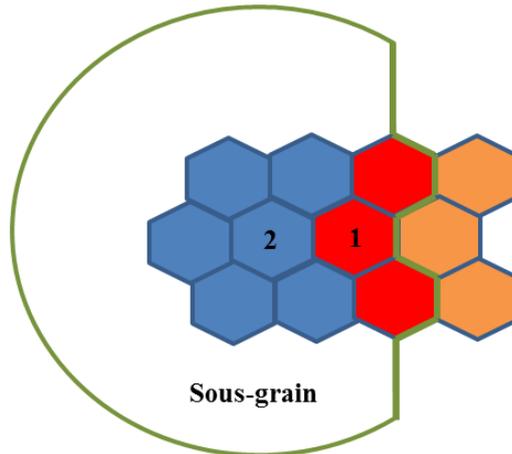


Figure AII.9 : Etude des situations c et d décrites sur les figures AII.1c et AII.1d. Les pixels bleus et rouges se trouvent dans la même sous-structure. Les pixels rouges sont à proximité d'une interface. Les pixels oranges se trouvent dans le sous-grain voisin. La ligne verte est un sous-joint de grains ($>5^\circ$ et $<15^\circ$).

Comme précédemment, quand il n'existe pas de dislocations dans le sous-grain, la désorientation entre les pixels est nulle. Au contraire, lorsqu'il existe des dislocations dans ce sous-grain, les désorientations entre les pixels sont élevées mais restent inférieures à 5° (voir paragraphe AII.1.2.1). Comme pour les situations a et b, le choix d'une désorientation maximale de 5° ou de 15° n'a pas d'influence sur la désorientation moyenne calculée pour le pixel 2 qui est au sein d'un sous-grain.

Le pixel 1 est à côté d'un sous-joint, donc sa désorientation avec son voisin de droite est inférieure à 15° mais supérieure à 5° . Dans ce cas, si la désorientation maximale est fixée à 5° , la désorientation moyenne sera calculée sans le voisin de droite. Au contraire, si la désorientation maximale est de 15° , la désorientation moyenne est calculée en tenant compte de tous les pixels voisins du pixel 1 et donc augmente par rapport au premier calcul. Pour conclure, le choix de la valeur de la désorientation maximale a donc une influence sur la désorientation moyenne affectée aux pixels situés à côté de sous-joints.

Situation c de la figure AII.1c (état déformé)

La figure AII.1c décrit une situation pour un état déformé. Si la désorientation maximale est fixée à 5° , la désorientation moyenne des pixels 1 et 2 (Figure AII.9) s'inscrit dans le domaine de KAM compris entre 1° et 5° (Figure AII.10a).

Par contre, si la désorientation maximale est fixée à 15° , la désorientation moyenne pour le pixel 2 est incluse dans le domaine de KAM de 1° à 5° , mais, celle du pixel 1 est incluse dans le domaine compris entre 1° et 15° (Figure AII.10b).

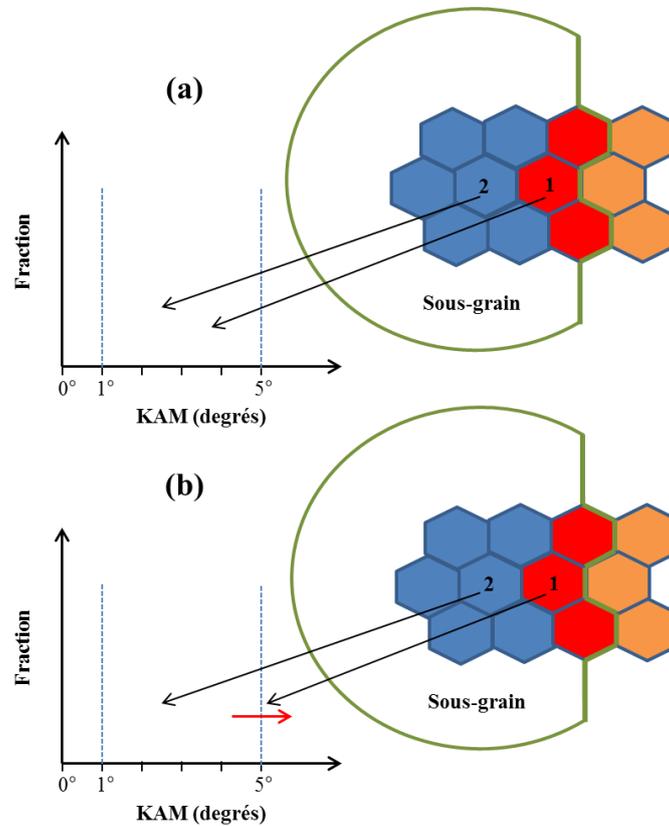


Figure AII.10 : Distribution du KAM pour la situation c de la figure AII.1c. Désorientation maximale (a) de 5° et (b) de 15° .

Un exemple de calcul pour la situation c est montré sur la figure AII.11. La ligne jaune correspond à un sous-joint, sa désorientation étant supérieure à 5° et inférieure à 15° .

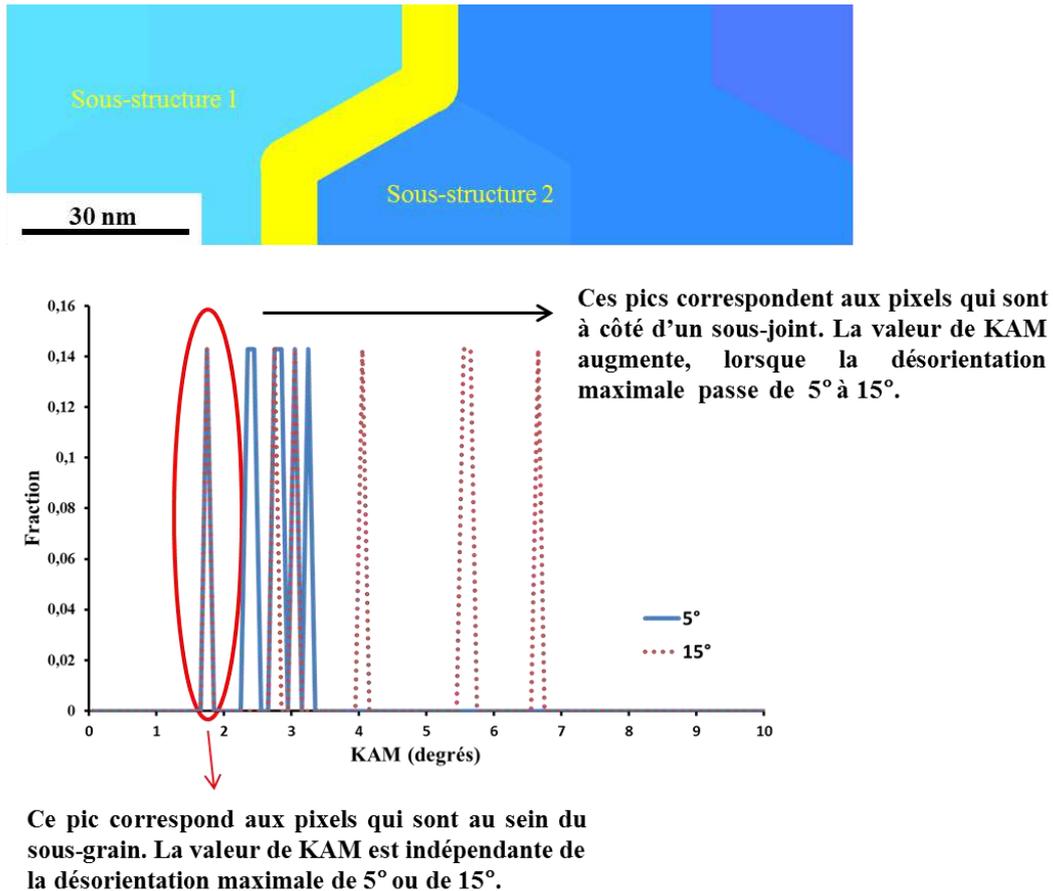


Figure AII.11 : Influence de la désorientation maximale lors du calcul du KAM pour la situation c de la figure AII.1c. La ligne jaune est un sous-joint de grains dont la désorientation est supérieure à 5° mais inférieure à 15°.

Tous les pics se trouvent dans la zone où la valeur de KAM est supérieure à 1° (zones déformées) quelle que soit la valeur de la désorientation maximale (5° ou 15°). Cette valeur ne modifie pas celle du KAM des pixels à l'intérieur du sous-grain. Au contraire, pour les pixels qui sont à côté d'un sous-joint (pixel 1 sur la figure AII.9) les valeurs de KAM augmentent lorsque la désorientation maximale augmente.

Situation d de la figure AII.1d (état restauré)

La figure AII.1d correspond à un état restauré. Si la désorientation maximale est fixée à 5°, la désorientation moyenne des pixels 1 et 2 (Figure AII.9) est inférieure à 1° (Figure AII.12a) et la désorientation entre les différents pixels est très faible.

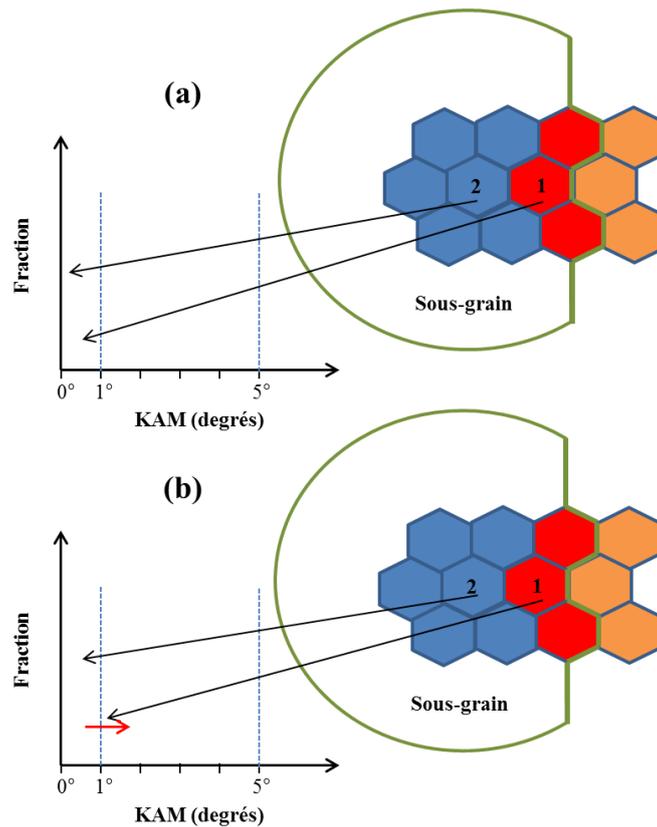


Figure AII.12 : Distribution du KAM pour la situation d de la figure AII.1d. Désorientation maximale (a) de 5° et (b) de 15° .

Si la désorientation maximale est fixée à 15° , la valeur de KAM ne varie pas pour les pixels qui sont au sein d'un sous-grain. Par contre, celle pour les pixels à côté d'un sous-joint va augmenter lorsque la désorientation maximale passe de 5° à 15° (Figure AII.12b).

Un exemple d'une telle situation est montré sur la figure AII.13, la ligne jaune correspondant à un sous-joint.

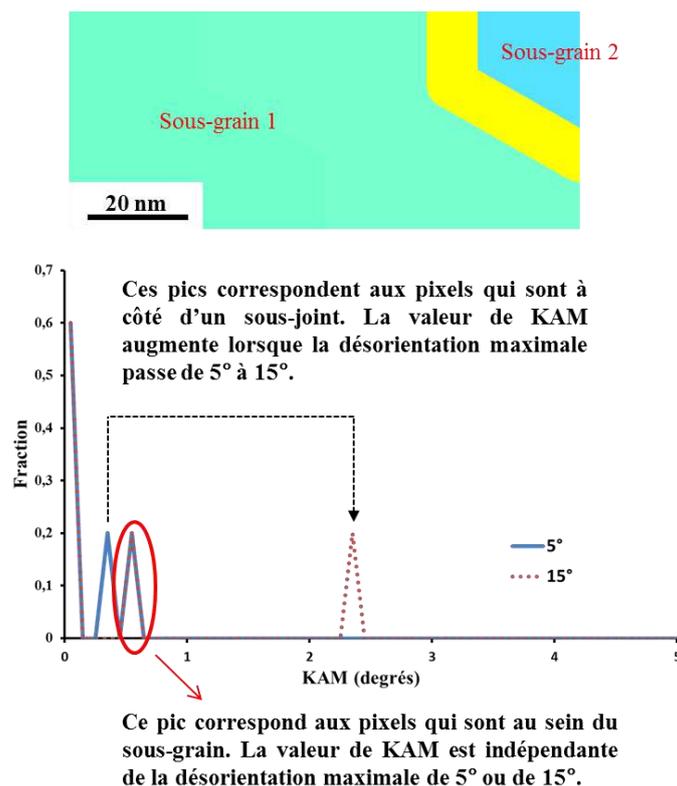


Figure AII.13 : Influence de la désorientation maximale lors du calcul du KAM pour la situation d de la figure AII.1d. La ligne jaune est un sous-joint de grains dont la désorientation est supérieure à 5° mais inférieure à 15°.

Quand la désorientation maximale passe de 5° à 15°, la valeur de KAM augmente pour les pixels à côté d'un sous-joint alors qu'elle reste la même pour les pixels qui sont au sein d'un sous-grain.

En résumé, le choix du premier paramètre (taille de Kernel) dépend de la résolution de la cartographie EBSD (ou de la distance entre les pixels voisins). Pour un pas d'acquisition de l'ordre de 50 nm – 200 nm, il est plus judicieux de choisir le troisième voisin. Pour un pas d'acquisition supérieur à 1 µm, le premier voisin doit être préférable. Ensuite, pour le second paramètre, une désorientation maximale de 5° peut être choisie pour calculer la désorientation moyenne dans les sous-grains. Cependant, une valeur de 15° peut être adoptée pour déterminer la désorientation moyenne dans les grains qui contiennent des désorientations provenant de sous-joints.

Annexe III : Calcul d'une orientation maclée

L'orientation de la matrice peut être décrite par une matrice g en utilisant les angles d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ dans le repère de l'échantillon (DL, direction de laminage, DT, direction transverse et DN, direction normale) (Equation AIII.1).

$$g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \quad (\text{AIII.1})$$

Le maclage correspond à une rotation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ de la matrice. Pour calculer l'orientation des macles, il faut tout d'abord décrire les axes $\langle 111 \rangle$ dans le repère échantillon selon l'équation AIII.2 [Gottstein, 1984].

$$\langle x, y, z \rangle = g^T(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \cdot \langle 111 \rangle \quad (\text{AIII.2})$$

Lorsque l'axe de rotation $\langle 111 \rangle$ dans le repère échantillon est calculé, la matrice de rotation peut donc être déterminée pour le maclage (Equation AIII.3).

$$R = \begin{bmatrix} \cos(60^\circ) + (1 - \cos(60^\circ))x^2 & (1 - \cos(60^\circ))xy - \sin(60^\circ)z & (1 - \cos(60^\circ))xz + \sin(60^\circ)y \\ (1 - \cos(60^\circ))xy + \sin(60^\circ)z & \cos(60^\circ) + (1 - \cos(60^\circ))y^2 & (1 - \cos(60^\circ))yz - \sin(60^\circ)x \\ (1 - \cos(60^\circ))xz - \sin(60^\circ)y & (1 - \cos(60^\circ))yz + \sin(60^\circ)x & \cos(60^\circ) + (1 - \cos(60^\circ))z^2 \end{bmatrix} \quad (\text{AIII.3})$$

Finalement, l'orientation des macles g_{macle} peut être obtenue avec l'équation AIII.4 en utilisant l'orientation g et la matrice de rotation R .

$$g_{macle} = g \cdot R \quad (\text{AIII.4})$$

Il y a quatre axes $\langle 111 \rangle$, donc il existe quatre systèmes de maclage. Il faut donc calculer quatre fois l'orientation des macles à partir des équations AIII.2, AIII.3 et AIII.4.