



**HAL**  
open science

# modélisation de la recristallisation lors du forgeage à chaud de l'acier 304L – une approche semi-topologique pour les modèles en champs moyens

Guillaume Smaghe

## ► To cite this version:

Guillaume Smaghe. modélisation de la recristallisation lors du forgeage à chaud de l'acier 304L – une approche semi-topologique pour les modèles en champs moyens. Autre. Université de Lyon, 2017. Français. NNT : 2017LYSEM003 . tel-01665156

**HAL Id: tel-01665156**

**<https://theses.hal.science/tel-01665156>**

Submitted on 15 Dec 2017

**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.



# THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée au sein de

## **l'École des Mines de Saint-Étienne**

École Doctorale N°488

Sciences, Ingénierie, Santé

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

préparé par

**Guillaume SMAGGHE**

---

## **Modélisation de la recristallisation lors du forgeage à chaud de l'acier 304L – Une approche semi-topologique pour les modèles en champs moyens**

---

Soutenue publiquement à Saint-Étienne, le 7 février 2017

Devant le jury composé de :

Président :	Roland LOGÉ	Professeur, EPFL, Lausanne
Rapporteurs :	Michel CORET	Professeur, École Centrale de Nantes, Nantes
	Damien FABRÈGUE	Professeur, INSA, Lyon
Examineurs :	Marc BERNACKI	Professeur, CEMEF, Sophia Antipolis
	Gilles PERRIN	Docteur, AREVA DRDI, Paris
Invité :	Aurore MONTOUCHET	Docteur, AREVA Creusot Forge, Le Creusot
Directeur de thèse :	Guillaume KERMOUCHE	Professeur, EMSE, Saint-Etienne
Co-directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Dir. de Recherche, EMSE, Saint-Etienne
Co-encadrant de thèse :	David PIOT	Chargé de Recherche, EMSE, Saint-Etienne

## Spécialités doctorales

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
MECANIQUE ET INGENIERIE  
GENIE DES PROCEDES  
SCIENCES DE LA TERRE  
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

## Responsables :

K. Wolski Directeur de recherche  
S. Drapier, professeur  
F. Gruy, Maître de recherche  
B. Guy, Directeur de recherche  
D. Graillet, Directeur de recherche

## Spécialités doctorales

MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
INFORMATIQUE  
IMAGE, VISION, SIGNAL  
GENIE INDUSTRIEL  
MICROELECTRONIQUE

## Responsables

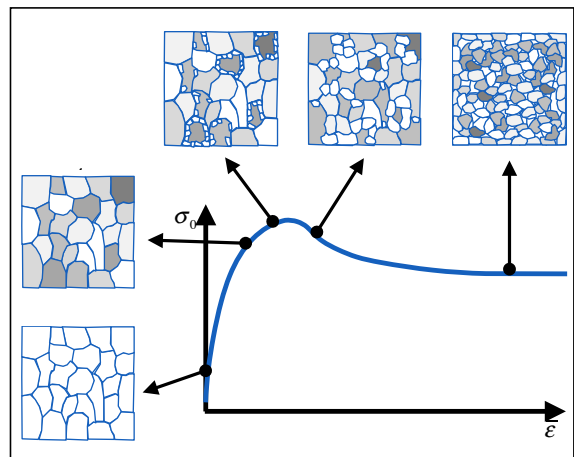
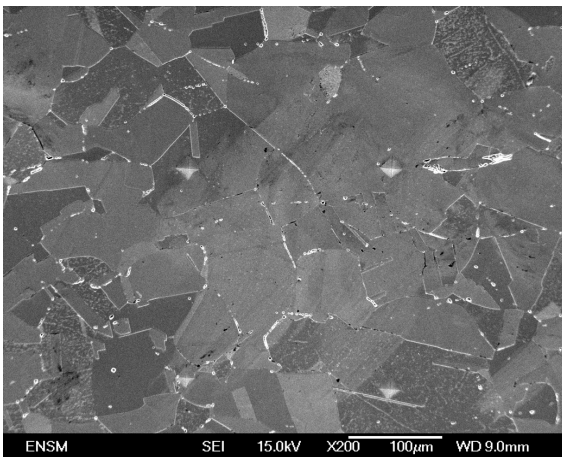
O. Roustant, Maître-assistant  
O. Boissier, Professeur  
JC. Pinoli, Professeur  
X. Delorme, Maître assistant  
Ph. Lalevée, Professeur

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

ABSI	Nabil	CR	Génie industriel	CMP
AUGUSTO	Vincent	CR	Image, Vision, Signal	CIS
AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BADEL	Pierre	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	CIS
BALBO	Flavien	PR2	Informatique	FAYOL
BASSEREAU	Jean-François	PR	Sciences et génie des matériaux	SMS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BEIGBEDER	Michel	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
BLAYAC	Sylvain	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BONNEFOY	Olivier	MA(MDC)	Génie des Procédés	SPIN
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie des matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BRUCHON	Julien	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	SMS
BURLAT	Patrick	PR1	Génie Industriel	FAYOL
CHRISTIAN	Frédéric	PR	Science et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSÉ	David	PR0	Sciences et génie des matériaux	SMS
DELORME	Xavier	MA(MDC)	Génie industriel	FAYOL
DESRAYAUD	Christophe	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
DJENIZIAN	Thierry	PR	Science et génie des matériaux	CMP
DOUCE	Sandrine	PR2	Sciences de gestion	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FAVERGEON	Loïc	CR	Génie des Procédés	SPIN
FEILLET	Dominique	PR1	Génie Industriel	CMP
FOREST	Valérie	MA(MDC)	Génie des Procédés	CIS
FOURNIER	Jacques	Ingénieur chercheur CEA	Microélectronique	CMP
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Sciences de la Terre	SPIN
GAVET	Yann	MA(MDC)	Image Vision Signal	CIS
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GOEURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GONDRAN	Natacha	MA(MDC)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
HAN	Woo-Suck	MR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFORÉST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MOUTTE	Jacques	CR	Génie des Procédés	SPIN
NIKOLOVSKI	Jean-Pierre	Ingénieur de recherche	Mécanique et ingénierie	CMP
NORTIER	Patrice	PR1		SPIN
OWENS	Rosin	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
PERES	Véronique	MR	Génie des Procédés	SPIN
PICARD	Gauthier	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	MR	Génie des Procédés	CIS
ROBISSON	Bruno	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
ROUSSY	Agnès	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)	Mathématiques appliquées	FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
TRIA	Assia	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	PR2	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	DR	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR1	Génie industriel	CIS
YUGMA	Gallian	CR	Génie industriel	CMP

# Modélisation de la recristallisation lors du forgeage à chaud de l'acier 304L

## Une approche semi-topologique pour les modèles en champs moyens



Guillaume SMAGGHE

École des Mines de Saint-Étienne

Dernière modification réalisée le 17 avril 2017





# Remerciements

Si la thèse représente une belle aventure scientifique, elle est façonnée avant tout par de nombreuses rencontres.

Je voudrais tout d'abord remercier Frank Montheillet, mon co-directeur de thèse, qui a su trouver les mots pour me convaincre de me lancer dans l'aventure. Frank, merci d'avoir partagé avec moi ton savoir mais également tes idées sur de nombreux sujets scientifiques, culturels ou politiques.

Je tiens également à remercier chaleureusement Guillaume Kermouche, mon directeur de thèse, pour la confiance qu'il m'a accordée et sa sincérité au quotidien. Cela m'a permis de m'épanouir scientifiquement et personnellement pendant ces trois ans. J'ai particulièrement apprécié l'échange privilégié que nous avons eu pendant notre séjour à Montréal.

Enfin cette thèse ne serait pas une réussite sans l'oreille attentive de David Piot, toujours présent pour m'écouter, me conseiller ou me re-expliquer des concepts scientifiques pas toujours évidents à comprendre.

Merci à Aurore Montouchet et Gilles Perrin, pour avoir donné une dimension concrète et industrielle à cette thèse. Merci également à Marc Bernacki de m'avoir initié aux éléments finis sous ce beau soleil de Provence !

Un grand merci également aux membres du jury, Roland Logé, Michel Coret et Damien Fabrègue pour la pertinence de vos questions mais également pour avoir su souligner l'originalité de mes travaux.

La réussite de cette thèse repose également sur les conseils et les connaissances de l'ensemble de l'équipe scientifique du laboratoire. Dans l'ordre métallurgique, merci Claude pour avoir partagé ton précieux savoir-faire métallurgique lors de la réalisation de mes alliages modèles. Merci à Marc pour les très nombreuses éprouvettes que tu m'as préparées, parfois dans l'urgence ! Merci à Pauline qui m'a tout appris sur la torsion, pour nos échanges et nos fous rires, je te souhaite beaucoup de réussite pour ta start-up ! Merci à Gilles, pour les impeccables préparations métallographiques, ton savoir et ton amitié m'ont été précieux durant cette thèse. Un grand merci également à Marilyne et Sergio pour votre aide, nos échanges mais également votre confiance sur ces merveilleux mais sensibles microscopes.

Une thèse ça représente également plus de 6 générations de doctorants rencontrées

---

au K4! Un grand merci aux anciens pour leur accueil chaleureux et leurs astuces pour aborder cette thèse en toute sérénité. En particulier merci à Mélanie (et Sam) pour les moments de détente dans votre grand appartement, à Grégoire pour les combats de judo et à Étienne pour les randos! Merci à maman Lisa pour tes délicieux gâteaux et les soirées ciné, merci d'avoir pris soin de nous pendant 3 ans. Merci à Robin pour ton amitié, il y a tellement de bons moments ensemble que je ne pourrais pas tous les citer!

Je tiens à remercier Clément pour sa bonne humeur quotidienne et JG (mon Turc préféré) pour le soudjouk mais surtout pour tout le reste! J'ai hâte de venir te voir au Japon, j'espère que tu plairas là-bas. Une pensée amicale également pour Monica, mon italienne préférée.

Les rencontres ont été nombreuses pendant ces trois années et chacun à votre manière vous avez participé à entretenir une superbe ambiance de travail. Merci à Julia, Szylvia, Élia (Marmoude), Ernesto (rital de merde), David (tin'bah'joie) et Sebastien (Hodor!). Une mention spéciale pour mes co-bureaux, Michal (mon chou!) et Antonis qui m'ont supporté pendant plusieurs mois, j'ai vraiment apprécié être avec vous au quotidien. Je n'oublie pas non plus nos amis de J, même si votre discipline est moins noble que la nôtre, je vous aime bien! Merci à Jeremy (viens sonner chez moi!), Mathieu D., Elrond, Laure et Marianne.

Je terminerai ce petit tour de l'étage par Matthieu, mon ami depuis de nombreuses années, j'ai beaucoup de chance de te connaître, merci pour tout et bon courage pour la fin de ta thèse!

J'aimerais également remercier ma famille et ma belle famille pour leur soutien, leurs encouragements et pour vous être déplacés à ma soutenance. Merci également à mes parents et à ma soeur qui me soutiennent dans mes choix depuis le début parfois même sans vraiment comprendre ce que je fais!

Ces dernières lignes sont pour toi, Ingrid, qui partage ma vie depuis maintenant 6 ans, pour avoir franchi le pas ensemble dans cette aventure et avoir accepté la distance pendant tout ce temps mais surtout pour ce que l'on partage ensemble depuis toutes ces années.

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Étude bibliographique</b>	<b>5</b>
1.1 Introduction . . . . .	5
1.2 Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques . . . . .	6
1.2.1 Forgeage libre à chaud . . . . .	7
1.2.2 Représentation multi-échelle de la structure d'un alliage métallique . . . . .	9
1.2.3 Introduction aux aciers inoxydables auténitiques . . . . .	12
1.2.3.1 Les aciers inoxydables . . . . .	12
1.2.3.2 Propriétés de l'acier inoxydable austénitique 304L . . . . .	13
1.3 Recristallisation dynamique discontinue . . . . .	15
1.3.1 Écrouissage – restauration dynamique . . . . .	15
1.3.1.1 Les dislocations . . . . .	15
1.3.1.2 Écrouissage . . . . .	16
1.3.1.3 Restauration dynamique . . . . .	17
1.3.2 Évolution de la microstructure sous l'action de la recristallisation dynamique discontinue . . . . .	18
1.3.2.1 Mécanismes de la recristallisation dynamique discontinue . . . . .	18
1.3.2.2 Affinement de la taille de grain . . . . .	19
1.3.2.3 Grossissement de la taille de grain . . . . .	20
1.3.3 Migration des joints de grains . . . . .	21
1.3.3.1 Mobilité du joint de grains . . . . .	21
1.3.3.2 Traînage des solutés . . . . .	22
1.3.3.3 Épinglage de Zener . . . . .	23
1.3.4 Mécanismes de germination . . . . .	24
1.3.4.1 Migration locale d'un joint entre deux grains adjacents . . . . .	24
1.3.4.2 Coalescence de sous-grains adjacents . . . . .	26
1.3.4.3 Croissance d'un sous-grain . . . . .	26
1.3.4.4 Germination au cours de la DDRX . . . . .	27
1.4 Recristallisation dynamique continue . . . . .	28

1.5	Recuit après déformation à chaud . . . . .	30
1.5.1	Recristallisation statique . . . . .	30
1.5.2	Recristallisation post-dynamique . . . . .	30
1.5.3	Croissance de grain . . . . .	32
1.6	Conclusion et objectifs de la thèse . . . . .	33
<b>2</b>	<b>Méthodes expérimentales</b>	<b>35</b>
2.1	Introduction . . . . .	35
2.2	Les matériaux . . . . .	36
2.2.1	Élaboration des matériaux modèles . . . . .	36
2.2.2	Composition chimique des matériaux modèles . . . . .	37
2.2.3	Matériaux industriels . . . . .	38
2.3	Essai de torsion . . . . .	40
2.3.1	Introduction . . . . .	40
2.3.2	Dispositif expérimental . . . . .	40
2.3.3	Obtention des courbes contrainte – déformation . . . . .	42
2.3.4	Répétabilité des essais de torsion . . . . .	43
2.4	Caractérisations microstructurales . . . . .	45
2.4.1	Métallographie . . . . .	45
2.4.2	Microscopie électronique . . . . .	45
2.4.2.1	Principe de fonctionnement d'un microscope électro- nique à balayage . . . . .	45
2.4.2.2	Analyse par EBSD . . . . .	47
2.4.2.3	Matériel et paramètres utilisés . . . . .	48
2.4.3	Détermination de la taille de grain . . . . .	48
2.4.4	Conversion des données 2D → 3D : algorithme de Saltykov . . . . .	49
2.5	Conclusion . . . . .	51
<b>3</b>	<b>Résultats expérimentaux sur la recristallisation dynamique et post- dynamique</b>	<b>53</b>
3.1	Introduction . . . . .	53
3.2	Étude de la DDRX sur les matériaux modèles . . . . .	54
3.2.1	Programme expérimental de l'étude de la DDRX . . . . .	54
3.2.2	Évolution de la microstructure en fonction du taux de défor- mation . . . . .	55
3.2.3	Influence de la température . . . . .	57
3.2.4	Influence de la vitesse de déformation . . . . .	60
3.2.5	Influence de la teneur en niobium . . . . .	61
3.2.6	Sensibilité à la vitesse de déformation et à la température . . . . .	65
3.2.7	États de précipitation . . . . .	67

## Table des matières

---

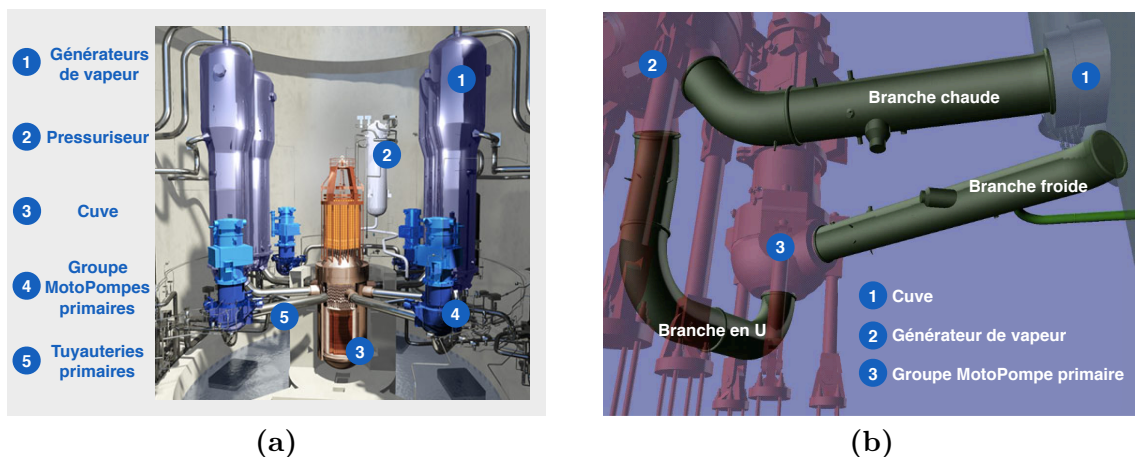
3.3	Étude de la DDRX sur les matériaux industriels . . . . .	68
3.3.1	Influence des conditions expérimentales . . . . .	68
3.3.2	Comparaison avec les alliages modèles . . . . .	71
3.4	Étude de la PDRX sur les matériaux modèles . . . . .	72
3.4.1	Programme expérimental PDRX . . . . .	72
3.4.2	Influence du taux de déformation . . . . .	73
3.4.2.1	Recristallisation statique . . . . .	73
3.4.2.2	Recristallisation post-dynamique . . . . .	76
3.4.3	Influence de la teneur en niobium . . . . .	78
3.5	Conclusion . . . . .	81
<b>4</b>	<b>État de l'art de la modélisation de la recristallisation</b>	<b>83</b>
4.1	Introduction . . . . .	83
4.2	Modélisation de la DDRX . . . . .	85
4.2.1	Modèles JMAK . . . . .	85
4.2.2	Modèles en champs moyens . . . . .	86
4.2.2.1	Généralités . . . . .	86
4.2.2.2	Modèle de Montheillet <i>et al.</i> . . . . .	89
4.2.2.3	Modèle de Bernard <i>et al.</i> . . . . .	93
4.2.2.4	Modèle de Cram <i>et al.</i> . . . . .	98
4.2.2.5	Modèle de Favre <i>et al.</i> . . . . .	103
4.2.2.6	Limites des modèles en champs moyens . . . . .	107
4.2.2.7	Résumé sur les modèles en champs moyens . . . . .	110
4.3	Modélisation de la PDRX . . . . .	113
4.3.1	Modèles JMAK . . . . .	113
4.3.2	Modèles en champs moyens . . . . .	113
4.3.2.1	Modèle de Beltran <i>et al.</i> . . . . .	113
4.3.2.2	Modèle de Montheillet <i>et al.</i> . . . . .	116
4.3.3	Modèle en champs complets . . . . .	117
4.3.3.1	Revue des modèles en champs complets . . . . .	117
4.3.3.2	Méthode level-set . . . . .	118
4.4	Conclusion . . . . .	123
<b>5</b>	<b>Modélisation de la recristallisation dynamique discontinue et post-dynamique</b>	<b>125</b>
5.1	Introduction . . . . .	126
5.2	Modèle semi-topologique de recristallisation dynamique discontinue .	127
5.2.1	Représentation du matériau : introduction d'une topologie simple . . . . .	127
5.2.2	Migration des joints de grains . . . . .	128

5.2.3	Écrouissage – restauration dynamique . . . . .	128
5.2.4	Germination . . . . .	129
5.2.5	Identification des paramètres du modèle . . . . .	130
5.2.6	Fonctionnement du modèle . . . . .	130
5.3	Modèle semi-topologique de recristallisation post-dynamique . . . . .	131
5.3.1	Restauration post-dynamique . . . . .	131
5.3.2	Migrations des joints de grains . . . . .	131
5.3.3	Fonctionnement du modèle . . . . .	132
5.4	Application du modèle semi-topologique de DDRX à l’acier 304L . . . . .	132
5.4.1	Effets sur les distributions de la taille des grains . . . . .	132
5.4.2	Influence des conditions expérimentales . . . . .	134
5.4.2.1	Effet de la température de déformation . . . . .	134
5.4.2.2	Effet de la vitesse de déformation . . . . .	135
5.4.2.3	Effet de la taille de grain initiale . . . . .	137
5.4.3	Limites du modèle semi-topologique . . . . .	138
5.5	Couplage des modèles DDRX et PDRX . . . . .	141
5.5.1	Couplage des modèles en champs moyens standard . . . . .	142
5.5.2	Couplage des modèles semi-topologiques . . . . .	144
5.5.3	Effet de la connectivité sur le couplage des modèles . . . . .	145
5.6	Comparaison avec un modèle en champs complets . . . . .	147
5.6.1	Introduction . . . . .	147
5.6.2	Comparaison des modèles en croissance de grain . . . . .	149
5.7	Conclusion . . . . .	151
 <b>Conclusion générale</b>		 <b>153</b>
 <b>Annexe A</b>		 <b>159</b>
 <b>Annexe B</b>		 <b>161</b>
 <b>Bibliographie</b>		 <b>163</b>



# Introduction

La sûreté nucléaire nécessite, en particulier, la maîtrise des procédés de fabrication qui sont mis en œuvre et le contrôle effectif de la qualité des matériaux et des produits. Le rôle du circuit primaire (figure 1.a) est d'extraire et de transporter, par circulation d'eau sous pression, la chaleur dégagée par le cœur d'une centrale nucléaire. Cette chaleur permet de monter à ébullition l'eau du circuit secondaire au niveau des générateurs de vapeurs. La vapeur ainsi produite fait tourner le groupe turbo-alternateur qui assure la production d'électricité. Afin de garantir la sûreté des installations nucléaires, chaque circuit est conçu en boucle fermée, les échanges de chaleur s'effectuent sans mélange, l'eau du circuit primaire en contact avec le cœur ne sort donc pas de l'enceinte de confinement définie par le circuit primaire. Celui-ci constitue une barrière étanche capable de retenir la dispersion des produits radioactifs en cas d'accident. Ce rôle est garanti par des mesures de contrôle lors du fonctionnement du réacteur mais également lors de l'assemblage de la chaudière nucléaire ou lors de la fabrication de chacune des pièces qui la constituent.



**Figure 1** – *Illustration des différents composants du circuit primaire d'une centrale nucléaire.*

Le projet, dans lequel s'intègre la présente thèse, s'intéresse en particulier à la fabrication des tuyauteries primaires réalisées en grande partie par forgeage chez AREVA Creusot Forge. Celles-ci permettent à l'eau du circuit primaire de circuler entre les différents éléments de la chaudière nucléaire (figure 1.b). Ainsi la branche

chaude relie la cuve au générateur de vapeur, la branche en U assure la liaison entre le générateur de vapeur et le groupe motopompe primaire, tandis que la branche froide relie le groupe motopompe à la cuve. Les conditions de fonctionnement du circuit primaire, induites par la circulation de l'eau sous 150 bars de pression à 330 °C et par l'irradiation, imposent de minimiser les zones potentiellement fragiles telles que les zones soudées. Pour cela, les branches primaires intègrent de manière monolithique les coudes et les piquages. Les ébauches des branches sont obtenues par forgeage à chaud de lingot plein, puis celles-ci sont percées et les géométries complexes sont usinées afin d'obtenir le produit final.

À la fin du processus de fabrication, l'absence de défauts ou d'inclusions dans l'acier est vérifiée à l'aide d'un contrôle non destructif aux ultrasons. Ce procédé permet de détecter et d'évaluer la taille des défauts de façon efficace, cependant lorsque la taille des grains devient non négligeable devant la longueur d'onde des ultrasons utilisés, le bruit de mesure devient trop important par rapport l'amplitude du signal. L'absence de défauts devient alors impossible à démontrer par ce contrôle imposé par l'autorité de sûreté nucléaire; la recette de la pièce n'est alors pas acceptée.

La taille de grain finale est liée aux transformations de la microstructure induites par la déformation et les recuits imposés par le procédé de forgeage. Le contrôle de la microstructure nécessite donc une connaissance précise des mécanismes physiques qui opèrent dans le matériau tels que la recristallisation dynamique discontinue ou post-dynamique. La recristallisation de l'acier est directement influencée par les conditions de déformation mais également par la composition chimique de l'acier. Ainsi, nos objectifs sont : (i) la compréhension des mécanismes liés aux transformations microstructurales lors du forgeage à chaud de l'acier 304L, (ii) la maîtrise de l'influence d'un ajout de niobium sur ces mécanismes, (iii) la validation d'un modèle de ces mécanismes physiques afin de prédire les caractéristiques de la microstructure (moyenne et distribution) à l'issue d'un procédé multipasses.

Pour cela, la thèse s'articule autour de 5 chapitres :

- **chapitre 1** : Le procédé de forgeage à chaud et ses caractéristiques sont tout d'abord présentés. Par la suite, ce chapitre est consacré aux mécanismes physiques intervenant dans la recristallisation dynamique discontinue. Ainsi les phénomènes liés aux mouvements des dislocations (création, montée, annihilation), à la migration des joints de grains (forces motrices, mobilité, blocage) et à la germination de nouveaux grains sont détaillés. Puis la fin du chapitre énumère les mécanismes de la recristallisation post-dynamique (statique, métadynamique, croissance de grain). L'objectif de ce premier chapitre est de présenter les mécanismes nécessaires à la compréhension et à l'interprétation des résultats expérimentaux.

- **chapitre 2** : Ce chapitre présente la démarche expérimentale mise en œuvre afin d'étudier le comportement du matériau dans les conditions de déformation du procédé de forgeage à chaud. D'abord, il indique la méthode d'élaboration ou l'origine des alliages étudiés ainsi que les compositions chimiques. Ensuite, la caractérisation du matériau à l'aide de l'essai de torsion est décrite notamment en termes de précision. La méthode de dépouillement des courbes de couple à partir de la formule de Fields et Backofen est également précisée. Enfin, les techniques de caractérisation de la microstructure et les outils d'analyse utilisés sont détaillés.
- **chapitre 3** : Après une présentation succincte des plans d'expérience, l'ensemble des résultats expérimentaux sont présentés dans ce chapitre. Celui-ci est structuré en deux parties majeures. Dans un premier temps, l'effet de la température, de la vitesse de déformation et de la teneur en niobium sur les courbes contrainte – déformation et sur les microstructures en DDRX sont identifiés. Dans un second temps, l'effet du taux de déformation, du temps de maintien et de la teneur en niobium sur les microstructures en PDRX sont détaillés. Chaque partie propose une interprétation des résultats au niveau des mécanismes physiques détaillés dans le chapitre 1.
- **chapitre 4** : Dans ce chapitre, une revue des différents modèles de recristallisation dynamique discontinue et post-dynamique est présentée. Ces modèles se divisent en plusieurs catégories en fonction du niveau de description physique qu'ils proposent. Ce projet s'intéresse en particulier aux modèles en champs moyens qui permettent une description locale des phénomènes physiques tout en limitant les temps de calcul. Ces modèles sont comparés de manière approfondie afin de permettre aux lecteurs de comprendre leurs différences, mais également, pour souligner la structure commune à l'ensemble de ces modèles. Les limites de la géométrie en champs moyens sont également discutées.
- **chapitre 5** : Un nouveau type de modèle de recristallisation est présenté dans ce chapitre. Développé à partir d'un modèle en champs moyens, celui-ci introduit une approche semi-topologique permettant de résoudre certaines limitations de ces modèles. Dans un second temps, les résultats du modèle sont comparés aux données expérimentales obtenues sur l'acier 304L. La validité de cette approche semi-topologique est discutée par comparaison avec un modèle en champs complets. Pour finir, les limites de ce nouveau modèle sont présentées et plusieurs solutions sont proposées.



# Chapitre 1

## Étude bibliographique

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>5</b>
<b>1.2</b>	<b>Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques</b>	<b>6</b>
1.2.1	Forgeage libre à chaud	7
1.2.2	Représentation multi-échelle de la structure d'un alliage métallique	9
1.2.3	Introduction aux aciers inoxydables auténitiques	12
<b>1.3</b>	<b>Recristallisation dynamique discontinue</b>	<b>15</b>
1.3.1	Écrouissage – restauration dynamique	15
1.3.2	Évolution de la microstructure sous l'action de la recristallisation dynamique discontinue	18
1.3.3	Migration des joints de grains	21
1.3.4	Mécanismes de germination	24
<b>1.4</b>	<b>Recristallisation dynamique continue</b>	<b>28</b>
<b>1.5</b>	<b>Recuit après déformation à chaud</b>	<b>30</b>
1.5.1	Recristallisation statique	30
1.5.2	Recristallisation post-dynamique	30
1.5.3	Croissance de grain	32
<b>1.6</b>	<b>Conclusion et objectifs de la thèse</b>	<b>33</b>

---

### 1.1 Introduction

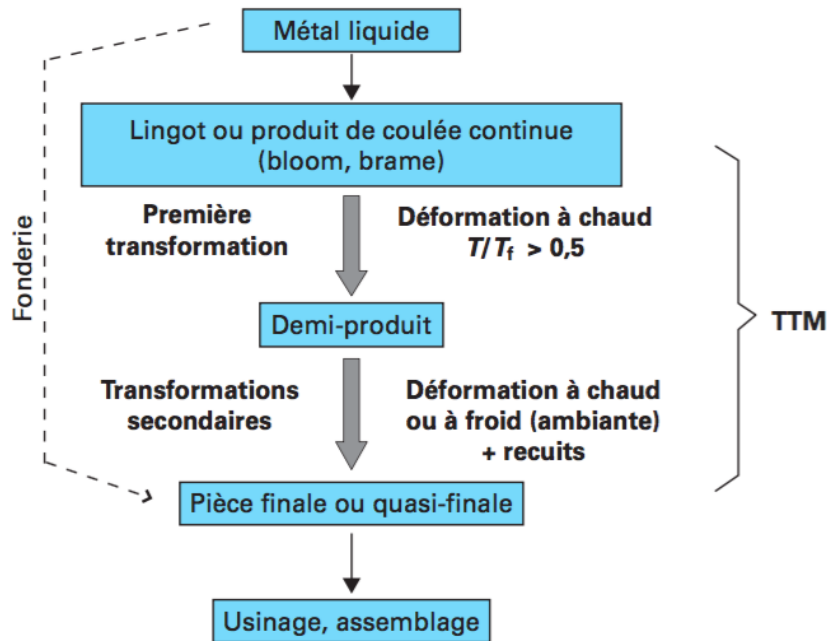
L'évolution de la microstructure d'un acier lors de son processus de mise en forme à chaud dépend d'un grand nombre de paramètres physiques. Ce chapitre synthétise les différents mécanismes physiques qui interviennent dans le contrôle de l'évolution de la structure du matériau, lors des différentes étapes de fabrication de la pièce. Dans un premier temps, les caractéristiques du procédé de fabrication ainsi que celles du matériau sont présentées. En effet, le déclenchement de ces mécanismes

dépend essentiellement de deux facteurs : le procédé de mise en forme et la nature du matériau déformé. Le premier détermine les conditions de déformation telles que la gamme de température ou la vitesse de déformation. Les caractéristiques intrinsèques du matériau déterminent, quant à elles, les mécanismes physiques qui opèrent dans les conditions de déformation imposées par le procédé de mise en forme. Dans un second temps, la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) est présentée ainsi que les transformations microstructurales qui en résultent. Les mécanismes constitutifs de la DDRX tels que l'écrouissage, la restauration dynamique, la migration des joints de grains et la germination, sont détaillés. Enfin, comme le forgeage à chaud est procédé multipasses, les évolutions possibles de la microstructure, en fonction de l'état de déformation, pendant un recuit en température sont présentées.

### 1.2 Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques

De nombreux procédés de fabrication industriels font intervenir une ou plusieurs étapes de déformation à chaud, c'est-à-dire dans la gamme de température définie par  $T/T_f > 0,5$  avec  $T_f$  la température absolue de fusion du matériau. Ce domaine concerne entre autres les procédés de laminage et de forgeage. Dans un premier temps, ces procédés industriels étaient utilisés pour la mise en forme du produit uniquement (forme, cotes, planéité, rugosité, *etc.*). En effet, la diminution de la contrainte d'écoulement à chaud permet d'augmenter la formabilité du matériau par rapport aux procédés de déformation à froid. Les traitements thermiques sur les produits quasi-finis permettaient, quant à eux, d'obtenir les propriétés visées (dans le cas des aciers au carbone, le revenu d'austénitisation associé à la trempe permet de régler le compromis résistance/résilience selon les besoins).

Cependant, petit à petit, les industriels ont cherché à améliorer en parallèle la microstructure du matériau. De proche en proche, l'amélioration de la structure s'est faite à une échelle de plus en plus fine : taille moyenne des grains, distribution de leurs tailles, orientation cristallographique des grains, distribution des précipités, *etc.* Les traitements thermomécaniques regroupent l'ensemble des procédés (déformation à chaud, recuits, maintiens interpasses, déformation à froid ou mi-chaud, *etc.*) ayant pour but d'agir sur la structure du matériau (figure 1.1). Ils permettent de réaliser de nouveaux compromis, de nouvelles propriétés ou les mêmes à moindre coût, en se servant des évolutions microstructurales induites par la déformation et les recuits. L'obtention de la microstructure voulue est devenue prioritaire, en particulier pour les produits à fortes valeurs ajoutées, par rapport à l'opération de mise en forme proprement dite.



**Figure 1.1** – Positionnement des traitements thermomécaniques dans le processus de production [1].

Cependant le contrôle de l'évolution de la microstructure au cours du processus de fabrication nécessite une connaissance précise des mécanismes physiques qui opèrent dans le matériau. Or la nature des procédés industriels et la taille des pièces induisent de forts gradients de température et de déformation qui ne sont pas aisément reproductibles en laboratoire. À l'inverse, la maîtrise des mécanismes physiques nécessite un contrôle précis de la température, des vitesses et des chemins de déformation lors des étapes de mise en forme, ce qui n'est pas toujours possible, en particulier pour le procédé de forgeage à chaud.

### 1.2.1 Forgeage libre à chaud

Le forgeage libre est un procédé de mise en forme des métaux par déformation plastique à chaud de lingot à l'aide d'outils simples et opérant par pression [2] (figure 1.2). Ce procédé est généralement complété par des traitements thermiques dans le but d'optimiser et d'homogénéiser la microstructure, ainsi que par des opérations d'usinage permettant d'affiner les dimensions de la pièce et de réaliser des géométries complexes (piquage, coude, *etc.*). Les matériaux industriels étudiés dans ce manuscrit sont utilisés pour la fabrication des pièces lourdes du circuit primaire d'une centrale nucléaire. La mise en forme de ces pièces à partir d'un lingot d'acier de plusieurs dizaines de tonnes s'effectue en plusieurs étapes spécifiques :

- Le bloomage constitue la première étape du forgeage et permet de mettre au rond le lingot. En effet, les lingots sont coulés dans des moules légèrement



coniques. Cette première étape est régulièrement suivie de l'élimination de la tête et du pied de lingot où sont localisées la majeure partie des ségrégations.

- L'écrasement a pour but d'augmenter la section d'une ébauche en réduisant sa longueur. Cette étape permet de compenser la perte de diamètre occasionnée par l'allongement du lingot durant le bloomage.
- L'étirage, à l'inverse de l'écrasement, consiste à allonger l'ébauche selon son axe initial en une barre de section ronde. La réduction de section n'est pas forcément uniforme sur l'ensemble du lingot mais dépend de la forme visée. Par exemple, pour permettre la réalisation de zones de piquages par usinage, une section plus large, car moins étirée, est ménagée à cet effet.

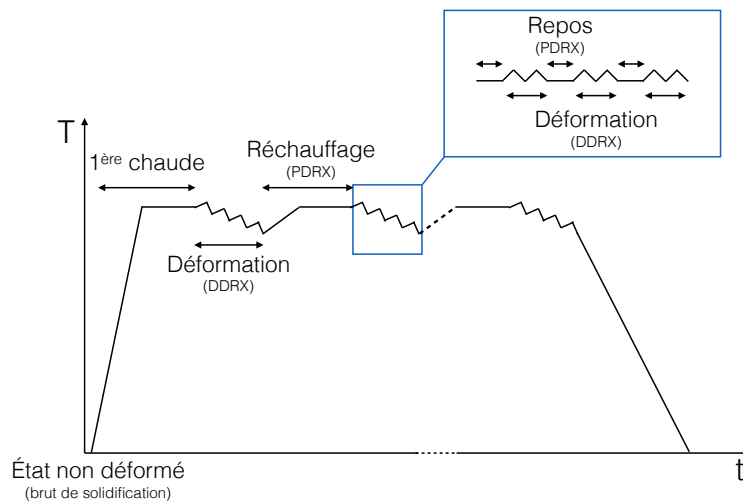


**Figure 1.2** – *Lingot en cours de forgeage.*

L'obtention de la pièce à la géométrie visée à la fin du forgeage nécessite plusieurs allers-retours entre le four et la presse de forgeage. En effet, si les opérations de bloomage et d'écrasement s'effectuent dans la foulée de la première chaude, l'étirage nécessite plusieurs réchauffages. L'ensemble du processus de forgeage d'une pièce alterne donc des passes de forgeage et des réchauffages (figure 1.3). La ductilité à chaud de l'acier augmentant avec la température, la passe de forgeage débute généralement à une température proche de 1280 °C afin de faciliter le travail et se termine autour de 900 °C. Cette gamme de température présente également l'avantage d'être suffisamment élevée pour permettre la recristallisation de l'acier. La structure hétérogène, dentritique et à gros grains de cristallisation qui résulte de la coulée, laisse alors place à une nouvelle structure plus fine et moins hétérogène. L'évolution de cette structure dépend à la fois de processus dynamiques au cours de la déformation, mais également de processus post-dynamiques lors des réchauffages et entre deux coups de presse sur la même zone. En effet, l'ébauche tourne entre chaque coup de

## 1.2 Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques

presse, ainsi pendant les passes de forgeage, la structure évolue également sous l'effet de la température, avant que l'on revienne déformer la même zone.



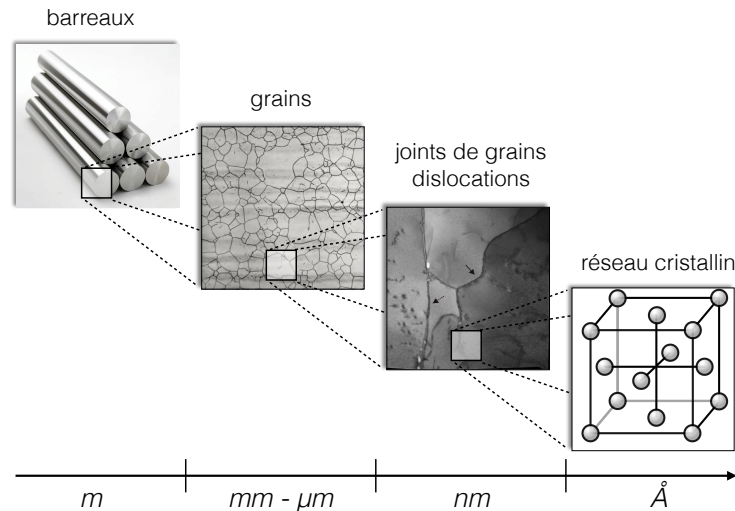
**Figure 1.3** – Représentation schématique d'une gamme de forgeage alternant des phases de déformation et des phases de réchauffages.

L'optimisation de la gamme de forgeage doit permettre d'obtenir un compromis entre la rapidité de mise en forme de la pièce, facilitée à haute température, et l'optimisation de la microstructure, favorisée à plus basse température, tout en évitant le risque d'apparition de criques. Les presses modernes précises et à grande vitesse de pénétration permettent de combiner les mouvements de la presse et du manipulateur (figure 1.2), augmentant la rapidité du procédé [2], avec un gain en productivité et une économie d'énergie par réduction du nombre de réchauffage.

### 1.2.2 Représentation multi-échelle de la structure d'un alliage métallique

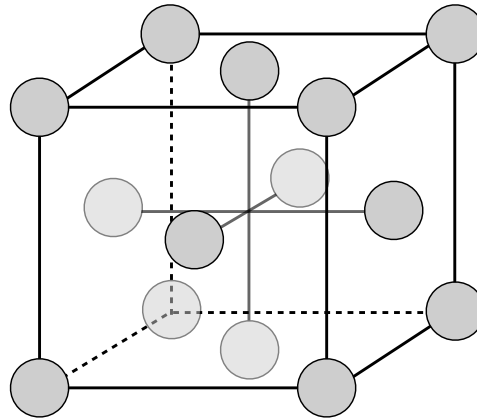
Les matériaux métalliques sont utilisés pour de nombreuses applications car ils permettent de couvrir un large spectre de propriétés macroscopiques. Ces propriétés diverses et variées proviennent d'une part de la composition chimique des alliages et d'autre part de la structuration à plusieurs échelles de ce type de matériau (figure 1.4) :

- À l'échelle atomique, la structuration du matériau s'effectue lors de la solidification. Les atomes métalliques s'organisent entre eux lors du passage de l'état liquide à l'état solide. Cette structuration est caractérisée par la répétition tridimensionnelle d'un motif toujours identique constitué d'atomes [3]. Dans les aciers austénitiques, alliages utilisés dans cette étude, la structure cristalline est cubique à faces centrées (CFC) (figure 1.5). Les plans atomiques se superposent de manière à ce que les atomes de fer occupent les sommets



**Figure 1.4** – *Structuration multi-échelle des matériaux cristallins.*

et les centres des faces d'un cube [4]. Cependant cette organisation dépend de la nature et de la proportion des atomes métalliques qui composent l'alliage et s'effectue de manière à minimiser l'énergie du système à la température donnée.



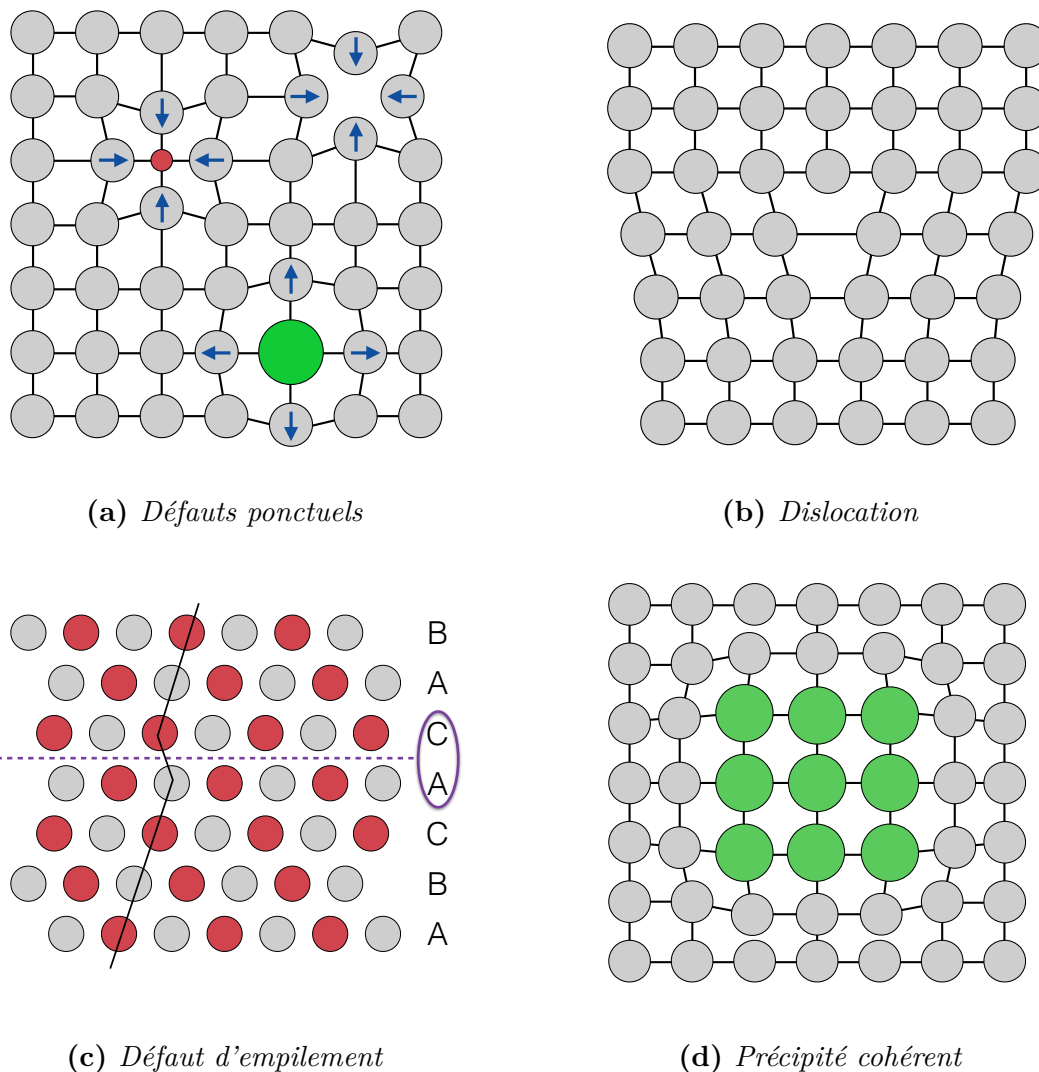
**Figure 1.5** – *Représentation schématique de la structure cristalline cubique à faces centrées.*

- À l'échelle microscopique, la répétition périodique du motif d'atomes sur une très longue distance permet de définir la notion de cristal. Les matériaux métalliques sont dits polycristallins, c'est-à-dire qu'ils sont constitués de plusieurs cristaux de structure cristalline identique mais dont les plans atomiques possèdent des orientations différentes. En métallurgie, chaque cristal constitue un grain et la frontière intergranulaire est appelée joint de grains. Le joint est caractérisé par une discontinuité du réseau cristallin avec une désorientation

## 1.2 Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques

supérieure à 15°.

L'organisation des plans atomiques n'est pas toujours parfaitement ordonnée par rapport au cristal parfait, ainsi les structures réelles sont le siège de défauts de natures différentes à plusieurs échelles. Au niveau atomique, on peut distinguer les défauts ponctuels comme les lacunes ou la présence d'atomes étrangers qui provoquent une contraction ou une dilatation locale du réseau atomique (figure 1.6.a).



**Figure 1.6** – Défauts du réseau atomique. (a) Les atomes étrangers (en rouge et vert) ainsi que les lacunes provoquent une distorsion locale du réseau. (b) Les dislocations sont des défauts linéaires (ici dans le plan perpendiculaire à l'image) (c) Les défauts d'empilement sont une conséquence d'une mauvaise superposition des plans atomiques. (d) Les précipités cohérents déforment le réseau atomique.

Les dislocations sont des défauts linéaires du réseau et s'étendent sur plusieurs distances atomiques (figure 1.6.b). Enfin lorsque l'empilement des plans atomiques n'est pas régulier, on parle de défaut d'empilement (figure 1.6.c). Au niveau microscopique, les précipités diffèrent du cristal par leur nature chimique car ils sont formés par combinaison des éléments d'alliages entre eux, comme par exemple les

carbures de niobium ou bien entre les atomes du métal et les atomes des éléments d'alliages. Les précipités cohérents présentent une continuité cristallographique avec la matrice mais possèdent pour la plupart une distance inter-atomique différente provoquant une distorsion locale du réseau (figure 1.6.d). Les précipités incohérents, quant à eux, ne possèdent aucune relation cristallographique avec le réseau [5].

Cette structuration à plusieurs échelles dans le matériau participe activement aux propriétés macroscopiques du matériau. Ainsi l'arrangement atomique détermine les propriétés intrinsèques du matériau comme la nature de la conductivité électrique ou les constantes élastiques (module d'Young) qui traduisent les potentiels interatomiques entre les atomes voisins. Les défauts du réseau, tels que les dislocations, les joints de grain ou les précipités interviennent lors de la déformation plastique du matériau et influencent les propriétés mécaniques.

L'ensemble des mécanismes physiques détaillés dans la suite de ce manuscrit interviennent lors des traitements thermomécaniques. L'étude de ces mécanismes est donc indispensable afin de comprendre comment ils modifient la structure du matériau à plusieurs échelles et quels sont leurs impacts sur les propriétés mécaniques macroscopiques.

### 1.2.3 Introduction aux aciers inoxydables auténitiques

#### 1.2.3.1 Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables désignent une famille d'alliages métalliques contenant du fer et du chrome et sont employés d'une part, pour leurs propriétés de résistance à la corrosion et d'autre part, pour la tenue de leurs caractéristiques mécaniques en température. Ces caractéristiques en font un matériau de premier choix dans de nombreux domaines industriels tels que l'alimentaire (coutellerie), le médical (cuves, outils de chirurgie), l'industrie chimique/pétrochimique (cuves, tuyauteries), le bâtiment (décorations), les transports (éléments de structure) ou encore le domaine énergétique (échangeurs de chaleur, tuyauteries) [6]. La grande facilité de mise en forme des aciers inoxydables par des techniques de déformation à froid ou à chaud, ainsi que la disponibilité à grande échelle des métaux entrant dans leur composition permettent de produire des pièces complexes avec un coût compétitif. Enfin, ils sont entièrement recyclables, propriété de plus en plus importante lors de la sélection des matériaux. En fonction de la composition chimique et des méthodes d'élaboration, les aciers inoxydables offrent un panel de propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion très variées permettant de couvrir une gamme de performance étendue. On peut donc distinguer plusieurs familles d'aciers inoxydables dont chacune possède leurs propres caractéristiques [7] :

- Les aciers inoxydables martensitiques sont caractérisés par leurs résistances

## 1.2 Traitements thermomécaniques sur les aciers austénitiques

---

mécaniques élevées (limite d'élasticité, résistance à la rupture et dureté) obtenues au détriment de la ductilité. Ils possèdent une structure cubique centrée et sont ferromagnétiques.

- Les aciers inoxydables austénitiques représentent la majeure partie des aciers inoxydables produits. La structure cubique à faces centrées leur confèrent une très bonne ductilité et ténacité dans une vaste plage de température. Ils sont également très faciles à mettre en forme et possèdent une excellente soudabilité. L'utilisation de nombreux éléments d'addition permet d'adapter les propriétés en fonction de l'application visée.
- Les aciers inoxydables ferritiques possèdent une formabilité moyenne en comparaison avec les aciers austénitiques. Ils sont surtout utilisés pour la résistance à la corrosion intergranulaire obtenue par l'ajout d'éléments stabilisants qui permettent de fixer le carbone et l'azote sous la forme de précipités. Ils représentent parfois une alternative aux aciers austénitiques du fait de leurs faibles coûts de production (absence de nickel). Ils possèdent une structure cubique centrée et sont ferromagnétiques.
- Les aciers inoxydables duplex (austéno-ferritiques) possèdent une structure biphasée généralement composée de 50 % de ferrite et 50 % d'austénite. Ces alliages permettent d'obtenir une bonne résistance à la corrosion intergranulaire avec une limite d'élasticité élevée.

### 1.2.3.2 Propriétés de l'acier inoxydable austénitique 304L

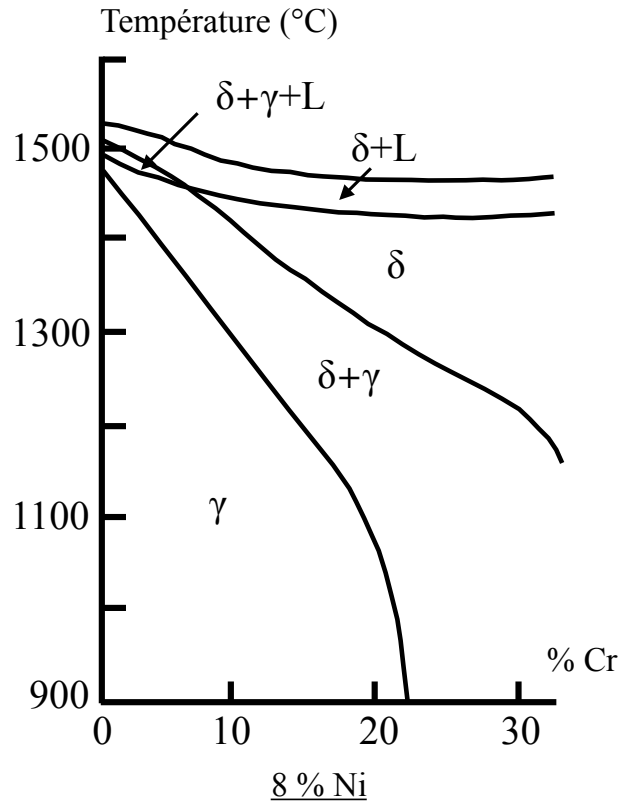
#### Caractère austénitique de l'acier 304L

Parmi les aciers inoxydables austénitiques, la série des alliages "300" basée sur une composition 18 %Cr et 8 %Ni représente la grande majorité du marché mondial grâce leur bonne ténacité et ductilité. Le caractère austénitique à température ambiante des alliages 304L peut être vérifié avec précision en évaluant les teneurs respectives des éléments alphagènes ( $\%Cr_{eq}$ ) et gammagènes ( $\%Ni_{eq}$ ) à partir des relations empiriques suivantes [8] :

$$\%Cr_{eq} = \%Cr + 5,5(\%Al) + 2(\%Si) + 1,75(\%Nb) + 1,5(\%Mo) + 1,5(\%Ti) \quad (1.1)$$

$$\%Ni_{eq} = \%Ni + \%Co + 30(\%C) + 25(\%N) + 0,3(\%Cu) + 0,5(\%Mn) \quad (1.2)$$

La figure 1.7 montre que les alliages de type 18–8 sont bien monophasés et austénitiques dans la gamme de forgeage.



**Figure 1.7** – Diagramme de phase à haute température des alliages ternaires Fe–Cr–Ni. À partir de [7].

### Propriétés physiques de l'acier 304L

La température de fusion de l'acier 304L est de 1400 °C [9]. L'acier 304L possède une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC) (*cf.* figure 1.5) avec un paramètre de maille  $a$  égal à  $3,588 \times 10^{-10}$  m [10]. Le vecteur de Burgers est donc de  $b = a/\sqrt{2} = 2,54 \times 10^{-10}$  m. Ces paramètres sont considérés indépendants de la température.

Le tableau 1.1 présente quelques caractéristiques physiques de l'acier 304L en fonction de la température. On remarque que le module de cisaillement  $\mu$  décroît linéairement entre 24 °C et 816 °C. Frost et Ashby [11] suggèrent d'extrapoler ce comportement linéaire dans le domaine des hautes températures. Ainsi le module de cisaillement peut être évalué en fonction de la température selon la relation suivante :

$$\mu = \mu_0 \left( 1 - 0,85 \times \frac{(T - 300)}{1810} \right) \quad (1.3)$$

où  $T$  est la température en Kelvin et  $\mu_0$  le module de cisaillement à 300 K ( $\mu_0 = 81 \text{ GN/m}^2$ )



### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

**Tableau 1.1** – Évolution des caractéristiques physiques de l'acier 304L en fonction de la température [12] (statique/dynamique).

Température (°C)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Module de cisaillement (GPa)	Module de cisaillement théorique (GPa)
24	196 / 200	0,24 / 0,30	79 / 77	81
149	189 / 188	0,28 / 0,31	73 / 72	76
260	183 / 180	0,30 / 0,31	70 / 68	72
371	175 / 171	0,31 / 0,32	66 / 64	68
482	159 / 163	0,28 / 0,32	55 / 61	63
593	153 / 155	0,30 / 0,32	59 / 58	59
704	141 / 146	0,28 / 0,33	55 / 55	55
816	124 / 138	0,25 / 0,34	50 / 52	51

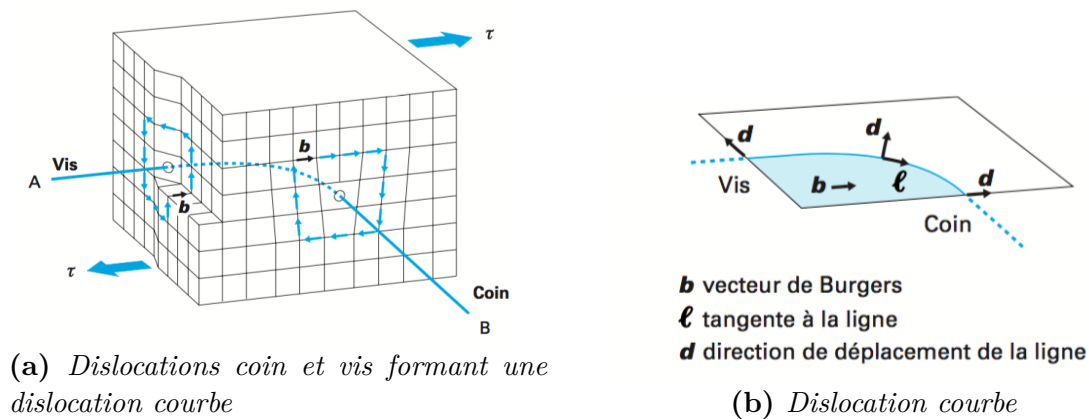
## 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

### 1.3.1 Écrouissage – restauration dynamique

#### 1.3.1.1 Les dislocations

Les processus d'écrouissage et de restauration dynamique concernent les dislocations. Dans la section 1.2.2, une dislocation est définie comme un défaut linéaire de la structure cristalline. En effet, à l'échelle atomique, une dislocation est une région autour d'une ligne où les atomes ne sont pas dans leur position théorique dans le cristal [13]. Cette imperfection se traduit par un cœur très perturbé sur la ligne et un champ de distorsion élastique à longue portée. Outre sa ligne, une dislocation est caractérisée par son vecteur de Burgers  $b$ . Il s'agit du déplacement qui permet de clôturer une boucle initialement fermée dans un cristal parfait mais qui se trouve ouverte lorsqu'elle entoure la ligne de dislocation (figure 1.8.a). D'un point de vue physique, le vecteur de Burgers représente le déplacement élémentaire (minimal) induit par le mouvement de la dislocation et correspond à une translation du réseau entre les premiers voisins le long des directions denses [5]. On distingue deux types de dislocations :

- Les dislocations coin possèdent un vecteur de Burgers perpendiculaire au vecteur tangent à la ligne. Elle peut être visualisée en insérant un demi-plan atomique supplémentaire dans une structure parfaite (figure 1.6.b).
- Les dislocations vis possèdent un vecteur de Burgers parallèle au vecteur tangent à la ligne.



**Figure 1.8** – Illustration des configurations atomiques de caractère coin et de caractère vis sur une dislocation courbe [5].

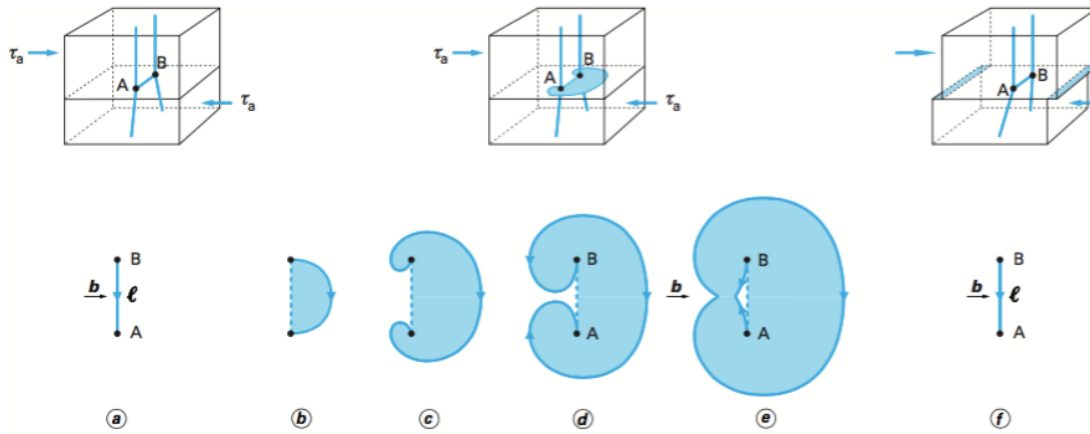
En pratique, lors du glissement de la dislocation, la ligne de dislocation se courbe, l'angle entre le vecteur de glissement et le vecteur de Burgers est alors quelconque, on parle de dislocation mixte. La dislocation se propage alors dans une direction perpendiculaire à la tangente locale à la ligne comme illustré par la figure 1.8.b. Le glissement d'une dislocation s'effectue de proche en proche comme s'il y avait rupture et reformation des liaisons atomiques un peu plus loin.

### 1.3.1.2 Écrouissage

Le mécanisme d'écrouissage caractérise l'augmentation de la densité des dislocations dans le matériau sous l'action de la déformation. En effet, le mouvement d'une dislocation peut engendrer un grand nombre d'autres dislocations par simple glissement sur un plan, ce mécanisme est connu sous le nom de source de Frank et Read [14]. La figure 1.9 illustre la formation de boucles fermées de dislocations qui parcourent tout le plan de glissement. En considérant la propagation d'une dislocation ancrée à ses extrémités, par exemple par d'autres dislocations ayant des plans de glissement différents, la dislocation initialement rectiligne acquiert une courbure. En se propageant, la courbe s'étend jusqu'à revenir sur elle-même, les deux parties se rejoignant et formant la première boucle d'une série de boucles fermées de dislocation [13].

L'écrouissage impacte les propriétés des matériaux métalliques car les dislocations participent à la déformation plastique du matériau. En effet, le mouvement d'une dislocation permet une déformation macroscopique du cristal sous l'action des contraintes appliquées : chaque atome ne se déplace que d'une seule distance interatomique pendant que la dislocation en parcourt plusieurs [13]. Une dislocation subit l'influence du champ de contrainte résultant des interactions élastiques des dislocations qui l'entourent, ce qui a tendance à la bloquer. Il faut donc fournir

### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue



**Figure 1.9** – Formation de boucles de dislocations par le mécanisme de source de Frank et Read : (a) dislocation rectiligne ancrée aux extrémités, (b) courbure de la dislocation lors du glissement dans le plan, (c) et (d) propagation de la courbe qui revient sur elle même, (e) les deux parties se rejoignent pour former une boucle fermée et (f) nouvelle dislocation rectiligne [5].

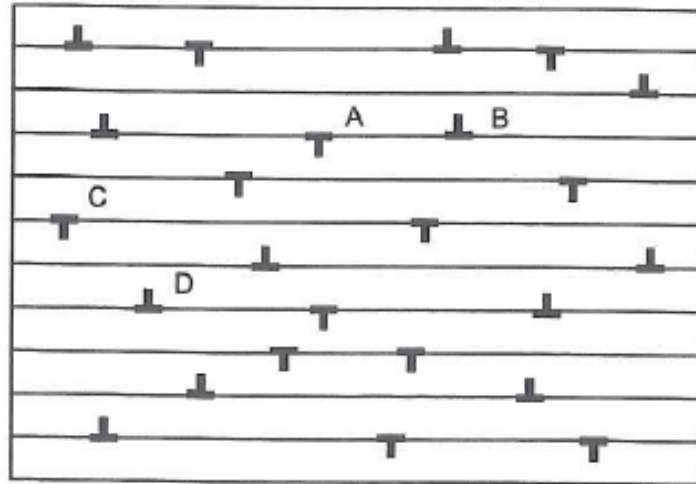
une force extérieure plus grande pour permettre la mise en mouvement de la dislocation dans le matériau. L'accumulation d'un grand nombre de dislocations dans le matériau provoque un durcissement de celui-ci, ce phénomène également appelé durcissement par la forêt de dislocations a été modélisé par Taylor [15] qui aboutit à :

$$\sigma = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (1.4)$$

où  $\sigma$  est la contrainte d'écoulement,  $\alpha$  une constante sans dimension,  $\mu$  le module de cisaillement élastique,  $b$  le module du vecteur de Burgers et  $\rho$  la densité de dislocations.

#### 1.3.1.3 Restauration dynamique

La restauration dynamique désigne l'ensemble des processus physiques permettant, pendant la déformation, une diminution de la densité de dislocations dans le matériau sans faire appel à la migration des joints de grains (c'est-à-dire par des interactions entre les dislocations). Ces processus, activés thermiquement, reposent sur le mouvement des dislocations par l'intermédiaire des mécanismes de glissement dévié et de montée. L'élimination des dislocations est possible soit par absorption de celles-ci dans les joints de grains, soit par annihilation par paires. La figure 1.10 représente schématiquement les mécanismes d'annihilation des dislocations de signes opposés. Le mécanisme de montée favorise, quant à lui, l'élimination des dislocations en bordure du réseau (au niveau des joints de grains). Pour qu'une dislocation puisse monter, il faut déplacer des crans par diffusion atomique.



**Figure 1.10** – Représentation schématique des dislocations coins dans un cristal. Les dislocations A et B sont situées sur deux plans de glissement parallèles séparés d'une distance interatomique et sont de signes opposés (de vecteurs de Burgers  $+b$  et  $-b$ ), elles pourront donc s'éliminer par glissement l'une vers l'autre. Les dislocations C et D quant à elles pourront s'éliminer en combinant les mécanismes de montée et de glissement, combinaison possible à haute température [16].

Lorsque la mobilité des dislocations est grande, la formation de sous-joints de grains, évoquée dans la section 1.4, par l'intermédiaire de parois de dislocations, permet également de diminuer la densité de dislocations et donc l'énergie stockée dans le matériau.

### 1.3.2 Évolution de la microstructure sous l'action de la recristallisation dynamique discontinue

#### 1.3.2.1 Mécanismes de la recristallisation dynamique discontinue

Les aciers austénitiques ou les laitons sont des matériaux à faible énergie de défaut d'empilement (EDE) ( $\gamma_{SFE} = 20\text{--}25 \text{ mJ/m}^2$ ). Dans ces matériaux, la mobilité des dislocations est faible, les processus de restauration dynamique sont donc peu efficaces, permettant l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations. Sous l'action de la déformation, le matériau va fortement s'écrouir, l'énergie élastique stockée sous forme de dislocations devient suffisamment importante pour constituer une force motrice suffisante à la germination de nouveaux grains. La formation de germes pendant la déformation est un processus physique caractéristique de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX). Plusieurs mécanismes sont susceptibles d'expliquer la formation de ces germes, ceux-ci seront détaillés dans la section 1.3.4. Les germes sont des régions de faible volume, presque dépourvues de dislocations et qui apparaissent préférentiellement au niveau des joints de grains. Ces nouveaux grains croissent au détriment des anciens grains écrouis et la migration des joints de

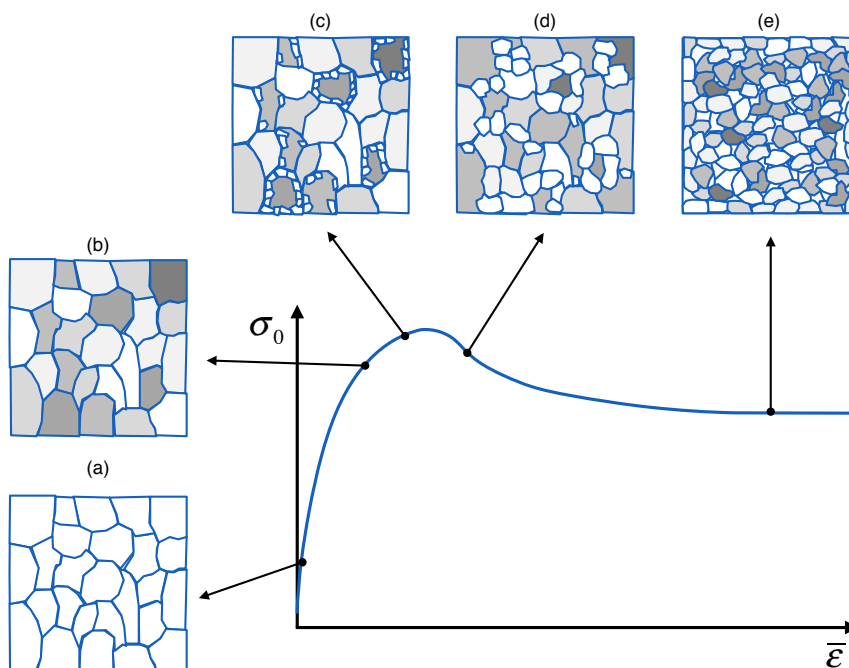
### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

grains va absorber les dislocations provoquant une diminution de l'énergie élastique du système. Le processus de DDRX va contrôler l'évolution de la microstructure et peut conduire à deux cas de figure en régime stationnaire (taille de grain  $D_S$ ) par rapport à l'état initial (taille de grain  $D_0$ ) :

- un affinement de la taille de grain ( $D_S < D_0$ );
- un grossissement de la taille de grain ( $D_S > D_0$ ).

#### 1.3.2.2 Affinement de la taille de grain

D'après Sakai et Jonas [17], la DDRX conduit à une courbe contrainte – déformation avec un maximum unique lorsque  $D_0 > 2D_S$ . Après l'écroutissage du matériau, les germes se forment préférentiellement sur les joints des grains les plus écroutis, puis croissent au détriment des anciens grains écroutis. Sous l'action de la déformation ces nouveaux grains s'écroutissent également jusqu'à l'apparition de nouveaux germes qui vont croître à leur tour et ainsi de suite. Dans ce cas, la germination initiale s'effectue en collier, les germes étant suffisamment petits devant la taille des grains initiaux pour croître sans se bloquer. Ceci permet une simultanéité de l'ensemble des mécanismes en régime transitoire et en régime stationnaire : écroutissage, germination et croissance de grains, la recristallisation opère donc de manière non synchronisée.

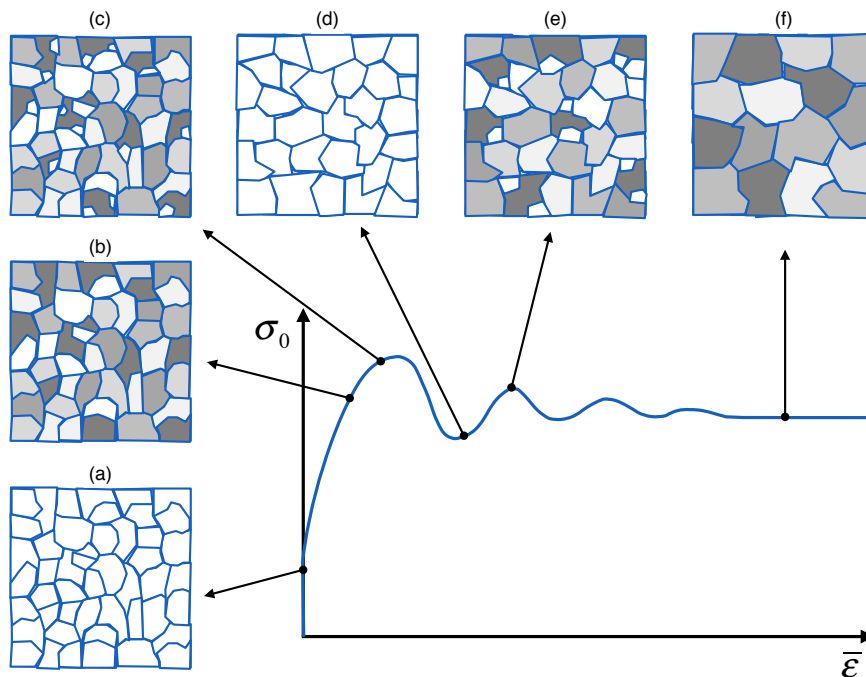


**Figure 1.11** – Évolution de la microstructure par DDRX dans le cas d'un affinement de la taille de grain moyenne : (a) Structure initiale vierge de densité de dislocations, (b) écroutissage des grains initiaux, (c) apparition des premiers germes sur les joints des grains les plus écroutis, (d) croissance des nouveaux grains au détriment des anciens grains, (e) microstructure au régime stationnaire.

Ce processus donne au matériau un état d'écroissage fortement hétérogène et est caractérisé par une courbe contrainte – déformation présentant une seule phase d'adoucissement comme illustré par la figure 1.11.

### 1.3.2.3 Grossissement de la taille de grain

Lorsque  $D_0 < 2D_S$ , la DDRX conduit à une courbe contrainte – déformation qui présente des oscillations associées à la croissance de la taille de grain. Lorsque la taille des germes s'approche de la taille des grains initiaux, la croissance des germes est interrompue par leurs interactions mutuelles. Ainsi la première génération de germes s'écroit tandis que leur croissance est bloquée, ce qui se traduit par la seconde croissance de la courbe contrainte – déformation. Puis ces nouveaux grains écrois conduisent à l'apparition synchronisée de nouveaux germes qui vont croître à leur tour, ce qui est à l'origine de la seconde décroissance de la courbe contrainte – déformation et ainsi de suite. La recristallisation s'effectue donc par cycles de germination, croissance de grain et écroissage, jusqu'au régime stationnaire; on parle alors d'un processus synchronisé caractérisé par la présence d'oscillations sur la courbe contrainte – déformation comme illustré par la figure 1.12.



**Figure 1.12** – Évolution de la microstructure par DDRX dans le cas d'un grossissement de la taille de grain moyenne : (a) Structure initiale virgée de densité de dislocations, (b) écroissage des grains initiaux, (c) apparition des premiers germes dans les grains les plus écrois, (d) croissance des nouveaux grains bloquée par leurs interactions mutuelles, (e) écroissage de la première génération des nouveaux grains et apparition de la seconde génération de germes, (f) microstructure au régime stationnaire.

En régime stationnaire, on retrouve simultanément l'ensemble des mécanismes de

### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

---

la recristallisation quelle que soit la nature de la phase transitoire. Les propriétés mécaniques résultent donc d'une moyenne des propriétés instantanées de l'ensemble des grains.

#### 1.3.3 Migration des joints de grains

##### 1.3.3.1 Mobilité du joint de grains

Le joint de grains se déplace dans le matériau avec une vitesse  $v$  en réponse à une pression  $P$  qui s'applique sur le celui-ci. Cette vitesse est considérée comme proportionnelle à la pression exercée et est dépendante de la mobilité  $M$  du joint de grains telle que :

$$v = MP \quad (1.5)$$

La pression responsable de la migration du joint de grains peut avoir plusieurs origines en fonction des conditions expérimentales. Pendant la recristallisation dynamique discontinue, le matériau est suffisamment écroui pour considérer la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint comme la principale force motrice de migration du joint de grains. En effet, le déplacement du joint entraîne une absorption des dislocations, laissant une zone qui en est dépourvue suite à son passage. Cette absorption des dislocations provoque une diminution de l'énergie élastique du système, ce qui est favorable à la migration du joint de grains. Dans un matériau recristallisé, dans lequel la densité de dislocations est faible, l'énergie de surface de part et d'autre du joint de grains participe également à sa mobilité (*cf.* section 1.5.3).

Le joint de grains est définie comme la frontière intergranulaire entre deux cristaux dans un matériau polycristallin. Le principal mécanisme de la migration du joint de grains est le transfert d'atomes par saut atomique (diffusion) entre les deux grains adjacents au joint. La migration du joint est donc sensible à la température mais également à la présence de défauts dans le réseau cristallin. Cette dépendance en température de la mobilité du joint de grains est définie par la relation suivante :

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.6)$$

où  $T$  est la température,  $R$  la constante des gaz parfaits,  $M_0$  la mobilité initiale des joints de grains et  $Q$  l'énergie d'activation liée à la dépendance thermique du processus de diffusion des atomes.

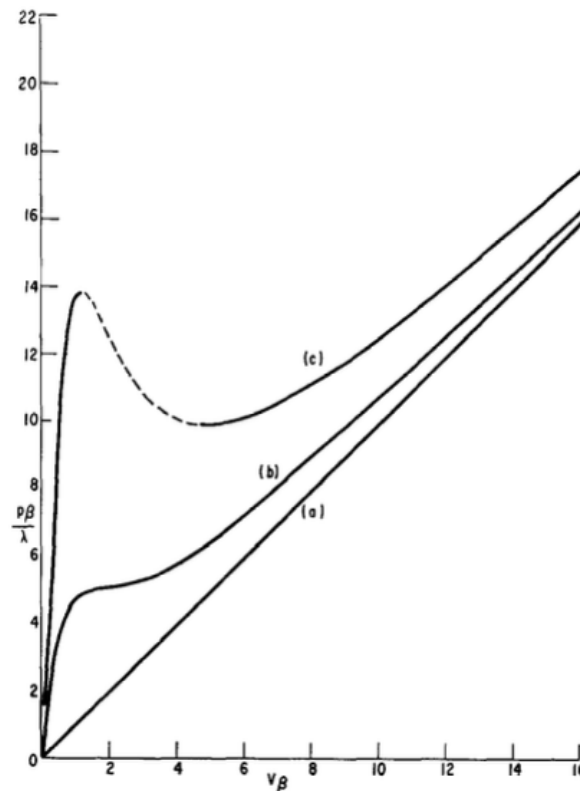
La sensibilité aux défauts du réseau cristallin se manifeste, quant à elle, par l'intermédiaire de nombreux phénomènes physiques. Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons en particulier à deux phénomènes : le traînage des solutés (solute



drag) qui concerne les éléments en solution solide et l'épinglage de Zener (Zener pinning) associé aux précipités.

### 1.3.3.2 Traînage des solutés

Les atomes en solution solide ralentissent la migration des joints de grains en diminuant leur mobilité. Ces atomes issus des éléments d'addition créent une dilatation ou une contraction locale dans le réseau cristallin du fait de leur taille différente de celle des atomes de la matrice [5]. Ils ségrègent préférentiellement à proximité des joints de grains, c'est-à-dire à l'interface entre deux réseaux cristallins ordonnés. Lors de la migration du joint de grains, ces atomes accompagnent la paroi par diffusion, provoquant une diminution de sa mobilité. En effet, en fonction de l'énergie attractive ou répulsive du joint sur les atomes de soluté, ceux-ci sont poussés devant ou tirés derrière. Ce mécanisme de traînage des solutés a été décrit par Lücke et Detert [18] puis détaillé par la suite par [19, 20].



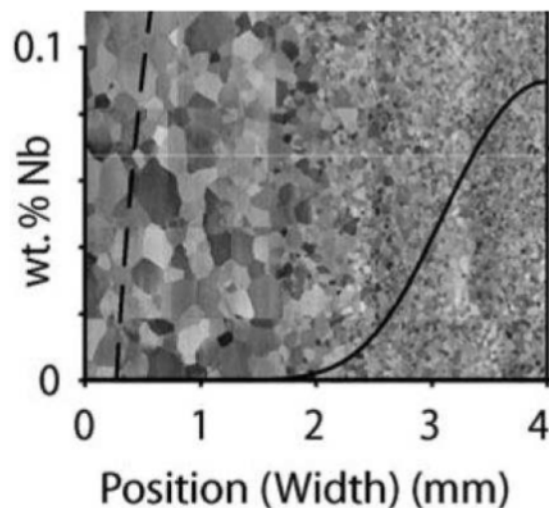
**Figure 1.13** – Évolution de la force motrice en fonction de la vitesse de migration du joint de grains dans le cas (a) d'un métal pur, (b) d'une concentration en soluté inférieure à la concentration critique  $c^*$  (c) d'une concentration en soluté de l'ordre de  $3c^*$  [19].

La figure 1.13 présente l'effet de la concentration des atomes en solution solide sur la force motrice nécessaire à la migration du joint de grains en fonction de la vitesse de migration. Dans le cas d'un métal pur, en négligeant l'effet des lacunes, la force motrice est proportionnelle à la vitesse de migration du joint de grains. Lorsque la

### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

concentration des atomes en solution solide augmente, la force motrice nécessaire augmente très fortement aux faibles vitesses de migration, en particulier pour les fortes concentrations illustrées par la courbe (c). Aux grandes vitesses de migration, l'impact des solutés est moins marqué. Ainsi, les mécanismes où les vitesses de migration des joints de grains sont faibles, tels que la croissance de grain, seront plus impactés par l'effet de traînage des solutés que les mécanismes où les vitesses de migration sont grandes comme la recristallisation dynamique.

Sinclair *et al.* [21] ont illustré les travaux de Cahn pour les faibles vitesses de migration en étudiant l'effet du traînage des solutés sur la taille de grain après la recristallisation statique et la croissance de grain. La figure 1.14 montre que la taille des grain diminue progressivement lorsque la concentration en Nb augmente dans un fer- $\alpha$  ultra pur, illustrant l'effet du niobium sur la mobilité des joints de grains.



**Figure 1.14** – *Effet du niobium sur la taille de grain après la recristallisation statique et la croissance de grain à chaud du fer- $\alpha$ . La concentration massique en niobium augmente dans la largeur de l'échantillon (courbe noire en trait plein) [21].*

#### 1.3.3.3 Épinglage de Zener

La présence de précipités dans le matériau peut également diminuer la vitesse de migration des joints de grains, ce phénomène est appelé épinglage de Zener car décrit par Smith mais sur l'idée de Zener [22]. Les précipités n'affectent pas la mobilité des joints de grains, à l'instar des solutés, mais exercent une force d'ancrage antagoniste au déplacement du joint. Lors de la migration de celui-ci, les parties situées à une certaine distance de la particule continuent de progresser normalement tandis que la partie en contact se confond avec l'interface du précipité. Un épinglage local du joint se crée dans cette zone ce qui est susceptible de bloquer la migration de la paroi. Afin que la migration du joint puisse continuer, il est nécessaire de recréer la

partie du joint manquante, ce qui est énergétiquement défavorable pour le système. Les particules exercent donc une force de Zener  $F_Z$  qui s'oppose à la force motrice :

$$F_Z = \frac{3\gamma F_V}{2r} \quad (1.7)$$

où  $\gamma$  est l'énergie de surface du joint de grains,  $r$  le rayon moyen des particules et  $F_V$  la fraction volumique des précipités.

### 1.3.4 Mécanismes de germination

Le processus de germination constitue une étape critique des mécanismes de recristallisation, que ce soit en recristallisation statique ou en recristallisation dynamique discontinue. Burke et Turnbull [23] furent les premiers à tenter d'appliquer à la recristallisation les mécanismes de la théorie classique de la germination homogène développée historiquement pour la solidification ou les transformations de phases. Cette théorie repose sur deux principes : l'existence de fluctuations atomiques liées à l'agitation thermique permettant de former le germe et une diminution de l'énergie du système par la formation du germe. En effet, le germe est stable, si et seulement si, l'énergie de formation du germe et de l'interface qui en résulte est plus faible que l'énergie locale du matériau d'origine. Malgré la cohérence de cette théorie avec certains aspects de la recristallisation, tels que la localisation des germes préférentiellement dans les grains les plus écrouis et aux interfaces ou l'existence d'un temps d'incubation, elle reste cependant difficilement applicable car :

- les forces motrices dans les processus de recristallisation sont faibles en comparaison de celles mises en jeu lors des transformations de phases;
- les énergies d'interfaces sont importantes au niveau des joints de grains à forte désorientation [16];
- la taille critique des germes est trop grande pour obtenir le germe seulement par l'agitation thermique [24].

Plusieurs mécanismes de germination ont donc été décrits afin d'expliquer les différentes cinétiques observées dans les processus de recristallisation.

#### 1.3.4.1 Migration locale d'un joint entre deux grains adjacents

Les germes apparaissent essentiellement au niveau des joints de grains qui constituent les régions les plus déformées localement au sein du grain. Le mécanisme de germination communément admis est la migration locale d'un joint de grains vers un grain plus écroui. Ce mécanisme a été présentée pour la première fois par Beck et Sperry [25] sur des alliages d'aluminium, puis il a été également observé par la suite sur une variété de matériaux métalliques. La figure 1.15 illustre la migration locale

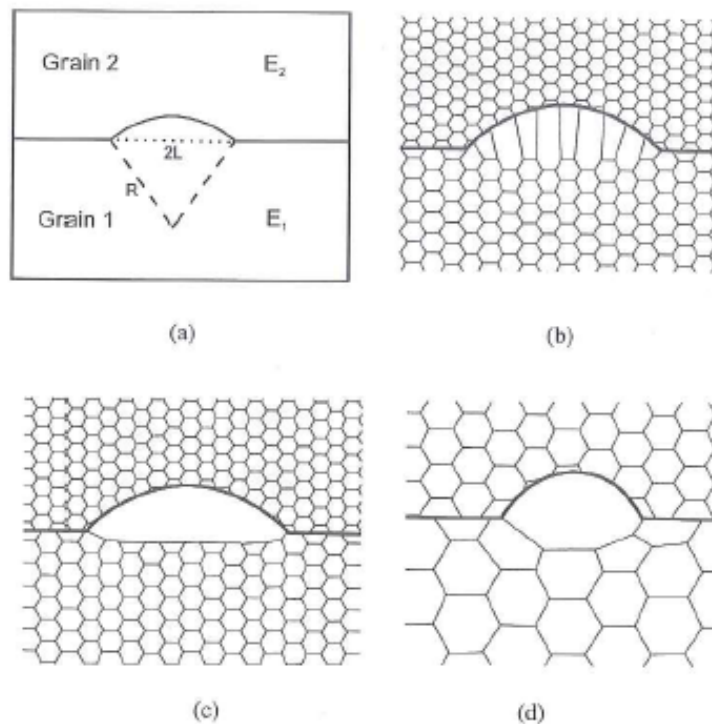
### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

du joint de grains à partir du grain à faible densité de dislocations ( $E_1$ ) vers le grain plus écroui ( $E_2$ ). De multiples migrations locales du joint de grains au sein d'un même grain conduisent à l'apparition de colliers de petits grains observés en DDRX. La particularité de ce mécanisme est que le germe formé conserve l'orientation du grain dont il est issu. Ce mécanisme nécessite une différence de densité de dislocations suffisante de part et d'autre du joint de grains. La condition de croissance est fixée par l'équation 1.8 proposée par Bailey et Hirsch [24] :

$$L > \frac{2\gamma_b}{\Delta E} \quad (1.8)$$

où  $2L$  est la longueur initiale du joint de grains qui migre,  $\gamma_b$  l'énergie de surface du joint de grains et  $\Delta E$  la différence d'énergie entre les deux grains.

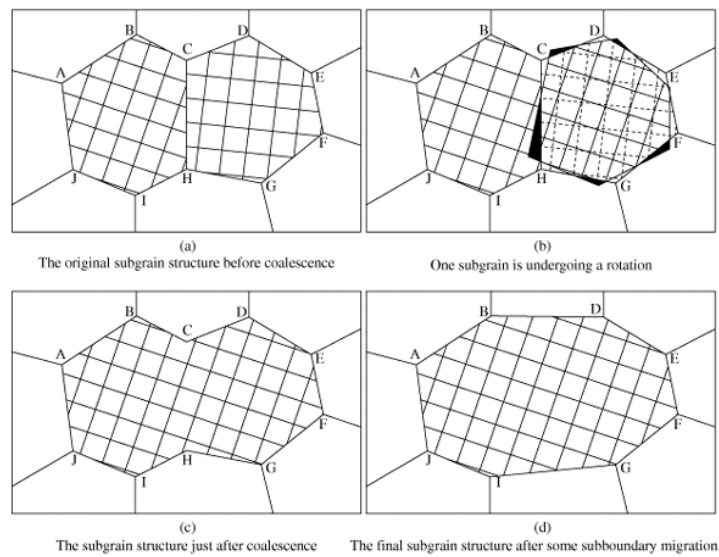
La migration du joint de grains est entretenue, quant à elle, par la diminution de l'énergie stockée par le matériau lors de l'absorption des dislocations par le joint de grains en mouvement. Cette diminution d'énergie est supérieure à l'énergie liée à l'augmentation de la surface totale du joint.



**Figure 1.15** – (a) Migration locale d'un joint de grains en faveur d'un grain à faible densité de dislocations ( $E_1$ ) au détriment d'un grain à forte densité de dislocations ( $E_2$ ), (b) traînage des sous-joints lors de la migration du joint de grains, (c) la migration du joint de grains laisse une structure vide de dislocations, (d) migration locale d'un joint à partir d'un seul gros sous-grain [16].

### 1.3.4.2 Coalescence de sous-grains adjacents

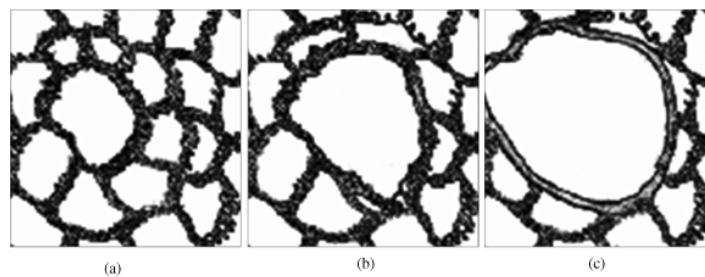
Le mécanisme est basé sur la rotation cristalline d'un des deux sous-grains adjacents jusqu'à coïncidence des deux réseaux cristallins comme illustré par la figure 1.16. Ce mécanisme est observé plutôt pour des déformations modérées dans des régions proches des joints de grains à des températures de recuit élevées et principalement dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement [16]. Ce mécanisme ne peut donc pas être observé dans l'acier 304L.



**Figure 1.16** – *Coalescence de deux sous-grains par rotation : (a) structure originale, (b) rotation du sous-grain CDEFGH, (c) coïncidence des deux réseaux cristallins, (d) coalescence des sous-grains formant un germe.*

### 1.3.4.3 Croissance d'un sous-grain

Le mécanisme est basé sur un phénomène de polygonisation dans des régions à faible densité de dislocations entourées de sous-joints de grains. Le sous-grain croît au détriment des sous-grains voisins dont la densité de dislocations est plus grande.



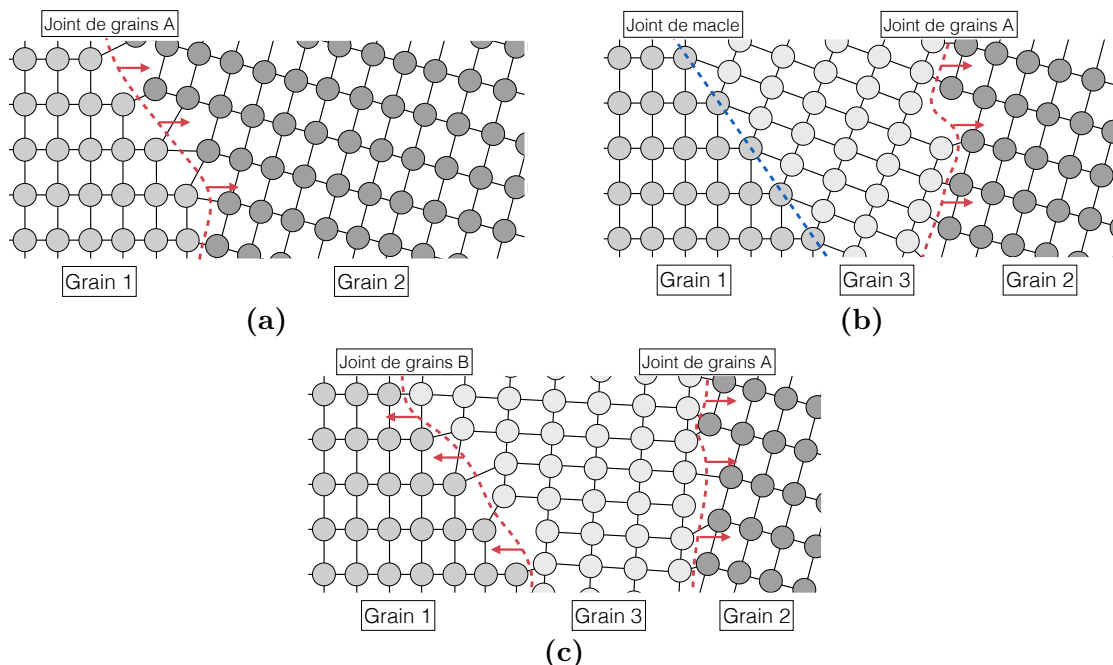
**Figure 1.17** – *Germination par croissance d'un sous-grain : (a) sous-structure initiale, (b) croissance du sous-grain central au détriment des voisins, (c) transformation des parois à faible désorientation en parois à forte désorientation [26].*

### 1.3 Recristallisation dynamique discontinue

Même si la mobilité des sous-joints est faible, leur migration est rendue possible par la diminution de l'énergie stockée lors de l'absorption des dislocations et du réarrangement de la structure. L'absorption des dislocations dans les parois des sous-joints transforme progressivement les parois à faible désorientation en joints de grains à forte désorientation beaucoup plus mobiles (figure 1.17). Ce mécanisme opère préférentiellement pour des grandes déformations à haute température et dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement [26, 27].

#### 1.3.4.4 Germination au cours de la DDRX

La plupart des mécanismes de germination décrits précédemment sont basés sur l'existence de sous-structure ainsi que sur la présence de forts gradients de densité de dislocations entre les grains. Ils sont donc adaptés pour décrire la formation de la première génération de grains recristallisés. Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement où la sous-structure est moins présente, en particulier au régime stationnaire, un autre mécanisme de germination spécifique a été mis en évidence. Plusieurs auteurs [27–30] ont montré le rôle du maclage sur la formation de nouveaux grains en DDRX. En effet, lors de la croissance d'un grain au détriment de son voisin (figure 1.18.a), la migration du joint de grains peut s'effectuer à partir d'un instant donné en orientation de macle par rapport à son orientation initiale.



**Figure 1.18** – Formation d'un nouveau grain par maclage en DDRX. (a) Croissance d'un grain au détriment de son voisin, (b) orientation en macle du joint de grains par rapport à sa première orientation, le joint de grains initial continue sa migration, (c) rotation du grain en croissance, le joint de macle devient un joint de grains normal.

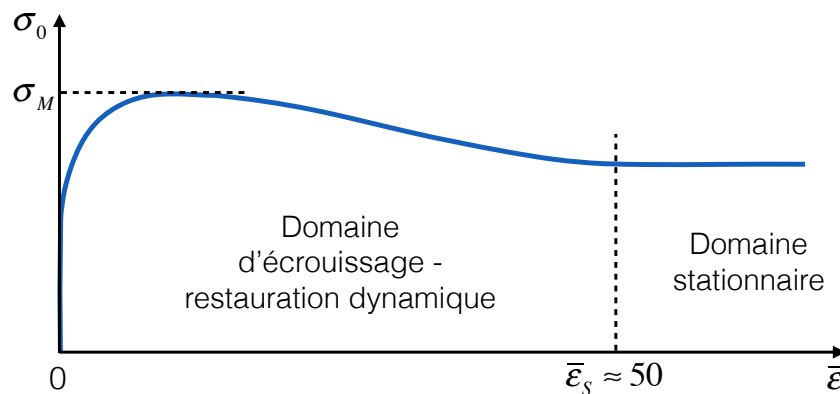
L'énergie du joint de macle ainsi formé est faible et sa mobilité est quasi-nulle.

Le joint de grains initial continue à migrer dans la même direction faisant croître la macle de recuit nouvellement formée (figure 1.18.b). Par rotation du grain en croissance et de la macle, le joint de macle devient alors un joint de grains normal donnant naissance à un nouveau grain (figure 1.18.c).

Ce procédé de maclage répété participe activement à la formation de nouveaux grains. Hodgson *et al.* [31] ont observé sur un acier austénitique Fer – 30 %Ni, ce mécanisme de germination par migration locale d'un joint de grains dans un autre au niveau des joints de grains à fortes désorientations et des macles.

## 1.4 Recristallisation dynamique continue

Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, tels que l'aluminium ou les aciers ferritiques, les évolutions microstructurales sont sous le contrôle de la recristallisation dynamique continue (CDRX). Dans ces matériaux, les dislocations sont très mobiles, les processus de restauration dynamique sont donc efficaces et ne permettent pas l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations nécessaire à la formation de germes. La mobilité des dislocations favorise cependant leur organisation en sous-joints se traduisant par un lent adoucissement de la contrainte d'écoulement sur la courbe contrainte – déformation (figure 1.19).

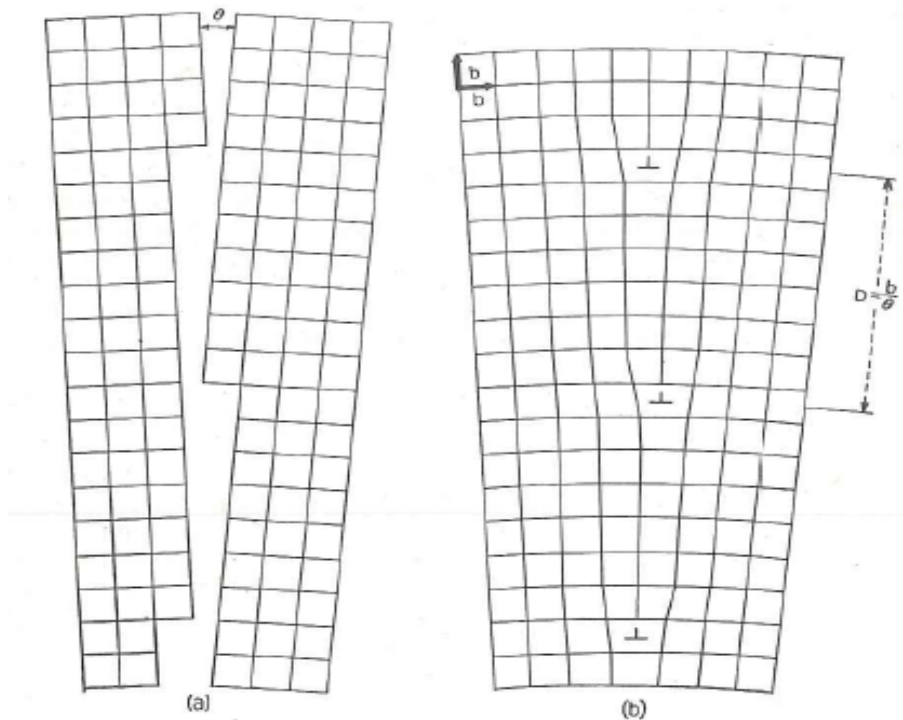


**Figure 1.19** – Évolution de la courbe contrainte – déformation d'un matériau soumis à un processus de recristallisation dynamique continue [1].

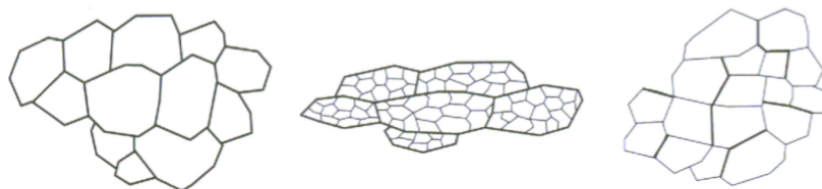
Les sous-grains se forment par accumulation de plusieurs familles de dislocations parallèles, chaque dislocation participant à la désorientation de quelques degrés entre les deux sous-grains comme illustré par la figure 1.20. Aux déformations très élevées ( $\bar{\epsilon} \gg 1$ ), la présence de nombreux joints de grains non refermés ne permet plus de décrire la microstructure en termes de grains. Celle-ci est alors décrite en termes de cristallite (figure 1.21), qui désigne une entité cristalline délimitée en partie par des joints de grains et en partie par des sous-joints de grains. L'absorption progressive de dislocations dans les parois des cristallites augmente progressivement

## 1.4 Recristallisation dynamique continue

la désorientation des sous-joints qui deviennent alors des nouveaux joints de grains par rotation [32]. Ces nouveaux joints de grains mobiles balayent la matrice écrouie et absorbent les dislocations. La zone balayée dépourvue de dislocations s'écroute à son tour sous l'action de la déformation et la formation des sous-joints de grains reprend. Au régime stationnaire, un équilibre dynamique est atteint entre les différents mécanismes de formation des nouveaux grains, stabilisant ainsi la taille de grain moyenne.



**Figure 1.20** – *Processus de formation de sous-joints de grains par accumulation de familles de dislocations parallèles [13].*

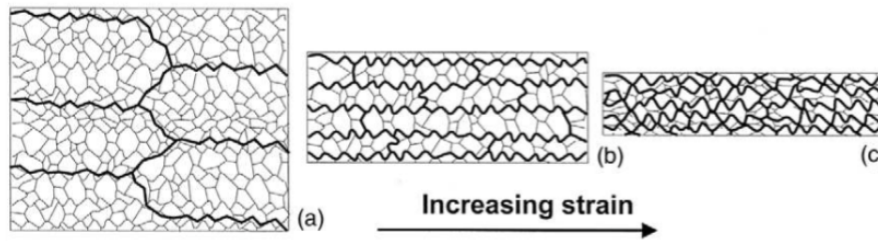


**Figure 1.21** – *Évolution de la microstructure par CDRX : (a) état initial, (b) déformation modérée, (c) déformation élevée (domaine stationnaire). Les traits gras correspondent aux joints de grains et les traits fins aux sous-joints de grains [33].*

En parallèle du processus de recristallisation dynamique continue, un autre mécanisme plus actif aux déformations modérées, est générateur de nouveaux grains. Les grains initiaux en s'allongeant sous la sollicitation forment une structure dentelée. Lorsque la dimension des grains dans une direction devient petite, les grains peuvent



subir un pincement local conduisant à la fragmentation du grain (figure 1.22). Ce processus est appelé recristallisation dynamique géométrique (GDRX) [34].



**Figure 1.22** – Évolution de la microstructure par GDRX : (a) Structure initiale (joints de grains en trait gras et sous-joints de grain en trait fin), (b) allongement des grains initiaux, (c) pincement local (fragmentation des grains) [16].

La CDRX et la GDRX opèrent simultanément et confèrent en général au matériau une structure fortement texturée.

## 1.5 Recuit après déformation à chaud

### 1.5.1 Recristallisation statique

La recristallisation statique se déclenche après une déformation, sous l'action de la température, dans les matériaux suffisamment écrouis mais ne possédant pas de germes issus de la DDRX. En effet, une déformation préalable suffisamment grande (de l'ordre de 10 % [35]) mais inférieure à la déformation critique de déclenchement de la DDRX, est nécessaire pour permettre la germination. La formation des germes dans les zones où les déformations locales sont les plus fortes, telles que les joints de grains ou les inclusions, dépend des mécanismes évoqués dans la section 1.3.4 : croissance d'un sous-grain ou migration locale d'un joint entre deux grains adjacents, entre autres. Ces mécanismes nécessitent un temps d'incubation nécessaire au réarrangement des dislocations et à leur condensation en une sous-structure [16]. Une fois les germes formés dans le matériau, ceux-ci vont croître au détriment des anciens grains. En effet, la différence de densité de dislocations entre les germes et les grains écrouis étant le moteur de la migration des joints de grain, les nouveaux grains croissent jusqu'à ce que le matériau soit entièrement recristallisé.

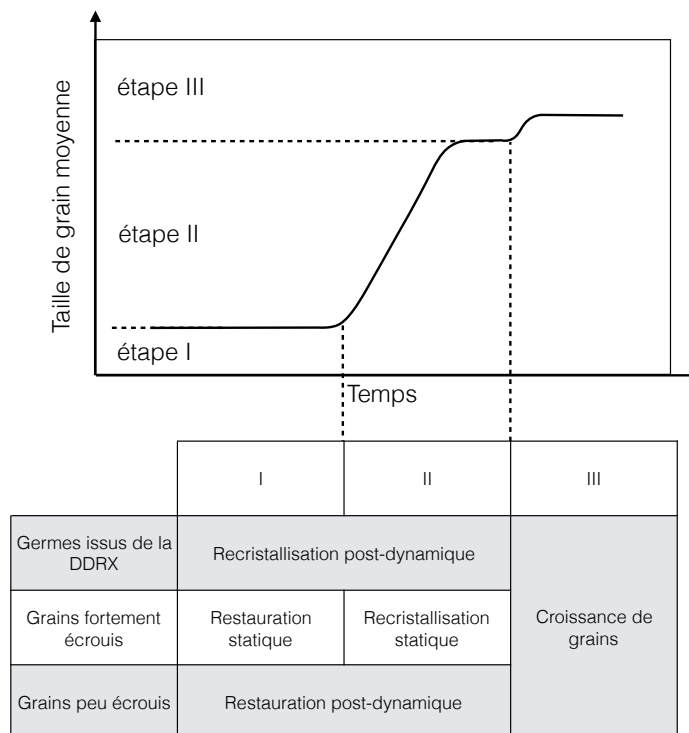
### 1.5.2 Recristallisation post-dynamique

Lorsque la déformation préalable au maintien en température est suffisamment grande pour déclencher la recristallisation dynamique dans le matériau, la structure qui en résulte est fortement hétérogène car elle contient des grains dans différents états d'écrouissage :

## 1.5 Recuit après déformation à chaud

- des germes dépourvus de dislocation (uniquement après la recristallisation dynamique discontinue);
- des grains recristallisés qui ont commencé de s'écroûir pendant leur croissance possédant une densité de dislocations moyenne;
- des anciens grains non recristallisés avec une forte densité de dislocations.

Chaque type de grain subit des processus de recristallisation après déformation différents qui sont résumés par la figure 1.23.



**Figure 1.23** – Illustration schématique des processus post-dynamiques en fonction de l'état d'écroûissage des grains. À partir de [16].

Les germes issus de la DDRX présents dans le matériau croissent très rapidement sans temps d'incubation. Cependant leur croissance est limitée par l'interaction avec les autres grains de densité de dislocations équivalente. On parle alors de recristallisation post-dynamique (PDRX) ou métadynamique (MDRX) [36]. Les grains possédant une densité de dislocations moyenne ou forte subissent, quant à eux, un processus de restauration post-dynamique (PDRV) [37] pendant lequel s'opère le réarrangement de la sous-structure du matériau. Après le temps d'incubation, la recristallisation statique prend le relais dans l'ensemble des grains dont la densité de dislocations est supérieure à la densité de dislocations critique de déclenchement de la recristallisation statique. Les germes formés durant la recristallisation statique vont croître jusqu'à être limités par leur interaction mutuelle. L'ensemble de ces processus est souvent suivi par une étape de croissance de grain (*cf.* section 1.5.3).

Selon l'énergie de défaut d'empilement, les microstructures obtenues à l'issue de la déformation diffèrent comme les mécanismes de recristallisation post-dynamique. Ainsi :

- Les matériaux ayant subi un processus de DDRX possèdent une structure très diversifiée à l'issue de la déformation (germes et grains plus ou moins écrouis). La présence des germes et la faible mobilité des dislocations dans le matériau font que le seul processus qui se déclenche est la recristallisation métadynamique [38]. De la sorte les germes vont croître au détriment de tous les autres grains, la cinétique de recristallisation métadynamique étant assez rapide pour masquer l'occurrence potentielle de la recristallisation statique.
- Les matériaux ayant subi un processus de recristallisation dynamique continue possèdent une structure avec des sous-grains plus ou moins écrouis. La mobilité aisée des dislocations va permettre le déclenchement de la restauration post-dynamique et de la recristallisation statique.

### 1.5.3 Croissance de grain

À l'issue du processus de recristallisation post-dynamique, la structure obtenue est composée de grains entièrement recristallisés dépourvus de dislocation. Cependant la structure peut encore évoluer, le processus de croissance de grain permettant de diminuer l'énergie des joints de grains. Ce processus est relativement simple en comparaison avec les différents mécanismes de la PDRX. Burke et Turnbull [23] proposèrent un mécanisme de croissance de grain où la force motrice de la migration des joints de grains est constituée de l'énergie de surface de part et d'autre du joint de grains :

$$P \propto \gamma_b \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (1.9)$$

où  $\gamma_b$  est l'énergie du joint de grains par unité de surface et  $R_1$  et  $R_2$  les deux rayons de courbure principaux du joint de grains.

Les gros grains du système vont donc absorber les plus petits grains, minimisant ainsi la surface totale de joints de grain et par conséquent l'énergie du système. Ce mécanisme thermiquement activé, permettrait en théorie d'obtenir un monocristal à l'issue d'un temps de maintien très long. Cependant, les forces motrices en jeu étant faibles, la migration des joints de grains est bloquée par ancrage au niveau des atomes en solution solide ou des particules de seconde phase.

### 1.6 Conclusion et objectifs de la thèse

La sûreté des installations nucléaires est le résultat de mesures de précautions et de contrôles prises à plusieurs échelles. L'étape de fabrication des pièces structurales du circuit primaire constitue l'un des premiers échelons de sûreté. En effet, si le forgeage à chaud est utilisé pour la mise en forme à proprement parler des pièces, c'est également ce procédé qui confère aux produits finalisés une bonne partie de leurs propriétés mécaniques. Ces propriétés sont obtenues grâce aux transformations microstructurales induites par la déformation et les recuits. Le contrôle de la microstructure au cours du processus de fabrication nécessite une connaissance précise des mécanismes physiques qui opèrent dans le matériau. À ce titre, l'étude bibliographique réalisée dans ce chapitre, synthétise les phénomènes physiques liés à la recristallisation dynamique discontinue et à la recristallisation post-dynamique, qui constitue les deux principaux mécanismes de contrôle de la microstructure lors du forgeage à chaud de l'acier 304L.

Afin de garantir l'obtention de la microstructure visée à l'issue de la fabrication, ce projet a pour objectifs : (i) la compréhension des mécanismes liés aux transformations microstructurales lors du forgeage à chaud de l'acier 304L, (ii) la maîtrise de l'influence du niobium sur ces mécanismes, (iii) la validation d'un modèle de ces mécanismes physiques afin de prédire les caractéristiques de la microstructure (moyenne et distribution) à l'issue d'un procédé multipasses.

Notre démarche a dans un premier temps consisté à reproduire à l'échelle du laboratoire, par l'intermédiaire d'essais de torsion, les conditions de déformation rencontrées lors du forgeage à chaud. Ceci afin d'étudier les effets de ces conditions sur la recristallisation et les microstructures. Ces essais ont également été l'occasion d'observer, à l'aide de matériaux modèles, les effets sur les mécanismes physiques d'un ajout de niobium à différentes proportions. Ces résultats expérimentaux ont servi de base de comparaison lors du développement d'un modèle en champs moyens de la DDRX et de la PDRX. Les modèles en champs moyens actuels réussissent à reproduire avec succès l'évolution de la taille de grain moyenne au cours de la déformation mais ne parviennent pas à prédire des distributions de taille de grain cohérentes avec les données expérimentales. Une nouvelle approche de l'hypothèse champs moyens permettant d'outrepasser cette limitation est donc proposée dans ce travail. À noter, que les modèles en champs moyens ont été sélectionnés car ils offrent un bon compromis entre les différentes approches pour modéliser la recristallisation. En effet, ils permettent une description locale des phénomènes physiques tout en limitant les durées de calcul à des temps raisonnables.



# Chapitre 2

## Méthodes expérimentales

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>35</b>
<b>2.2</b>	<b>Les matériaux</b>	<b>36</b>
2.2.1	Élaboration des matériaux modèles	36
2.2.2	Composition chimique des matériaux modèles	37
2.2.3	Matériaux industriels	38
<b>2.3</b>	<b>Essai de torsion</b>	<b>40</b>
2.3.1	Introduction	40
2.3.2	Dispositif expérimental	40
2.3.3	Obtention des courbes contrainte – déformation	42
2.3.4	Répétabilité des essais de torsion	43
<b>2.4</b>	<b>Caractérisations microstructurales</b>	<b>45</b>
2.4.1	Métallographie	45
2.4.2	Microscopie électronique	45
2.4.3	Détermination de la taille de grain	48
2.4.4	Conversion des données 2D → 3D : algorithme de Saltykov	49
<b>2.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>51</b>

---

## 2.1 Introduction

Les mécanismes de la recristallisation dynamique et post-dynamique mentionnés dans le chapitre précédent sont étudiés dans les conditions du procédé de forgeage à chaud par l'intermédiaire d'essais mécaniques à chaud sur plusieurs nuances d'acier 304L. Ce chapitre présente la démarche suivie pour l'acquisition et l'analyse des résultats expérimentaux. Dans un premier temps, les conditions d'élaboration des matériaux modèles ainsi que les compositions chimiques des matériaux utilisés pour l'étude sont précisées. En effet, plusieurs alliages modèles possédant des teneurs en

niobium différentes ainsi que des matériaux industriels sont utilisés pour évaluer, entre autres, l'impact des éléments d'additions sur les mécanismes de la recristallisation. La reproduction des conditions de forgeage à l'échelle du laboratoire est réalisée à l'aide de l'essai de torsion dont les conditions et les méthodes de dépouillement sont détaillées dans un second temps. Enfin, la dernière section de ce chapitre est consacrée aux méthodes de caractérisation de la microstructure. La détermination de la taille des grains pour chaque conditions de déformation est faite selon la technique SEM – EBSD. La méthode de Saltykov, qui permet de calculer les distributions de taille de grains réelles 3D à partir des distributions 2D issues des coupes métallographiques, est également présentée.

## 2.2 Les matériaux

### 2.2.1 Élaboration des matériaux modèles

Les matériaux modèles sont réalisés au sein du laboratoire Georges Friedel de l'École des Mines de Saint-Étienne. Ces alliages de haute pureté (toutes impuretés < 5 ppm) sont préparés à partir de fer, chrome et nickel électrolytiques de puretés commerciales et repurifiés par voie gazeuse (argon et hydrogène). Le carbone et le niobium sont de haute pureté commerciale. Pour chaque nuance, des lingots de 2,6 kg sont élaborés par fusion dans un creuset froid d'argent sous atmosphère d'argon. L'élaboration suit la procédure suivante :

- fusion par induction du fer pur et du nickel pur sous atmosphère d'hydrogène (pour éliminer l'oxygène) puis sous argon - solidification;
- fusion de l'alliage Fe – Ni et du chrome pur sous atmosphère d'hydrogène puis sous argon – solidification;
- fusion de l'alliage Fe – Ni – Cr et du carbone pur sous atmosphère d'hydrogène puis sous argon – solidification;
- fusion de l'alliage Fe – Ni – Cr – C et du niobium pur sous atmosphère d'hydrogène puis sous argon – solidification;
- 3 refusions successives par aller-retour de l'inducteur pour permettre l'homogénéisation du lingot et la concentration aux extrémités des éventuelles impuretés.

Avant la réalisation des traitements thermomécaniques, les extrémités de chaque lingot sont éliminées puis le lingot est découpé en 5 morceaux. Chaque morceau est forgé à 1050 °C au marteau pilon pour obtenir dans un premier temps une forme carrée puis cylindrique de 18 mm de diamètre. Après deux passes de martelage rotatif à 1050 °C, on obtient des barreaux de 14 mm de diamètre, bien adaptés à la fabrication des éprouvettes de torsion.

## 2.2 Les matériaux

### 2.2.2 Composition chimique des matériaux modèles

Le tableau 2.1 regroupe les compositions chimiques de l'ensemble des nuances modèles élaborées à l'École des Mines. Celles-ci sont comparées avec la norme NF EN 10088-2:2014 qui définit la composition chimique de l'alliage AISI 304L.

**Tableau 2.1** – Composition chimique des matériaux modèles en pourcentages massiques.

Nuances Éléments	304L (norme)	304L sans Nb	304L 0,05 %Nb	304L 0,15 %Nb	304L 0,30 %Nb	304 sans C
C	≤ 0,030	0,02	0,02	0,02	0,02	≤ 0,0005
Mn	≤ 2,00	≤ 0,0005				
P	≤ 0,045					
Si	≤ 1,00					
S	≤ 0,015					
N	≤ 0,10					
O	-	≤ 0,0004				
Ni	8,0 - 10,5	11	11	11	11	11
Cr	17,5 - 19,5	18	18	18	18	18
Nb	-	≤ 0,0005	0,05	0,15	0,30	0,05

La conception de ces nuances modèles permet d'isoler l'impact du niobium sur la recristallisation selon son état de précipitation.

**Tableau 2.2** – Quantités massiques et molaires en carbone et en niobium pour 1 kg de matière de chaque nuance modèle.

Nuances	304L sans Nb	304L 0,05 %Nb	304L 0,15 %Nb	304L 0,30 %Nb	304 sans C
Masse de C (g)	0,2	0,2	0,2	0,2	≤ 0,005
Masse de Nb (g)	≤ 0,005	0,5	1,5	3,0	0,5
Mole de C (mol)	0,016	0,016	0,016	0,016	≤ 0,00042
Mole de Nb (mol)	≤ 0,000054	0,0054	0,016	0,032	0,0054
État	Excès de carbone	Excès de carbone	Équimolaire	Excès de niobium	Excès de niobium

En effet, en fonction des conditions expérimentales et du rapport carbone/niobium



dans le matériau (*cf.* tableau 2.2), les atomes de niobium peuvent se trouver sous la forme d'une solution solide ou sous celle de carbure de niobium (NbC).

Afin d'homogénéiser les microstructures entre les différents matériaux modèles, toutes les éprouvettes subissent un traitement thermique de 30 min à 1150 °C sous atmosphère d'argon. La croissance des grains qui a lieu lors de ce traitement thermique permet de stabiliser la taille de grain. Cela permet également d'éviter une croissance de grain non contrôlée et variable lors de la mise en température des éprouvettes avant la déformation pendant l'essai de torsion.

### 2.2.3 Matériaux industriels

Parallèlement aux essais sur les matériaux modèles, des études similaires sont réalisées sur deux nuances 304L fournies par AREVA Creusot Forge pour comparaison. Le tableau 2.3 regroupe les compositions chimiques de ces deux 304L industriels avec et sans niobium.

**Tableau 2.3** – *Composition chimique des matériaux industriels en pourcentage massique.*

Éléments \ Nuances	T8786	T8787
C	0.027	0.030
Mn	1.72	1.74
Si	0.508	0.509
S	0.0011	0.0006
P	0.019	0.018
Ni	9.63	9.64
Cr	19.52	19.72
Mo	0.341	0.334
Cu	0.066	0.064
Sn	$\leq 0.01$	$\leq 0.01$
Al	0.036	0.027
Co	0.025	0.027
Nb	0.039	0.0036
N	0.075	0.072
V	0.054	0.049

Le caractère austénitique à température ambiante des alliages industriels est vérifié en évaluant les teneurs respectives des éléments alphas ( $\%Cr_{eq}$ ) et gamma-gènes ( $\%Ni_{eq}$ ) à partir des relations 1.1 et 1.2. D'après les compositions chimiques (*cf.* tableau 2.3), les taux de chrome et de nickel équivalents sont respectivement

## 2.2 Les matériaux

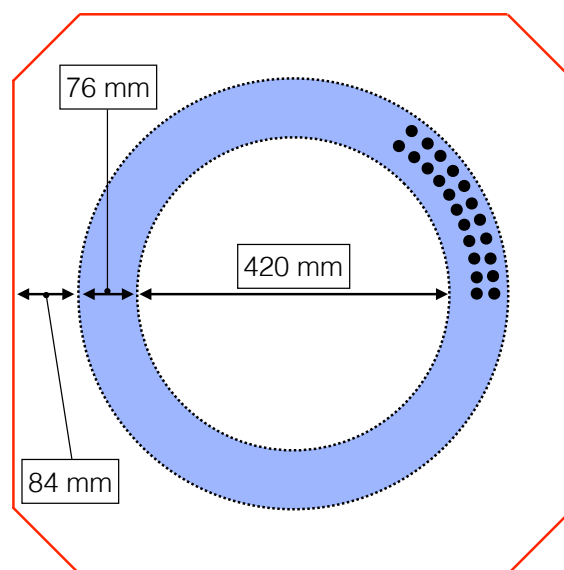
de 21,3 %Cr<sub>eq</sub> et 13,2 %Ni<sub>eq</sub> pour l'alliage T8786 et de 21,4 %Cr<sub>eq</sub> et 13,2 %Ni<sub>eq</sub> pour l'alliage T8787. D'après la figure 1.7, les alliages du type 21–8 sont monophasés et austénitiques pour une température inférieure à 1100 °C. Or le nickel étant un élément gammagène, un alliage du type 21–13 possède un domaine austénitique plus étendu que l'alliage du type 21–8, ce qui nous permet de supposer que les alliages T8786 et T8787 sont austénitiques même à des températures supérieures à 1100 °C.

Les matières fournies par AREVA Creusot Forge sont issues d'ébauches non percées de branchettes [39] ayant subi plusieurs passes de déformation en température dont le détail est précisé dans le tableau 2.4. La matière fournie est brute de forge.

**Tableau 2.4** – Cycle thermomécanique subi par les matériaux industriels fournis.

Chaude	Opération	Corroyage	Température de forgeage
1	Bloomage	1,4	1280 °C
2	Écrasement	1,5	1280 °C
3	Étirage	1,7	1110 °C
4	Étirage	1,4	1050 °C
5	Étirage	1,8	1050 °C
6	Écrasement piquage + coude	0	980 °C

Les échantillons utilisés pour réaliser les éprouvettes ont été prélevés de manière orthoradiale à mi-épaisseur des ébauches sur une zone de 76 mm d'épaisseur comme illustré par la figure 2.1.



**Figure 2.1** – Zone de prélèvement des éprouvettes dans les branchettes. La zone d'intérêt (en bleu) correspond à l'épaisseur de la paroi de la branchette après percage de celle-ci. Les points noirs symbolisent le sens de prélèvement des éprouvettes (dans le plan de l'image).

L'homogénéité de la taille de grain ainsi que l'homogénéité chimique dans les directions radiale et orthoradiale du matériau ont été vérifiées afin de s'assurer d'obtenir des éprouvettes identiques. Toutes les éprouvettes subissent un traitement thermique de 30 min à 1150 °C pour des raisons identiques à celles évoquées dans la partie 2.2.2.

La zone bleue constitue la partie de la branchette (après perçage de la pièce) où la déformation a été la plus faible à l'issue du processus de mise en forme, et donc la zone où la taille de grain est susceptible d'être la plus grande lors des contrôles ultrasons sur le produit fini.

## 2.3 Essai de torsion

### 2.3.1 Introduction

L'étude de la recristallisation dynamique discontinue nécessite de grandes déformations, en particulier pour observer la microstructure en régime stationnaire. L'essai de torsion permet, par rapport à l'essai de compression, de grandes déformations ainsi que des passes cumulatives. La principale différence entre ces deux essais réside dans le chemin de déformation imposé à chaque volume élémentaire de l'éprouvette.

### 2.3.2 Dispositif expérimental

Les essais de torsion à chaud sont réalisés sur la machine présentée en photographie sur la figure 2.2. Ce dispositif est composé d'un bâti mécanique rigide supportant le moteur électrique principal sur la partie haute. Une table amovible, dont le déplacement vertical est contrôlé par un moteur asservi en force, supporte le four de chauffage. Le moteur principal impose la torsion de l'éprouvette avec une vitesse de déformation constante comprise entre de  $0,001 \text{ s}^{-1}$  à  $20 \text{ s}^{-1}$ . Le moteur secondaire gère la force axiale appliquée à l'éprouvette. Celui-ci permet de travailler à force constante lors d'un essai à chaud et de suivre ainsi de la dilatation thermique de l'éprouvette et des mors, évitant leur compression. Le couple est mesuré par un couplemètre d'une capacité de 20 N.m.

Le dispositif est équipé d'un four à lampes de type halogène permettant une température de fonctionnement comprise entre 20 °C et 1200 °C avec une homogénéité de  $\pm 2 \text{ °C}$  sur la longueur utile de l'éprouvette. La mesure de température est réalisée à l'aide d'un thermocouple inséré dans le trou axial de l'éprouvette. Le chauffage par le four s'effectue au travers d'un tube de silice constituant une enceinte hermétique dans laquelle de l'argon protège l'échantillon de la corrosion à chaud. Cette enceinte comporte également un dispositif de trempe à l'argon.

## 2.3 Essai de torsion

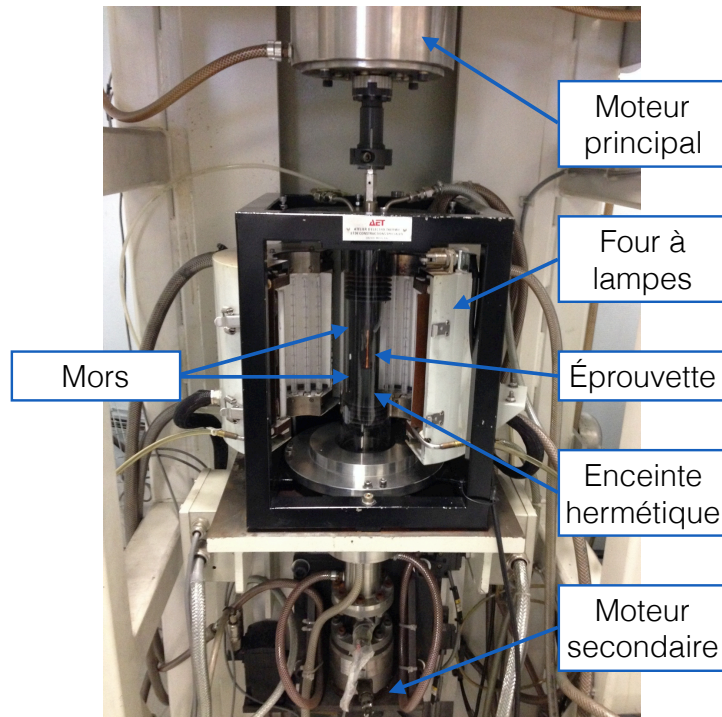


Figure 2.2 – Dispositif expérimental de torsion du laboratoire Claude Rossard.

Les éprouvettes de torsion sont usinées, sans échauffement significatif, dans les barreaux d'acier de 14 mm préalablement élaborés à l'École des Mines ou prélevés par électroérosion dans les matières fournies par AREVA Creusot Forge, selon la géométrie présentée schématiquement par la figure 2.3.

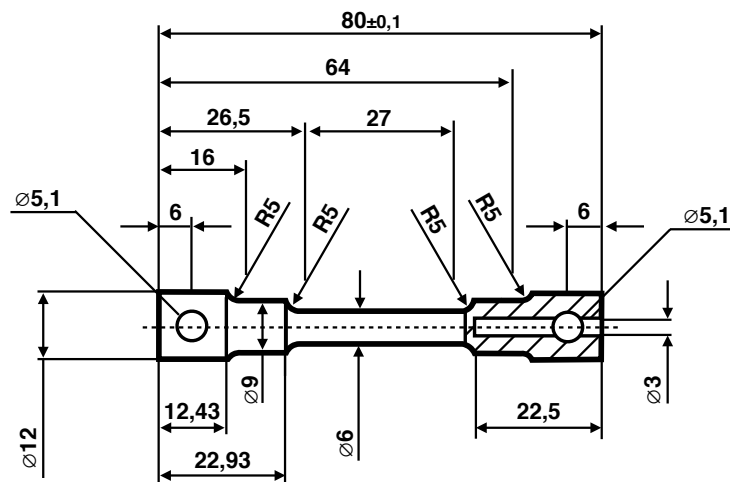


Figure 2.3 – Plan d'exécution de l'éprouvette de torsion habituellement utilisée au laboratoire.

### 2.3.3 Obtention des courbes contrainte – déformation

Les données expérimentales couple – nombre de tours sont converties en courbe contrainte – déformation selon la méthode introduite par Fields et Backofen [40].

On considère la géométrie de l'éprouvette dans le repère cylindrique de la figure 2.4.

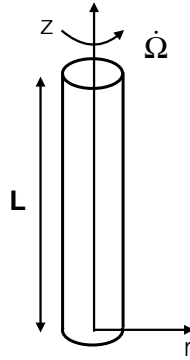


Figure 2.4 – Repère cylindrique.

En torsion et avec une géométrie d'éprouvette cylindrique, la vitesse de déformation varie linéairement de l'axe, où la vitesse est nulle, au diamètre extérieur, où la vitesse est maximale. Le champ des vitesses peut s'écrire sous la forme :

$$\begin{cases} \dot{u}_r = 0 \\ \dot{u}_\theta = r\dot{\omega}(z) \\ \dot{u}_z = 0 \end{cases} \quad (2.1)$$

En  $z = 0$ , on a une vitesse de rotation nulle et en  $z = L$ , on a  $\dot{\omega} = 2\pi\dot{N}$ , on en déduit ainsi le tenseur des vitesses de déformation :

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\pi\dot{N}r}{L} \\ 0 & \frac{\pi\dot{N}r}{L} & 0 \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Ainsi :

$$\dot{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\pi\dot{N}r}{L} \quad (2.3)$$

L'équation 2.3 permet de relier la vitesse de déformation équivalente en  $s^{-1}$ , unité communément employée, avec la vitesse de déformation en  $tr.s$ , unité utilisée par le logiciel de pilotage de la machine de torsion. L'intégration de cette formule par rapport au temps permet d'obtenir la déformation en fonction du nombre de tours :

## 2.3 Essai de torsion

---

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\pi N r}{L} \quad (2.4)$$

où  $N$  est le nombre de tours,  $r$  la distance du point considéré à l'axe de l'éprouvette et  $L$  la longueur de la zone utile de l'éprouvette. La déformation varie donc linéairement avec la distance à l'axe. Elle est nulle sur cette axe et maximale sur le diamètre extérieur.

Si  $\tau(r) = \sigma_{\theta_z}(r)$  désigne la cission au rayon  $r$  ( $0 \leq r \leq R$ ), le couple de torsion  $\Gamma$  est donné par l'intégrale :

$$\Gamma = \int_0^R \tau(r) 2\pi r^2 dr \quad (2.5)$$

Si le comportement du matériau est régi par le critère de von Mises,  $\tau$  se déduit de la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  par la relation  $\tau = \sigma_0/\sqrt{3}$ . Ainsi, par déconvolution de l'intégrale 2.5, on peut exprimer la contrainte d'écoulement du matériau en surface de l'éprouvette. La démonstration mathématique de cette méthode faite par Baqué [41] est détaillée en annexe A. La relation de Fields et Backofen est donc égale à :

$$\sigma_0(R) = \frac{\sqrt{3}}{2\pi R^3} \Gamma (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \quad (2.6)$$

où

$$\tilde{n} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \right)_N \quad (2.7)$$

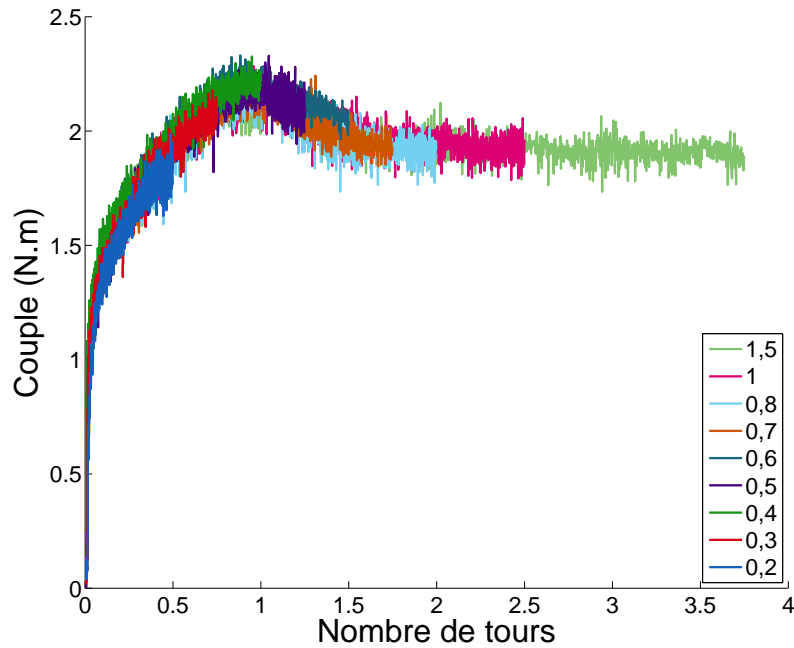
$$\tilde{m} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \right)_N \quad (2.8)$$

Les coefficients  $\tilde{n}$  et  $\tilde{m}$  caractérisent respectivement l'influence du nombre de tours sur le couple (écrouissage) et l'influence de la vitesse de rotation sur le couple (sensibilité à la vitesse). L'intervention des dérivées partielles nécessite un filtrage préalable du signal d'acquisition afin d'estimer la dérivée numérique. Ce filtrage s'effectue comme dans [42] à l'aide d'une somme de familles d'exponentielles offrant un nombre de degrés de liberté suffisant pour assurer une représentation fine de la courbe expérimentale. Ainsi à l'aide des équations (2.4) et (2.6), on transforme les données expérimentales (couple et nombre de tours) en courbes contrainte – déformation dont on peut interpréter le sens physique.

### 2.3.4 Répétabilité des essais de torsion

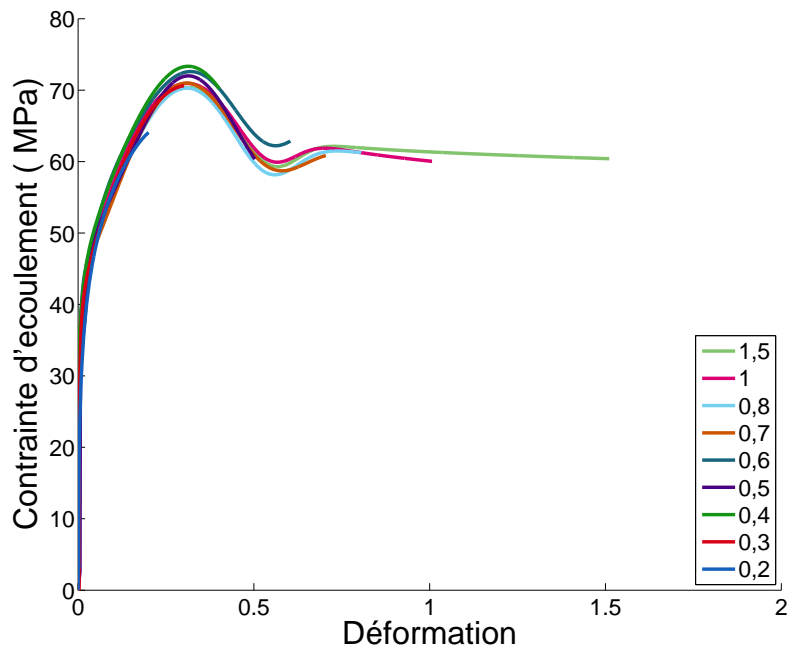
La figure 2.5 présente pour différents taux de déformation les données brutes (courbe couple – nombre de tours) obtenues à l'issue des essais de torsion. Malgré l'aspect bruité de ces courbes, on remarque la bonne superposition de celles-ci,

démontrant ainsi la répétabilité des essais de torsion.



**Figure 2.5** – Données brutes des essais de torsion interrompus à différents taux de déformation.

La figure 2.6 présente les courbes contrainte – déformation obtenues par application de la formule de Fields et Backofen (équation 2.6) après le filtrage préalable des données brutes à l’aide d’une somme de familles d’exponentielles.



**Figure 2.6** – Courbes contrainte – déformation des essais de torsion interrompus à différents taux de déformation.

## 2.4 Caractérisations microstructurales

---

De même, on remarque une bonne superposition des courbes (sauf pour l'essai ayant une déformation 0,6), en particulier au début de la courbe et au régime stationnaire. L'écart le plus important se situe au niveau de la contrainte maximale avec une différence de l'ordre de 3 – 4 MPa. Cette bonne répétabilité des essais de torsion montre que les chemins de déformation suivis sont similaires lorsque les paramètres des essais sont identiques, ce qui justifie la réalisation d'un seul essai pour chaque condition expérimentale.

## 2.4 Caractérisations microstructurales

### 2.4.1 Métallographie

Le prélèvement des échantillons pour l'analyse de la microstructure est réalisé par tronçonnage des éprouvettes sans élévation de température. Le prélèvement permet d'éliminer les extrémités de l'éprouvette et de conserver uniquement la zone utile où a eu lieu la déformation. La zone d'observation correspond à un méplat de largeur moyenne de 2 mm permettant de se positionner à une profondeur correspondant à 95 % du rayon maximal. Deux types de polissage sont utilisés dans le cadre de la thèse :

- un polissage mécanique effectué avec des papiers SiC de granulométrie décroissante suivi de solutions diamantées. Pour les analyses EBSD, un polissage mécano-chimique supplémentaire à la Vibromet® avec de la silice colloïdale de 6 h est effectué;
- un polissage électrolytique à l'aide d'un électrolyte composé d'éthanol et d'acide perchlorique (6 %) et d'un générateur de tension stabilisée (30 V).

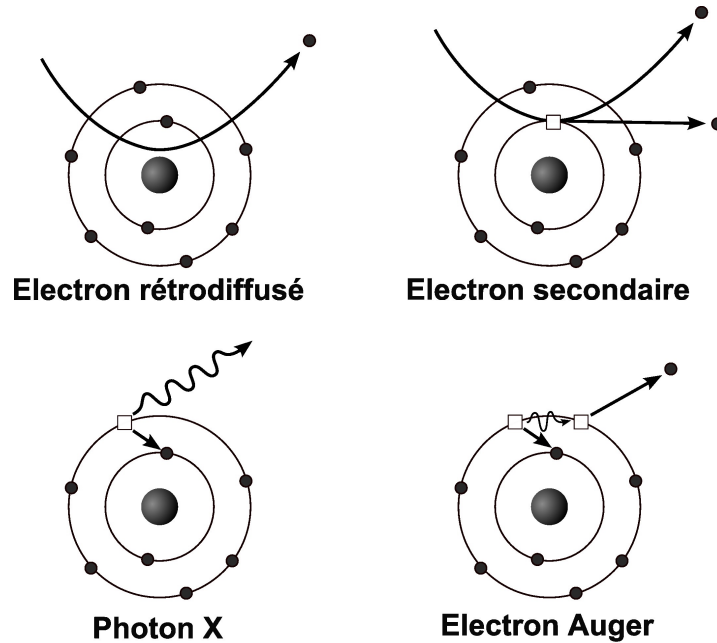
### 2.4.2 Microscopie électronique

#### 2.4.2.1 Principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage

Le pouvoir de résolution d'un microscope optique étant limité par la longueur d'onde de la lumière visible, il ne permet pas d'observer des détails plus petits que de l'ordre du  $\mu\text{m}$ . Pour outrepasser cette limitation, les microscopes électroniques à balayage (MEB) utilisent des électrons, dont les longueurs d'ondes associées sont plus petites, à la place des photons [43]. Un MEB se compose donc d'une source permettant d'émettre des électrons focalisés, à l'instar de la lumière dans les microscopes optiques, par des lentilles (électroniques dans le cas présent) sur l'échantillon à analyser. L'interaction électron-matière qui en résulte donne lieu à un spectre de particules et de rayonnements variés permettant d'obtenir une information enrichie



par rapport à la microscopie optique. Ainsi si l'interaction photon-matière permet d'obtenir principalement une information topographique, dans le cas d'un MEB il existe différents types d'interactions (figure 2.7) :



**Figure 2.7** – *Illustration des interactions électron-matière dans un microscope électronique à balayage.*

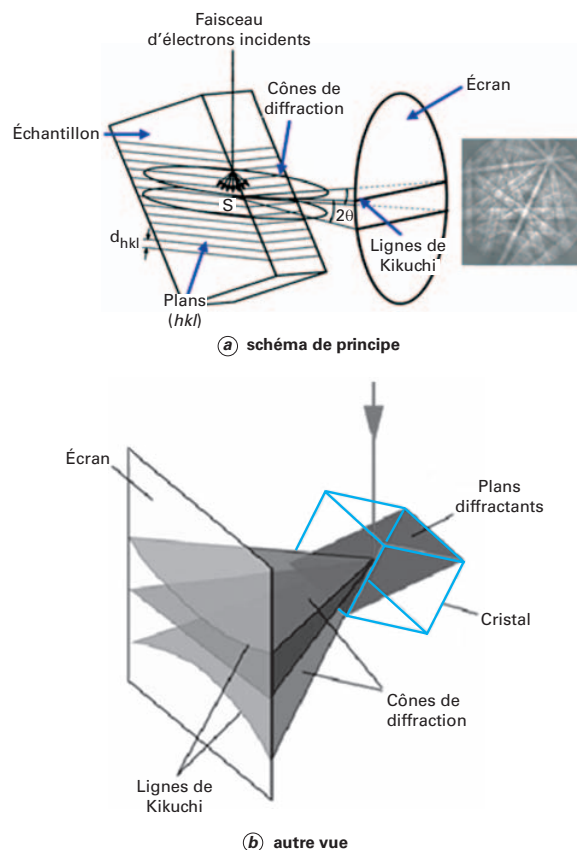
- Lorsque qu'un électron primaire émis par le faisceau entre en collision avec les atomes de l'échantillon, celui-ci cède une partie de son énergie à un électron provoquant son éjection. Cet électron éjecté, appelé électron secondaire, occupe principalement les couches électroniques superficielles. Or comme le libre parcours moyen des électrons est faible dans la matière, les électrons détectés proviennent donc essentiellement de la couche superficielle de l'échantillon permettant d'obtenir des informations sur la topographie de celui-ci.
- Les électrons émis par le faisceau du MEB peuvent également interagir avec le champ électrostatique des noyaux atomiques de manière quasi-élastique. Ils sont alors réémis dans une direction proche de leur direction d'origine et sont donc appelés électrons rétrodiffusés. Cette interaction est sensible à la charge  $Z$  de l'atome et permet donc d'obtenir des informations sur la nature chimique de la matière.
- Enfin l'impact peut parfois provoquer l'ionisation de l'atome lorsque un électron d'une couche profonde est éjecté, l'atome rentre alors dans un état excité. Lors de la désexcitation, la lacune est comblée par un électron d'une couche supérieure. Ce remplissage s'accompagne soit de l'émission d'un photon X, soit d'un électron Auger. De même, ces émissions renseignent sur la nature

## 2.4 Caractérisations microstructurales

chimique de la matière mais contrairement aux électrons rétrodiffusés, elles permettent de faire des analyses quantitatives.

### 2.4.2.2 Analyse par EBSD

L'EBSD (Electron Backscattering Diffraction) est une technique d'analyse de surface (profondeur de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres) basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés qui permet de coupler les informations cristallographiques et microstructurales. Cette technique est implantée au sein d'un MEB. Les électrons incidents émis par la source du MEB frappent l'échantillon en l'un de ses points puis sont diffusés dans un large domaine angulaire en fonction de leurs interactions avec la surface. Parmi ces électrons, certains se trouvent dans les conditions de Bragg avec les différentes familles de plans atomiques. Lorsque ces électrons sont diffractés par une famille de plans donnée, ils forment deux cônes de diffraction fortement ouverts. Cette interaction particulière conduit à la formation d'une figure de diffraction constituée de paires d'hyperboles qui apparaissent, du fait de l'ouverture des cônes, comme de lignes parallèles dites de Kikuchi, sur l'écran de phosphore placé face à l'échantillon (figure 2.8).



**Figure 2.8** – *Illustration de la formation de figures de Kikuchi [44].*

L'espacement entre les lignes est inversement proportionnel à la distance entre les plans tandis que les intersections entre les lignes correspondent à des directions

cristallographiques (chaque bande correspondant à une famille de plans cristallins). Ainsi l'orientation de la figure de diffraction obtenue est équivalente à l'orientation locale du cristal. Le logiciel d'indexation permet de détecter les lignes et de les indexer automatiquement pour déterminer l'orientation locale (au point de mesure) du cristal dans un repère associé au microscope.

### 2.4.2.3 Matériel et paramètres utilisés

Les cartographies sont obtenues à l'aide d'un détecteur EBSD de la marque HKL Technology implanté au sein d'un MEB-FEG 6500F JEOL. La tension usuelle d'utilisation est de 20 kV pour une distance de travail de 18,1 mm. Le grandissement utilisé est de 330 permettant d'analyser une surface suffisamment importante pour obtenir un nombre de grains statistiquement acceptable pour l'ensemble des conditions expérimentales. Les cartographies ont un pas d'acquisition de 1  $\mu\text{m}$ , permettant d'obtenir un bon compromis entre le temps nécessaire pour l'acquisition et la représentativité statistique. Pour la plupart des conditions expérimentales, plusieurs cartographies EBSD ont été réalisées en différentes zones de l'éprouvette afin d'affiner la caractérisation de la distribution de la taille des grains.

Toutes les cartographies EBSD possèdent un taux d'indexation supérieur à 90 %, proche de 95 % pour la plupart d'entre elles. L'exploitation des cartes est réalisée à l'aide du logiciel Channel 5. Ce logiciel permet, entre autres, d'améliorer le taux d'indexation (proche de 100 %) en extrapolant l'orientation d'un pixel non indexé à partir de l'orientation identique d'au minimum 5 (sur les 8) pixels voisins.

### 2.4.3 Détermination de la taille de grain

La taille de grain expérimentale est évaluée à partir des cartes EBSD selon la notion de diamètre de cercle équivalent. Les orientations locales des cristaux obtenues par EBSD permettent de déterminer les joints de grains dans le matériau (désorientations supérieures à  $15^\circ$ ) et donc par extension d'identifier les grains du système. Pour chaque grain, une ellipse est associée (figure 2.9) par le logiciel Channel 5 et son aire est définie par la relation suivante :

$$S_{\text{ellipse}} = \pi ab \quad (2.9)$$

où  $a$  est la longueur du demi-grand axe et  $b$  la longueur du demi-petit axe.

Le diamètre équivalent de chaque grain est calculé en assimilant les grains à des disques de surface égale à la surface des ellipses précédemment déterminées. Ainsi le diamètre des cercles équivalents des grains vaut :

$$D_{CE} = 2\sqrt{ab} \quad (2.10)$$

## 2.4 Caractérisations microstructurales

Cette méthode permet de calculer le diamètre de chaque grain, la taille de grain moyenne et les distributions de la taille des grains en 2D en les assimilant à des disques. Afin d'augmenter la précision de la mesure, les grains ayant une surface inférieure à quatre fois le pas d'acquisition (en considérant qu'il faut au minimum quatre pixels pour définir un cercle) sont considérés comme des artéfacts de mesure et ne sont donc pas pris en compte.

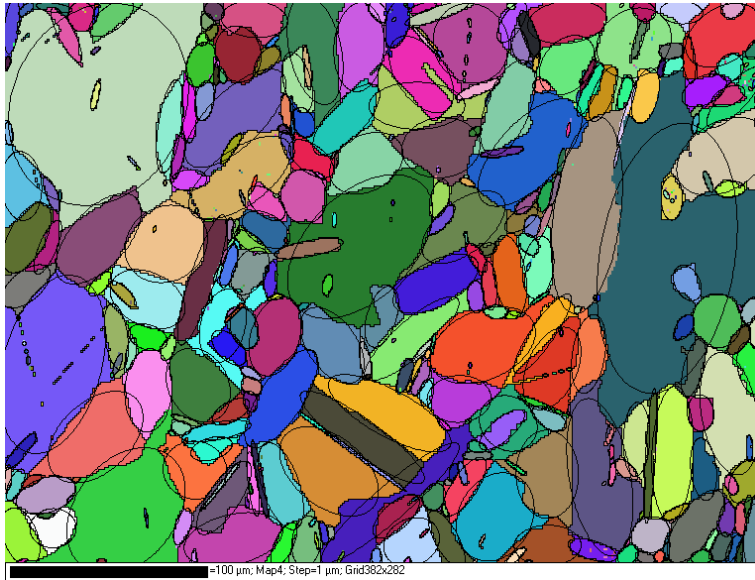


Figure 2.9 – Illustration des ellipses associées aux grains.

### 2.4.4 Conversion des données 2D → 3D : algorithme de Saltykov

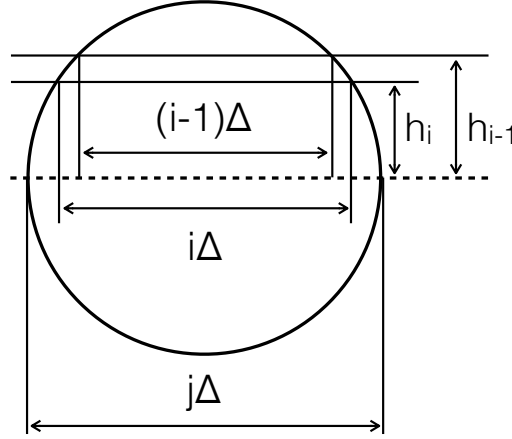
L'évaluation de la taille de grain par métallographie sur un plan d'observation, quoique très répandue, ne fournit que l'aire des grains dans le plan de coupe. Cela se traduit par deux inconvénients :

- Les tailles apparentes des grains sont plus petites que leurs tailles réelles. En effet, en considérant des grains sphériques, la probabilité que le plan d'observation coupe le grain au niveau de son diamètre maximal est faible.
- La probabilité qu'un grain soit visible dans le plan d'observation dépend de sa taille ce qui modifie les distributions de la taille des grains observées.

L'utilisation des données expérimentales dans les modèles de recristallisation nécessite la conversion des histogrammes de la taille des grains apparentes 2D en histogrammes des tailles réelles 3D à partir de l'algorithme de Saltykov [45]. Cette méthode nécessite de ranger les données expérimentales sur le diamètre apparent en classes de largeur constante  $\Delta$ .

La figure 2.10 illustre l'évolution du diamètre apparent d'un grain sphérique de diamètre  $D_i$  en fonction de la hauteur  $h$  du plan de coupe par rapport au plan de

diamètre  $D_i$ . Comme énoncé précédemment, les grains de diamètre  $D_i$  ne donnent, en fonction du plan de coupe, que des diamètres inférieurs ou égaux à  $D_i$ . On définit pour la suite de la démonstration,  $\mu_a(i)$  le nombre de grains par unité de surface dont le diamètre apparent est dans la classe  $i$  et  $\mu_a(i, j)$  le nombre de grains par unité de surface dont le diamètre apparent est dans la classe  $i$  mais dont le diamètre réel est  $j\Delta$ .



**Figure 2.10** – Illustration de l'évolution du diamètre apparent d'un grain sphérique en fonction de la hauteur de coupe du plan métallographique.

Si l'on considère un grain de diamètre  $j\Delta$  (figure 2.10), son intersection a un diamètre dans la classe  $i$  si le plan de coupe est à une distance  $h$  comprise entre  $h_i$  et  $h_{i-1}$ . Le nombre de grains dont le diamètre réel est  $j\Delta$  et dont le diamètre apparent est dans la classe  $i$  est défini par :

$$\mu_a(i, j) = 2 (h_{i-1} - h_i) \mu_r(j) \quad (2.11)$$

où  $\mu_r(j)$  est le nombre de grains par unité de volume dont le diamètre est  $j\Delta$ .

En remarquant que  $h_i = \frac{\Delta}{2} \sqrt{j^2 - i^2}$  (relation de Pythagore), la relation (2.11) devient :

$$\mu_a(i, j) = \mu_r(j) \Delta \left[ \sqrt{j^2 - (i-1)^2} - \sqrt{j^2 - i^2} \right] \quad (2.12)$$

Ainsi le nombre de grains par unité de surface dont le diamètre apparent est dans la classe  $i$  est :

$$\mu_a(i) = \sum_{j=i}^k \mu_a(i, j) = \sum_{j=i}^k \mu_r(j) \Delta \left[ \sqrt{j^2 - (i-1)^2} - \sqrt{j^2 - i^2} \right] \quad (2.13)$$

La somme débute à partir de la classe  $i$ , car seuls les grains dont le diamètre réel est supérieur ou égal au diamètre de la classe  $i$  peuvent conduire à des sections dont le diamètre est dans la classe  $i$ .

## 2.5 Conclusion

---

Sachant que les  $\mu_a(i)$  sont déterminés expérimentalement, on peut remonter en résolvant le système linéaire triangulaire aux valeurs de  $\mu_r(k)$ . Ainsi à partir de l'équation 2.13, on peut en déduire la valeur de  $\mu_a(k, k)$  à partir de  $\mu_a(k)$  et donc la valeur de  $\mu_r(k)$ . Puis à partir de  $\mu_r(k)$ , on déduit  $\mu_a(k - 1, k)$ , puis la valeur  $\mu_a(k - 1, k - 1)$  à partir de  $\mu_a(k - 1)$  et ainsi de suite pour toute les classes des histogrammes.

## 2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les démarches expérimentales utilisées lors de ces travaux de thèse sont présentées. Pour l'étude des mécanismes de la recristallisation dynamique et post-dynamique dans les conditions de forgeage à chaud, l'essai de torsion est privilégié à l'essai de compression, car celui-ci permet de déformer suffisamment le matériau pour atteindre le régime stationnaire de la DDRX. Les essais sont réalisés d'une part, sur des alliages industriels et d'autre part, sur des alliages modèles ayant une composition chimique similaire. Ces d'alliages modèles à haute pureté permettent d'évaluer avec précision les effets possibles du niobium sur les mécanismes de la recristallisation. Les courbes contrainte – déformation sont obtenues par dépouillement des résultats expérimentaux couple – nombre de tours à l'aide de la formule de Fields et Backofen. La décision de ne pas négliger l'influence du nombre de tours sur l'écrouissage du matériau nécessite, par ailleurs, un filtrage préalable des données expérimentales. Les microstructures sont déterminées selon la technique SEM – EBSD qui offre une précision d'analyse supérieure à la métallographie optique, en particulier dans le cas des microstructures très fines. Afin de permettre l'exploitation des résultats expérimentaux dans les modèles présentés par la suite, les distributions de taille de grains expérimentales 2D sont converties en distributions de taille de grains réelles 3D selon la méthode de Saltykov.



# Chapitre 3

## Résultats expérimentaux sur la recristallisation dynamique et post-dynamique

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>53</b>
<b>3.2</b>	<b>Étude de la DDRX sur les matériaux modèles</b>	<b>54</b>
3.2.1	Programme expérimental de l'étude de la DDRX	54
3.2.2	Évolution de la microstructure en fonction du taux de déformation	55
3.2.3	Influence de la température	57
3.2.4	Influence de la vitesse de déformation	60
3.2.5	Influence de la teneur en niobium	61
3.2.6	Sensibilité à la vitesse de déformation et à la température	65
3.2.7	États de précipitation	67
<b>3.3</b>	<b>Étude de la DDRX sur les matériaux industriels</b>	<b>68</b>
3.3.1	Influence des conditions expérimentales	68
3.3.2	Comparaison avec les alliages modèles	71
<b>3.4</b>	<b>Étude de la PDRX sur les matériaux modèles</b>	<b>72</b>
3.4.1	Programme expérimental PDRX	72
3.4.2	Influence du taux de déformation	73
3.4.3	Influence de la teneur en niobium	78
<b>3.5</b>	<b>Conclusion</b>	<b>81</b>

---

### 3.1 Introduction

Les conditions de déformation de l'acier 304L lors du forgeage à chaud permettent le déclenchement de la recristallisation du matériau. Les spécificités du procédé



de forgeage à chaud font que l'évolution de la microstructure dépend à la fois de processus dynamiques mais également de processus post-dynamiques. Ce chapitre synthétise et propose une interprétation des résultats expérimentaux obtenus sur les nuances modèles et industriels. La première partie de ce chapitre présente les résultats de l'étude de la recristallisation dynamique sur les matériaux modèles. L'évolution de la microstructure sous l'action de la DDRX au cours de la déformation est étudiée. Les effets de la température, de la vitesse de déformation et de la teneur en niobium sont également caractérisés ainsi que leurs modes d'action sur les mécanismes de la DDRX. Dans un second temps, ces résultats sur les matériaux modèles sont comparés à ceux obtenus sur les alliages industriels dans les mêmes conditions de déformation. Enfin dans une troisième partie, l'étude de la recristallisation post-dynamique sur les matériaux modèles est présentée ainsi que les effets respectifs du taux de déformation précédent la PDRX et de la teneur en niobium.

### 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

#### 3.2.1 Programme expérimental de l'étude de la DDRX

Toutes les éprouvettes en alliages modèles, dont les compositions chimiques sont détaillées dans la section 2.2.2, subissent le même protocole expérimental. Avant de déformer les éprouvettes, un maintien de 10 min à la température de l'essai est effectué afin de garantir une température homogène dans l'ensemble de l'échantillon. Suite au maintien, une torsion est appliquée à une vitesse de déformation constante jusqu'à une déformation de 2, qui est suffisante pour atteindre le régime stationnaire de la contrainte d'écoulement pour l'ensemble des conditions expérimentales. Une fois la déformation terminée, les éprouvettes subissent une trempe à l'argon qui permet de figer la microstructure. Le tableau 3.1 présente les conditions expérimentales appliquées dans le cadre des essais de l'étude de la DDRX.

**Tableau 3.1** – *Programme des essais de l'étude de la DDRX sur les matériaux modèles.*

Conditions expérimentales	0,003 s <sup>-1</sup>	0,01 s <sup>-1</sup>	0,1 s <sup>-1</sup>
950 °C	✓	✓	✓
1050 °C	✓	✓	✓
1150 °C	✓	✓	✓

Les trois températures et les trois vitesses de déformation sélectionnées permettent de quadriller les conditions rencontrées dans la gamme de forgeage. Un seul essai est effectué pour chaque condition soit un total de neuf essais par nuance modèle. Ce

## 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

qui est suffisant pour évaluer la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation et de son énergie apparente d'activation.

En parallèle des essais rhéologiques, des essais interrompus sont effectués sur la nuance 304L 0,05%Nb. Ces essais permettent de suivre l'évolution de la DDRX et de la microstructure en fonction du taux de déformation. Les éprouvettes sont déformées à une température de 1050 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> jusqu'aux déformations détaillées dans le tableau 4.3 et immédiatement trempées dans le but de l'observation microstructurale.

**Tableau 3.2** – Programme des essais interrompus sur l'alliage 304L 0,05%Nb.

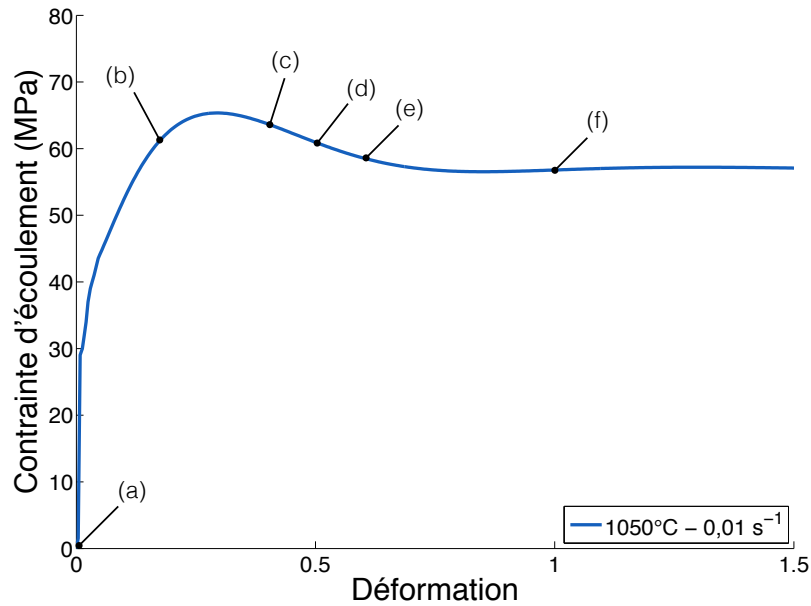
Conditions expérimentales	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	1	1,5
1050 °C – 0,01 s <sup>-1</sup>	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

### 3.2.2 Évolution de la microstructure en fonction du taux de déformation

La figure 3.1 présente la courbe contrainte – déformation obtenue à partir des données brutes pour une déformation de 1,5. Les annotations présentes sur l'image permettent de relier les domaines de la courbe avec les microstructures présentées dans la figure 3.2 et donc de visualiser les différentes étapes de la DDRX ainsi que les mécanismes physiques liés.

La microstructure à l'état initial (figure 3.2.a) présente toutes les caractéristiques d'un état recuit, c'est-à-dire un nombre important de macles ainsi qu'une sous-structure très peu présente. Il s'agit de la microstructure obtenue après un traitement thermique de 30 min à 1150 °C. Lorsque que l'on commence à déformer le matériau ( $\varepsilon = 0,2$ ), celui-ci s'écrouit et les grains se fractionnent légèrement. L'écrouissage du matériau se manifeste par le développement d'une sous-structure (figure 3.2.b).

En continuant de déformer le matériau, l'écrouissage se poursuit et lorsque l'énergie élastique emmagasinée dans les dislocations devient suffisante, c'est-à-dire juste avant le pic de contrainte, les premiers germes se forment. Dans le cas de notre étude, l'observation des germes est difficile car la taille des grains initiaux n'est pas très grande par rapport à la taille moyenne des grains au régime stationnaire. Cependant à  $\varepsilon = 0,4$ , nous observons la croissance des premiers grains recristallisés, conséquence de leur germination. Nous distinguons clairement deux populations de grains dans le matériau (figure 3.2.c) : des grands grains initiaux déformés et des petits grains recristallisés. En effet, les grains initiaux sont très sous-structurés car écrouis tandis qu'à l'inverse les grains recristallisés ne possèdent en leur sein aucun sous-joint de grains. Ceci s'explique par le fait que les germes, vierges de dislocations, croissent



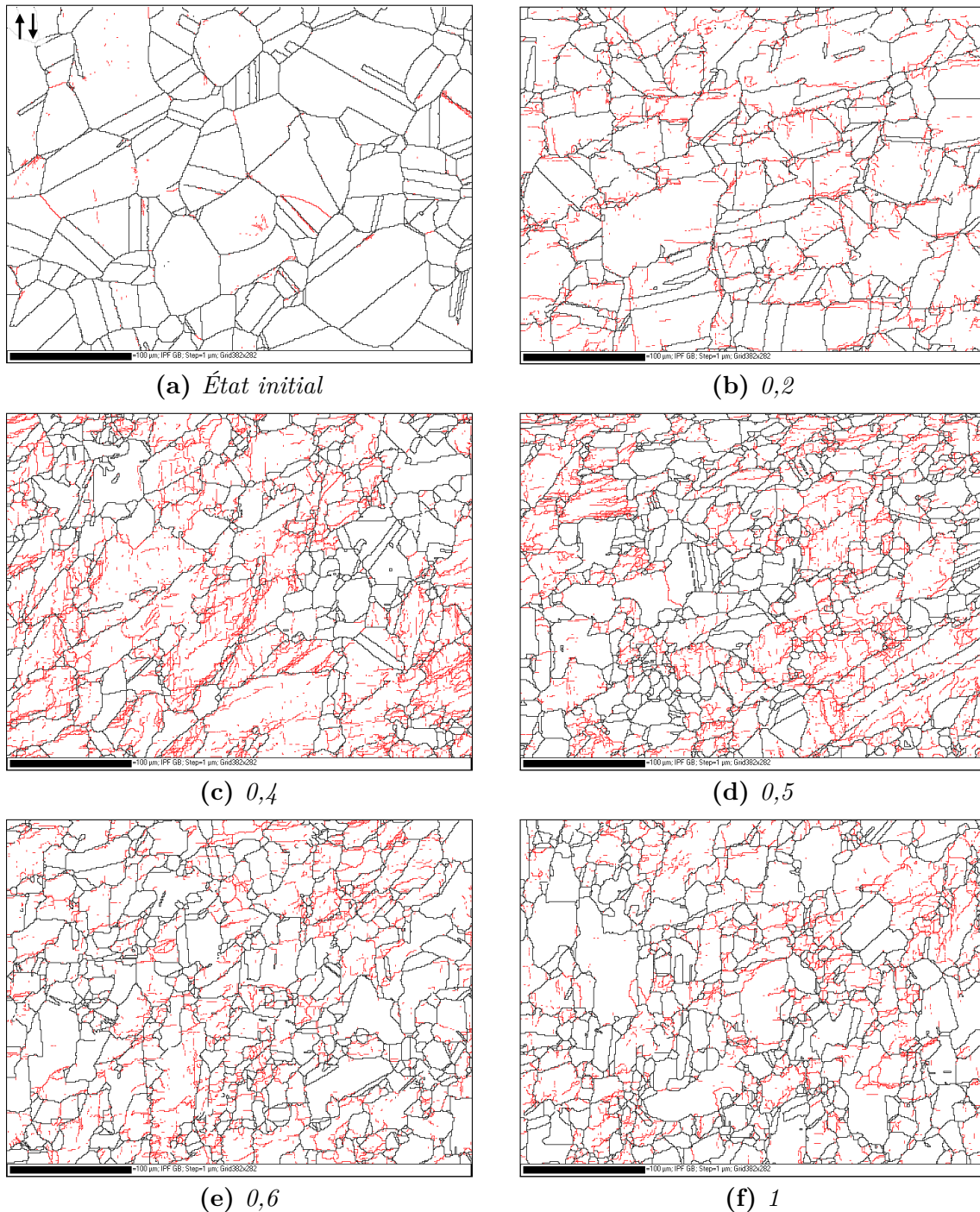
**Figure 3.1** – Courbe contrainte – déformation après filtrage du signal et application de la formule de Fields et Backofen. L’alliage 304L 0,05%Nb a été déformé de (a) 0 (b) 0,2 (c) 0,4 (d) 0,5 (e) 0,6 et de (f) 1 à une température de 1050 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup>.

au détriment des grains initiaux fortement écrouis. Or lorsque les joints de grains balayent la surface, ils absorbent les dislocations, laissant donc une zone vierge après leurs passages.

L’apparition et la croissance de nouveaux grains recristallisés conduit à une diminution de la densité de dislocations globale dans le matériau. Cela se manifeste par une diminution de la contrainte d’écoulement entre les marqueurs (c) et (e) sur la figure 3.1. Cette évolution lors du régime transitoire est bien visible dans les micrographies 3.2.c, 3.2.d et 3.2.e. En effet, la proportion de sous-joints de grains diminue lorsque le taux de déformation augmente, signe que la densité de dislocations dans le matériau diminue, tandis que la proportion de nouveaux grains recristallisés augmente. Cette bimodalité des grains est fortement marquée pour  $\epsilon = 0,4$  (figure 3.2.c) et  $\epsilon = 0,5$  (figure 3.2.d). Cette caractéristique du régime transitoire disparaît lorsque le régime stationnaire est presque atteint à  $\epsilon = 0,6$  (figure 3.2.e), car il ne subsiste plus aucun grain initial.

Cependant, comme nous continuons de déformer le matériau, les nouveaux grains s’écrouissent à leur tour, des germes se forment et croissent à nouveau. On retrouve donc bien la simultanéité des phénomènes physiques propre au régime stationnaire : écrouissage, germination, croissance de grains peu écrouis et décroissance des grains fortement écrouis. Il en résulte une microstructure globalement stationnaire, fortement hétérogène avec des grains de tous âges (figure 3.2.f).

## 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

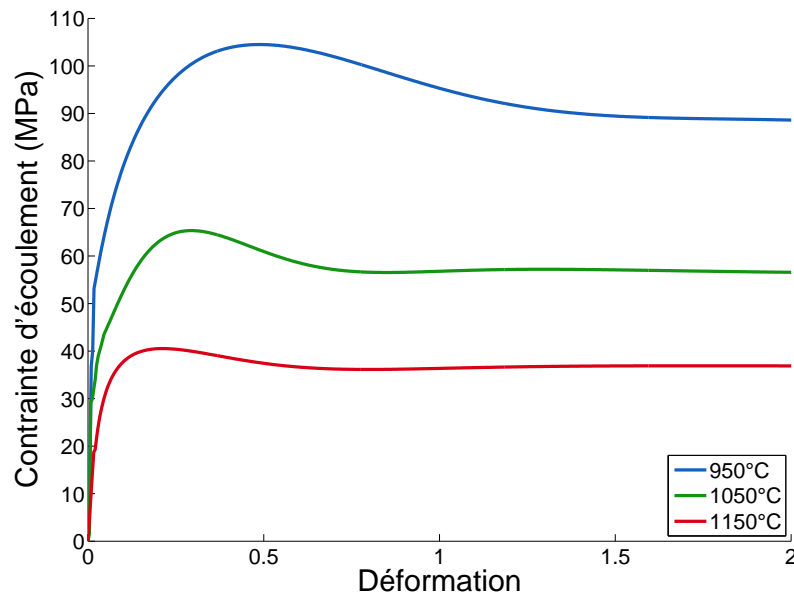


**Figure 3.2** – Évolution de la microstructure de l'alliage 304L 0,05%Nb après une déformation de (a) 0 (b) 0,2 (c) 0,4 (d) 0,5 (e) 0,6 ou de (f) 1 à 1050 °C – 0,01 s<sup>-1</sup> (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. En noir les joints de grains et en rouge les sous-joints de grains.).

### 3.2.3 Influence de la température

Les mécanismes physiques associés à l'écroutissage et à l'adoucissement induit par la restauration et la DDRX sont sensibles à la température de déformation. La figure 3.3 présente en exemple les courbes contrainte – déformation de l'alliage 304L sans Nb obtenues à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> pour trois températures

différentes. La figure 3.4 présente les microstructures obtenues au régime stationnaire ( $\varepsilon = 2$ ) dans les mêmes conditions expérimentales.



**Figure 3.3** – Courbes contrainte – déformation de l’alliage modèle 304L sans Nb pour différentes températures à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ .

On observe que la sensibilité à la température influence plusieurs aspects la DDRX. Ainsi lorsque la température de déformation augmente :

- la contrainte d’écoulement au régime stationnaire diminue;
- la contrainte maximale est atteinte pour des déformations plus faibles;
- l’adoucissement est moins marqué;
- la taille de grain moyenne augmente.

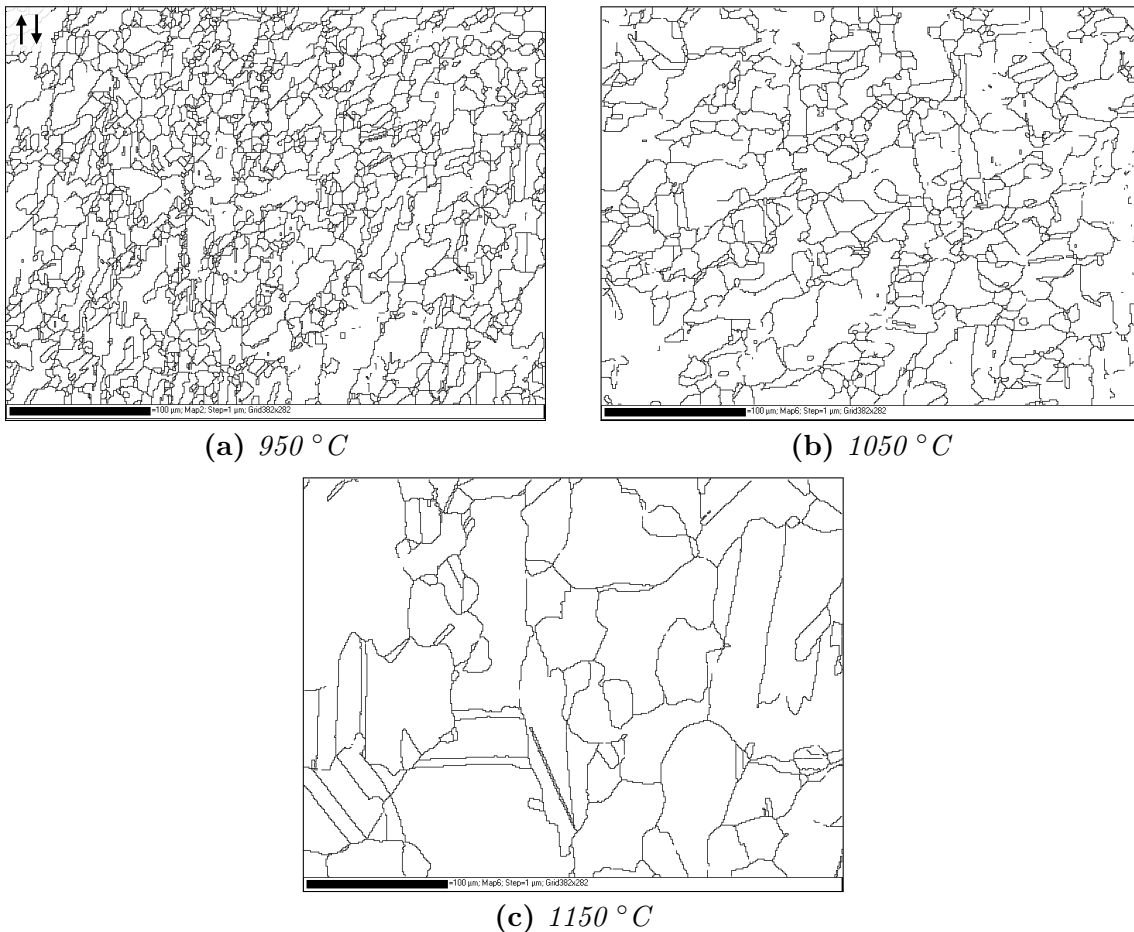
Ces observations sont une conséquence des modifications qui s’opèrent dans l’équilibre entre l’écrouissage et la restauration dynamique. En effet, les mécanismes de restauration dynamique, tels que les mécanismes de glissement dévié ou de montée (section 1.3.1.3), sont thermiquement activés. L’écrouissage du matériau est aussi moins efficace et par conséquent les contraintes d’écoulement maximales et au régime stationnaire sont plus faibles lorsque la température augmente.

Parallèlement à ce phénomène, l’augmentation de la température favorise l’apparition des premiers germes à des taux de déformation plus faibles. En effet, la plupart des mécanismes de germination décrits dans la partie 1.3.4 dépendent des sous-joints de grains. Or la formation de ces sous-joints est facilitée par l’augmentation de la mobilité des dislocations à haute température. De même l’augmentation de la mobilité des sous-joints et des joints de grains permettent aux germes de croître plus rapidement au détriment des grains initiaux. D’où un déclenchement plus précoce

### 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

de la recristallisation du matériau. Cependant comme les grains initiaux ne sont pas très écrouis, l'adoucissement par migration des joints de grains est moins marqué qu'à basse température.

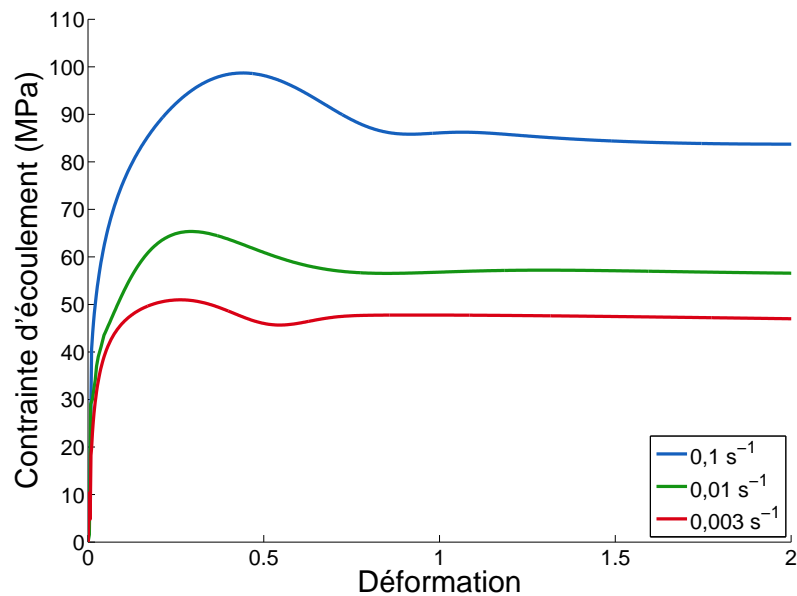
À l'inverse, quand la température diminue, malgré une différence de densité de dislocations entre les germes et les grains initiaux beaucoup plus importante qu'à haute température, la faible mobilité des joints de grains favorise moins la croissance des germes. Par conséquent, la taille des grains en régime stationnaire est beaucoup plus petite. De plus, cette faible croissance ne permet pas de remplacer les grains initiaux à l'aide de la première génération de germes uniquement. Plusieurs générations sont nécessaires au renouvellement complet des grains, le régime stationnaire est donc atteint à des déformations plus grandes. Il n'est donc pas rare d'observer des structures partiellement recristallisées à relativement basse température pour des déformations voisines de 1.



**Figure 3.4** – Évolution de la microstructure de l'alliage modèle 304L sans Nb au régime stationnaire pour différentes températures à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. Les sous-joints de grains ne figurent pas sur ces microstructures.).

### 3.2.4 Influence de la vitesse de déformation

L'effet de la vitesse de déformation sur la DDRX est opposé à celui de la température. Ainsi lorsque la vitesse de déformation augmente la contrainte d'écoulement augmente également (figure 3.5) tandis que la taille de grain moyenne diminue (figure 3.6). De même, la contrainte maximale ainsi que le régime stationnaire sont atteints pour des déformations plus grandes lorsque la vitesse de déformation est plus élevée.

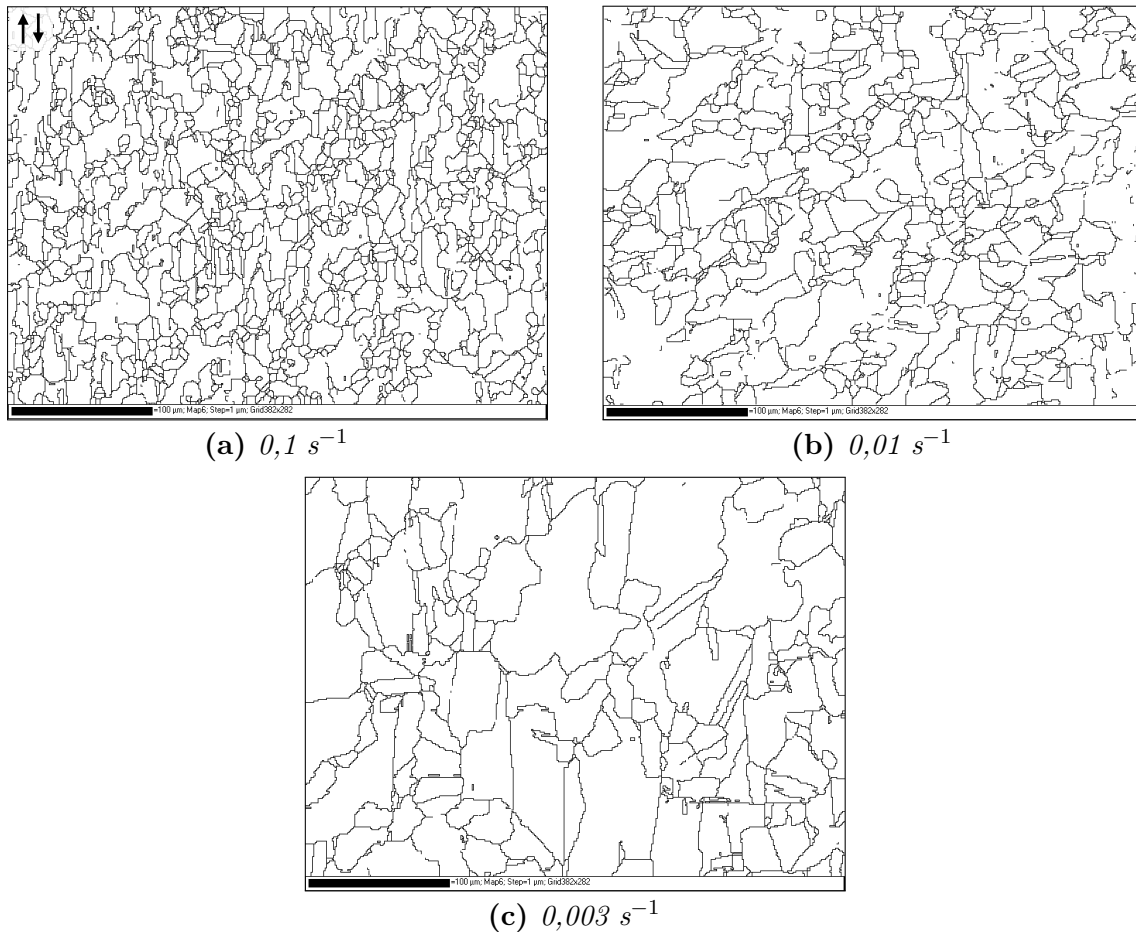


**Figure 3.5** – Courbes contrainte – déformation de l'alliage modèle 304L sans Nb pour différentes vitesses de déformation à une température de 1050 °C.

Si les effets de la vitesse de déformation sur les courbes contrainte – déformation et sur la microstructure sont symétriques à ceux de la température, c'est parce que ce sont les mêmes mécanismes physiques qui sont mis en jeu. À température constante, une faible vitesse de déformation favorise les mécanismes de restauration dynamique. En effet, le mouvement des dislocations dans le matériau nécessite un réarrangement de la structure atomique. Or lorsque la vitesse de déformation est plus faible, davantage de temps est laissé au matériau pour pouvoir réaliser ces réarrangements atomiques. Ainsi, une meilleure mobilité des dislocations favorise la formation des sous-joints et donc la germination dans le matériau. De même, la migration des joints de grains nécessite un réarrangement de la structure atomique, elle est donc activée à faible vitesse de déformation.

Ainsi sur la figure 3.6, quand la vitesse de déformation diminue, on retrouve des évolutions microstructurales similaires à celles de la figure 3.4 lorsque la température augmente.

## 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles



**Figure 3.6** – Évolution de la microstructure de l’alliage modèle 304L sans Nb au régime stationnaire pour différentes vitesses de déformation à une température de 1050 °C (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l’image (a) est identique pour toutes les microstructures. Les sous-joints de grains ne figurent pas sur ces microstructures.).

### 3.2.5 Influence de la teneur en niobium

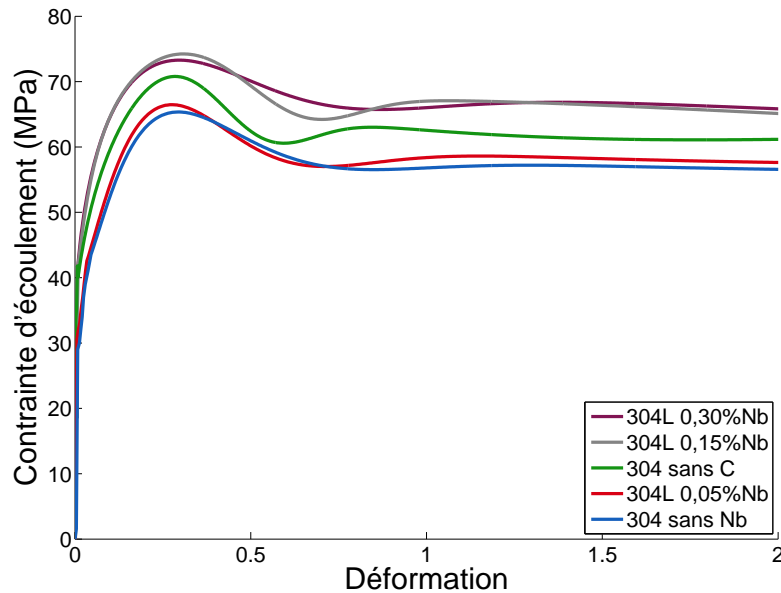
Dans les sections précédentes, nous nous attachions à décrire les effets des conditions de déformation rencontrées dans la gamme de forgeage, c’est-à-dire de la température et de la vitesse de déformation, sur les courbes contrainte – déformation et sur les microstructures associées. Notre objectif est maintenant d’évaluer l’effet de la composition chimique, en particulier de l’ajout de niobium, sur les mécanismes de la recristallisation. Le niobium peut influencer la DDRX par l’intermédiaire de deux mécanismes principalement :

- Le traînage des solutés (solute drag) influence la mobilité des joints de grains. En effet, les atomes de niobium en solution solide diffusent vers les joints de grains, où le coût énergétique de la distorsion du réseau atomique est plus faible. Lors de la migration des joints, les atomes en solution solide migrent avec eux provoquant une diminution de leur mobilité (*cf.* section 1.3.3.2).
- L’épinglage de Zener (Zener pinning) s’oppose au mouvement des joints de



grains. Les carbures de niobium exercent une force d'ancrage antagoniste à la direction de propagation du joint de grains au moment du passage de celui-ci (*cf.* section 1.3.3.3).

La figure 3.7 présente les courbes contrainte – déformation pour l'ensemble des alliages modèles, obtenues dans les conditions de déformation moyennes de la gamme de forgeage, c'est-à-dire à 1050 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup>.

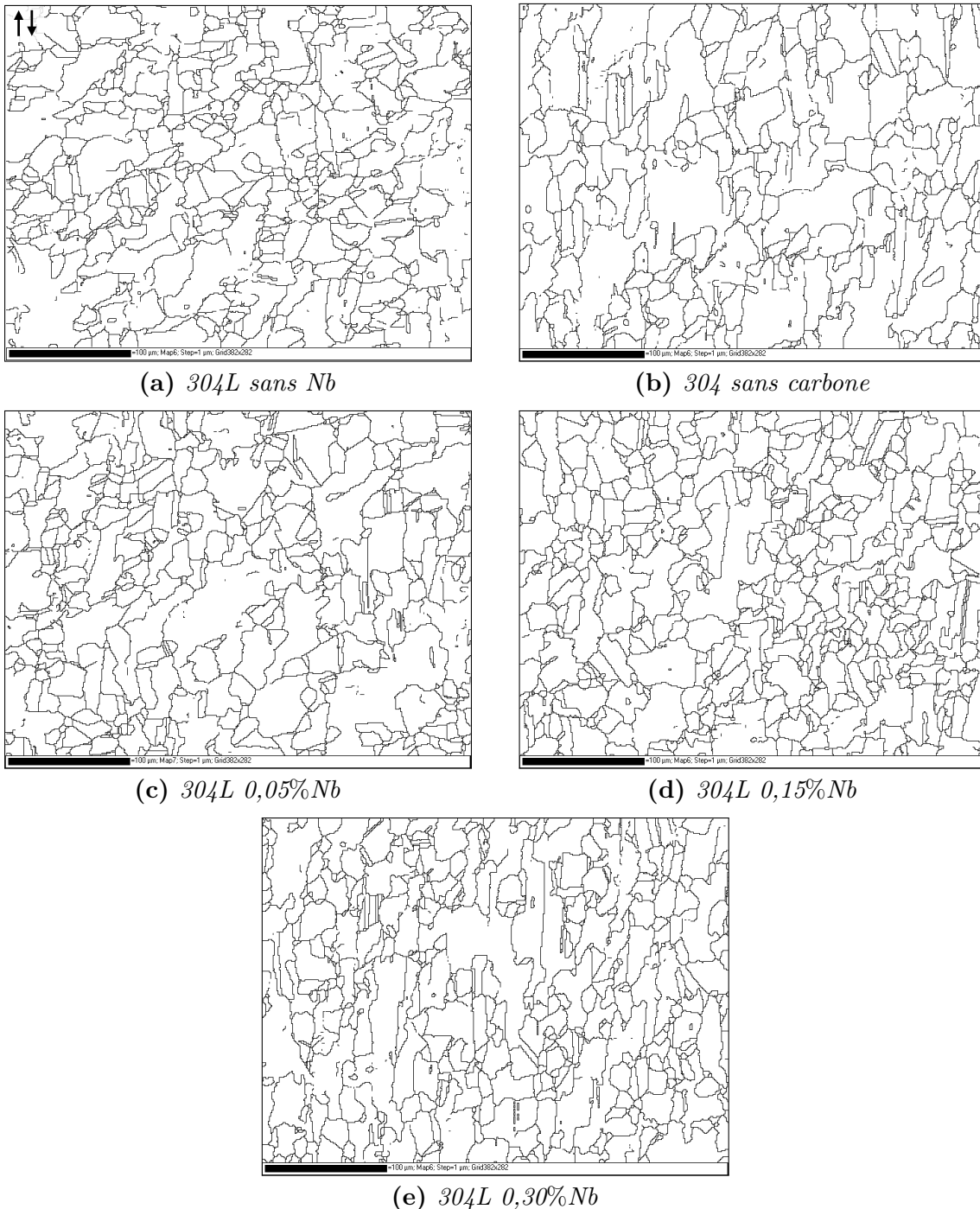


**Figure 3.7** – Courbes contrainte – déformation pour l'ensemble des alliages modèles pour une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> à la température de 1050 °C.

Les contraintes d'écoulement au régime stationnaire mais également au régime transitoire sont différentes en fonction de la teneur en niobium dans le matériau. On distingue clairement deux groupes dans lesquelles les courbes se superposent : un premier groupe composé des nuances 304L sans Nb et 304L 0,05%Nb tandis que les nuances 304L 0,15%Nb et 304L 0,30%Nb composent le second groupe. Ces différences au niveau des courbes contrainte – déformation suggèrent un effet du niobium sur les mécanismes de la DDRX. Le mode d'interaction des dislocations avec les atomes en solution solide ou avec les particules de seconde phase est assez similaire. En effet celles-ci ralentissent la mobilité des dislocations, diminuant ainsi les possibilités d'interactions entre elles, rendant moins efficace le processus de restauration dynamique. Cela provoque une augmentation de la densité moyenne des dislocations dans le matériau et par conséquent une augmentation de la contrainte d'écoulement. La diminution de la mobilité des dislocations retarde également le déclenchement de la germination selon un processus décrit dans la partie 3.2.3. On observe en effet que les déformations qui correspondent aux contraintes maximales sont légèrement plus élevées pour les deux nuances les plus enrichies en niobium.

### 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

Cependant l'effet du niobium reste mesuré, car les différences au niveau de la contrainte d'écoulement en régime stationnaire (de l'ordre de 10 MPa) ainsi qu'au niveau de déformation correspondante à la contrainte maximale (différence de déformation de l'ordre de 0,1) restent faibles.

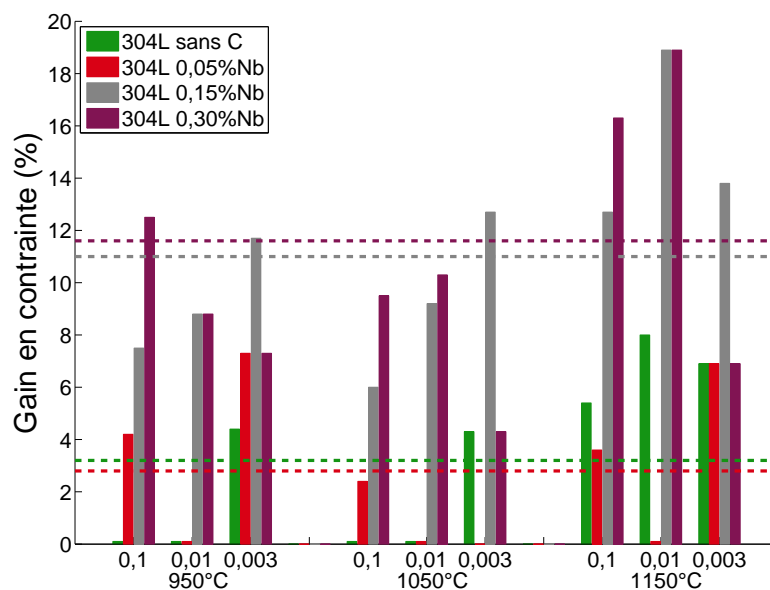


**Figure 3.8** – Microstructures des alliages modèles au régime stationnaire ( $\varepsilon = 2$ ) pour une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  à la température de  $1050 \text{ °C}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. Les sous-joints de grains ne figurent pas sur ces microstructures.).

Cet effet non significatif du niobium est confirmé par l'observation des microstruc-

tures liées présentées sur la figure 3.8. En effet, aucune différence significative n'est observée que ce soit au niveau de l'apparence des microstructures ou des valeurs de la taille de grain moyenne.

Afin de confirmer les tendances observées à  $1050\text{ °C} - 0,01\text{ s}^{-1}$ , l'ensemble des résultats issus de la campagne expérimental sont résumés dans les figures 3.9 et 3.10. Celles-ci présentent respectivement, le gain en contrainte et la diminution de la taille de grain moyenne observée au régime stationnaire pour chaque nuance modèle en fonction des conditions expérimentales. Le gain et la diminution sont calculés en considérant comme valeur de référence les résultats obtenus pour l'alliage modèle 304L sans Nb.



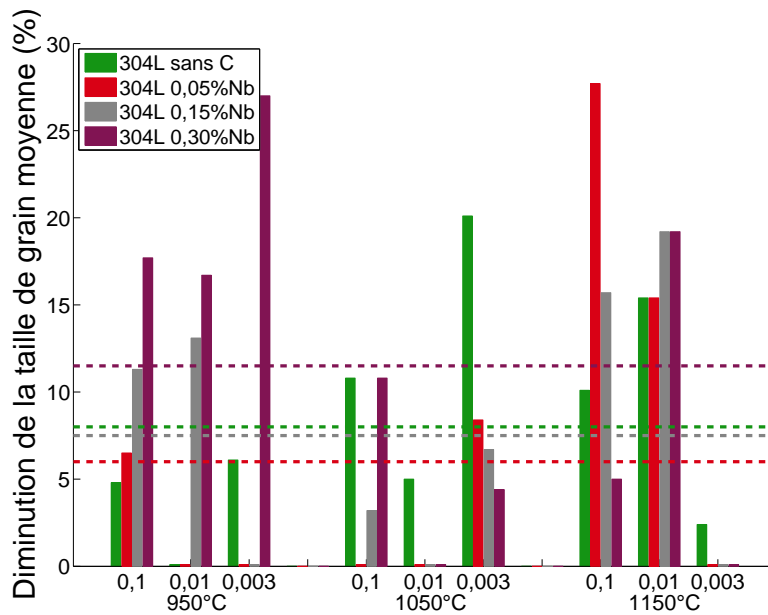
**Figure 3.9** – Gain en contrainte observé pour l'ensemble des alliages modèles par rapport à l'alliage 304L sans Nb en fonction des conditions expérimentales.

Concernant le gain en contrainte, l'ajout de niobium dans les proportions les plus élevées (1500 et 3000 ppm) permet d'obtenir un gain moyen sur l'ensemble de la gamme de forgeage (lignes en pointillés) de l'ordre de 11 %. Tandis que pour les deux autres nuances, le gain moyen peu significatif obtenu est l'ordre de 3 %. L'effet du niobium sur la contrainte d'écoulement pour les nuances 304L sans carbone, 304L 0,15%Nb et 304L 0,30%Nb est d'autant plus prononcé que la température augmente (en particulier à 1150 °C). L'évolution des résultats de la nuance 304L 0,05%Nb en fonction de la température est plus contrasté. Malgré ces observations, aucune évolution franche en fonction de la température ou de la vitesse de déformation ne se dégage des résultats expérimentaux quant à l'augmentation de la contrainte par addition de niobium.

Une diminution de plus en plus forte de la taille de grain moyenne est observée lorsque le taux de niobium augmente dans les matériaux. Cette diminution est res-

### 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

pectivement de 6 % pour le 304L 0,05 %Nb, de 8 % pour le 304L 0,15%Nb et de 12 % pour la nuance 304L 0,30%Nb. À l’instar des résultats obtenus sur le gain en contrainte, l’effet du niobium sur la taille de grain moyenne est plus prononcé à haute température sauf pour la nuance 304L 0,30%Nb. En effet, pour cette nuance, la diminution de la taille de grain moyenne est plus conséquente à basse température, contredisant la relation entre la contrainte d’écoulement et la taille de grain moyenne. Cependant, les résultats expérimentaux sont plutôt dispersés, il est donc difficile une fois de plus d’établir un lien entre la température ou la vitesse de déformation et la diminution de la taille de grain moyenne par addition de niobium.



**Figure 3.10** – Diminution de la taille de grain moyenne observée pour l’ensemble des alliages modèles par rapport à l’alliage 304L sans Nb en fonction des conditions expérimentales.

#### 3.2.6 Sensibilité à la vitesse de déformation et à la température

À partir de l’ensemble des courbes contrainte – déformation, les coefficients caractérisant la sensibilité des matériaux à la vitesse de déformation et à la température sont déterminés.

La sensibilité à la vitesse de déformation est calculée à température et déformation constantes selon :

$$m = \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T} \quad (3.1)$$

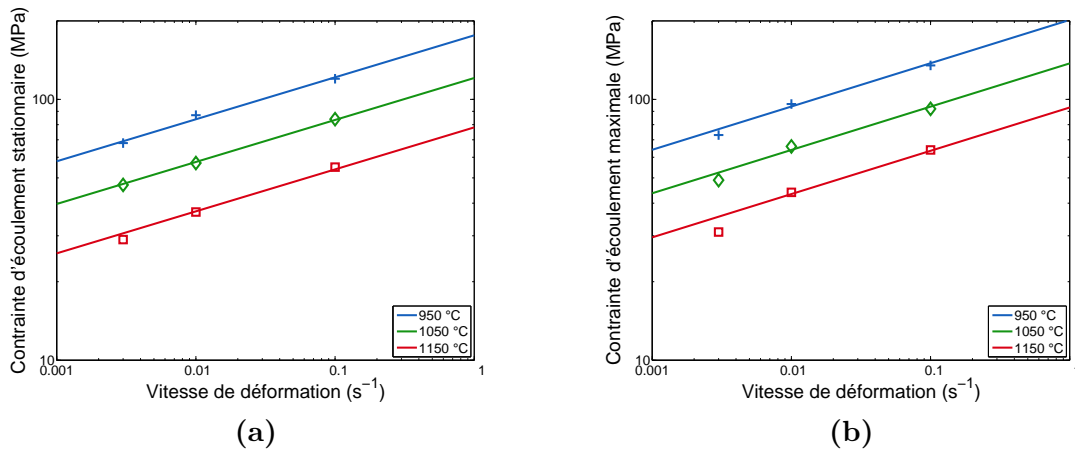
où  $\sigma$  est la contrainte d’écoulement et  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation. À une température donnée, le coefficient  $m$  caractérise la dépendance de la contrainte d’écoulement vis-à-vis de la vitesse de déformation.

De même, l'énergie d'activation apparente est calculée à vitesse de déformation et déformation constantes selon :

$$Q = \frac{R}{m} \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right)_{\dot{\varepsilon}, \varepsilon} \quad (3.2)$$

où  $m$  est la sensibilité à la vitesse de déformation,  $\sigma$  la contrainte d'écoulement,  $T$  la température de déformation et  $R$  la constante molaire des gaz. L'énergie d'activation apparente caractérise la dépendance en température de la contrainte d'écoulement pour une vitesse de déformation donnée.

Un coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation commun aux trois températures étudiées a été déterminé au régime stationnaire ( $\varepsilon = 2$ ) et à la contrainte maximale. La figure 3.11 montre que les courbes établies à partir de ces coefficients sont cohérentes avec les données expérimentales. La sensibilité à la vitesse de déformation, à la contrainte maximale  $m_M$  et au régime stationnaire  $m_S$ , est donc indépendante de la température dans la gamme étudiée. Le tableau 3.3 regroupe les coefficients  $m_S$  et  $m_M$  pour l'ensemble des nuances modèles étudiées. La faible dispersion des coefficients  $m_S$  et  $m_M$  montre que l'effet des éléments d'alliages est peu significatif sur les mécanismes élémentaires de la DDRX. Ces valeurs de sensibilité à la vitesse sont comparables à celles que l'on peut trouver dans la littérature. Ainsi, Gavard *et al.* [46] trouvent  $m = 0,14$  pour l'acier 304L, mais on trouve également des valeurs comprises entre  $m = 0,12$  [47] et  $m = 0,18$  [48].



**Figure 3.11** – Sensibilité à la vitesse de déformation (a) au régime stationnaire et (b) pour la contrainte maximale dans le cas de l'acier 304L sans niobium.

De même, pour chaque nuance l'énergie d'activation apparente a été déterminée (*cf.* tableau 3.3) à l'aide des coefficients  $m_S$  et  $m_M$  précédemment déterminés. Les valeurs des énergies étant supérieures à l'énergie d'activation d'autodiffusion des atomes (270 à 280 kJ.mol<sup>-1</sup>) montre les mécanismes thermiquement activés qui interviennent dans la DDRX ne dépendent pas uniquement de la diffusion des atomes.

### 3.2 Étude de la DDRX sur les matériaux modèles

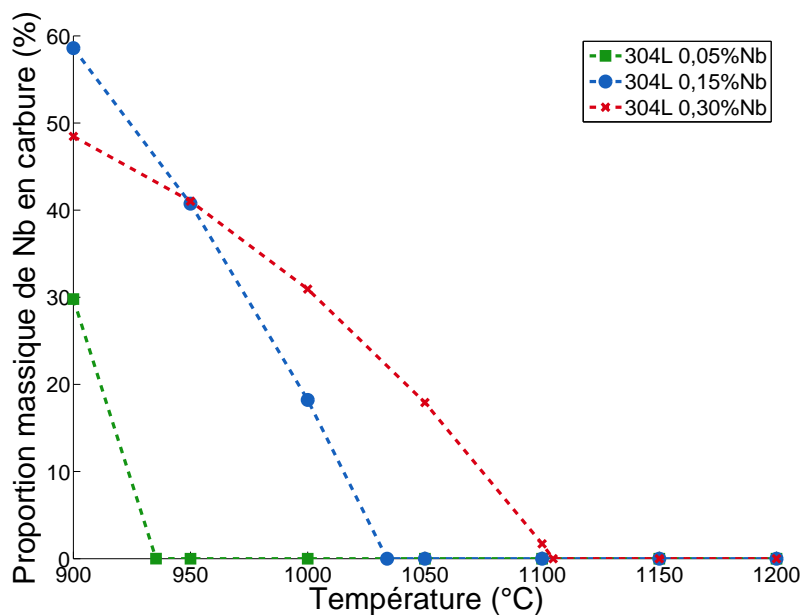
**Tableau 3.3** – Résumé des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation et de l'énergie apparente d'activation pour les différentes nuances modèles.

Nuances	304L sans Nb	304L 0,05 %Nb	304L 0,15 %Nb	304L 0,30 %Nb	304 sans C
$m_S$	0,161	0,164	0,147	0,170	0,149
$Q_S$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	367	372	376	330	371
$m_M$	0,166	0,166	0,159	0,166	0,153
$Q_M$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	330	370	371	370	400

#### 3.2.7 États de précipitation

Afin de déterminer le mécanisme d'action du niobium (traînage des solutés ou épinglage de Zener), il est indispensable de connaître l'état thermodynamique du niobium en fonction des conditions expérimentales. Une étude de l'état de précipitation a été réalisée à l'aide du logiciel Thermocalc®. Elle permet de connaître le pourcentage de niobium en solution solide ou sous forme de carbure de niobium à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température.

La figure 3.12 présente la proportion massique de niobium présente sous forme de carbure en fonction de la température pour chaque nuance modèle.



**Figure 3.12** – Évolution en fonction de la température de la proportion massique de niobium sous forme de carbures de niobium pour chaque nuance modèle.

On observe que dans la gamme de température étudiée (950 °C – 1150 °C) seules

les nuances 304L 0,15%Nb et 304L 0,30%Nb peuvent former des carbures de niobium à l'équilibre. De plus, la proportion massique maximale de niobium sous forme de carbure est de l'ordre de 40 %, atteinte pour la plus basse température d'essai. Cette proportion décroît lorsque la température de déformation augmente et devient nulle respectivement à 1037 °C et à 1103 °C pour les nuances 304L 0,15%Nb et 304L 0,30%Nb.

Le traînage des solutés apparaît donc comme le mécanisme d'action majoritaire du niobium sur les mécanismes de la DDRX. Cependant la comparaison entre les figures 3.9 et 3.10 montre qu'il est difficile d'établir un lien entre la diminution de la taille de grain moyenne et l'état de précipitation à l'équilibre, l'épinglage de Zener comme le traînage des solutés pouvant tous les deux affiner la microstructure.

### 3.3 Étude de la DDRX sur les matériaux industriels

Parallèlement aux essais sur les matériaux modèles, des essais dans les mêmes conditions expérimentales (*cf.* tableau 3.1) ont été réalisés sur des nuances industrielles. La matière fournie par AREVA Creusot Forge est issue de produits industriels semi-finis dont les traitements thermomécaniques nécessaires à leurs fabrications ainsi que leurs compositions chimiques sont détaillées dans la partie 2.2.3. L'objectif de cette étude est d'observer si l'ajout de niobium dans les coulées industrielles, qui comportent des impuretés contrairement aux alliages modèles, peut permettre de diminuer la taille de grain moyenne à l'issue du procédé de forgeage.

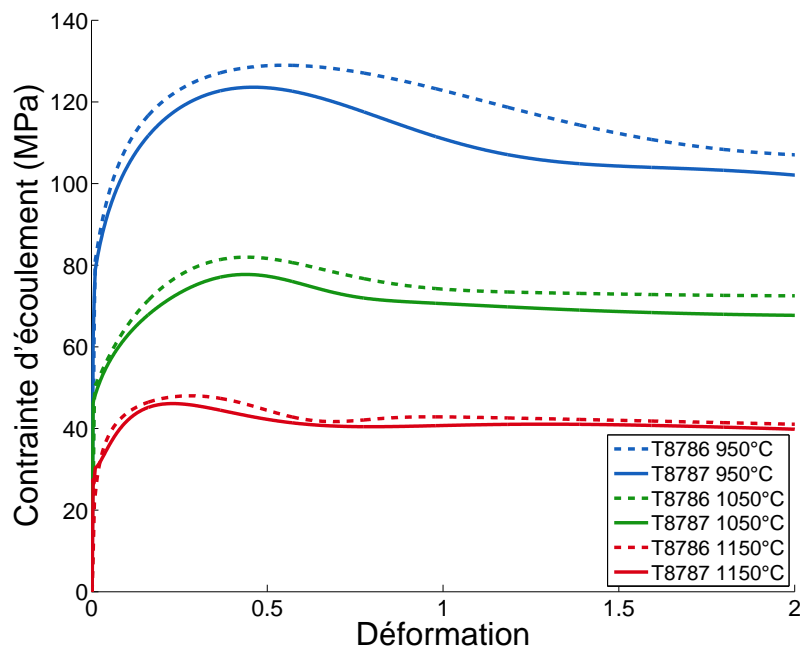
#### 3.3.1 Influence des conditions expérimentales

Les figures 3.13 et 3.14 présentent respectivement l'effet de la température (à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ ) et l'effet de la vitesse de déformation (à une température de 1050 °C) sur les courbes contrainte – déformation réalisées à partir des coulées T8787 et T8786 avec 0,05 %Nb. L'analyse des courbes montre que les résultats obtenus pour les alliages industriels sont en adéquation avec les données expérimentales issues des matériaux modèles. En effet, on retrouve bien les mêmes évolutions de la contrainte d'écoulement en fonction des conditions expérimentales. Ainsi lorsque la température augmente ou lorsque la vitesse de déformation diminue :

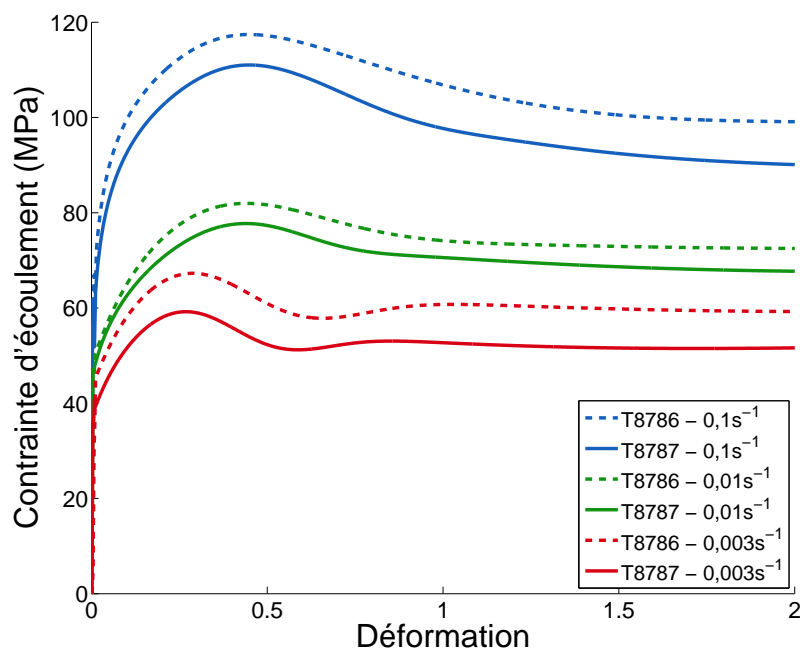
- la contrainte d'écoulement au régime stationnaire diminue;
- le pic de contrainte est atteint pour des déformations plus faibles;
- la taille de grain moyenne augmente (figure 3.15).

Ces observations sont des manifestations de la sensibilité des mécanismes de la DDRX aux conditions expérimentales déjà détaillées dans la partie précédente. On remarque également peu de différences entre les deux alliages industriels. Même si

### 3.3 Étude de la DDRX sur les matériaux industriels



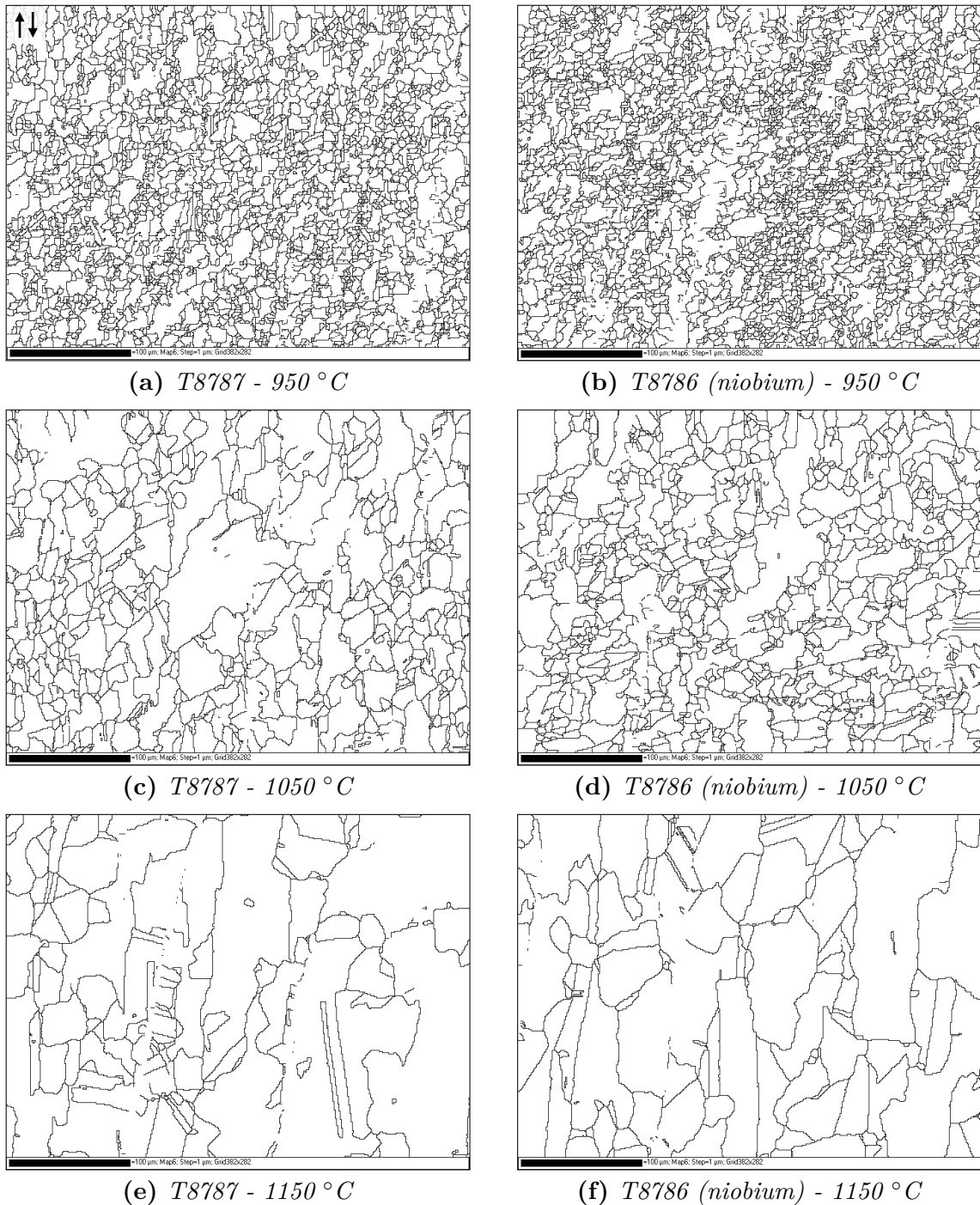
**Figure 3.13** – Comparaison des courbes contrainte – déformation des alliages industriels pour différentes températures à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ .



**Figure 3.14** – Comparaison des courbes contrainte – déformation des alliages industriels pour différentes vitesses de déformation à une température de  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ .

les courbes contrainte – déformation de la nuance T8786 sont supérieures à celle de la nuance T8787, l'écart reste peu significatif. En effet, le régime stationnaire est atteint pour les mêmes déformations et aucun décalage du pic de contrainte n'est observé, seule la contrainte d'écoulement est supérieure.





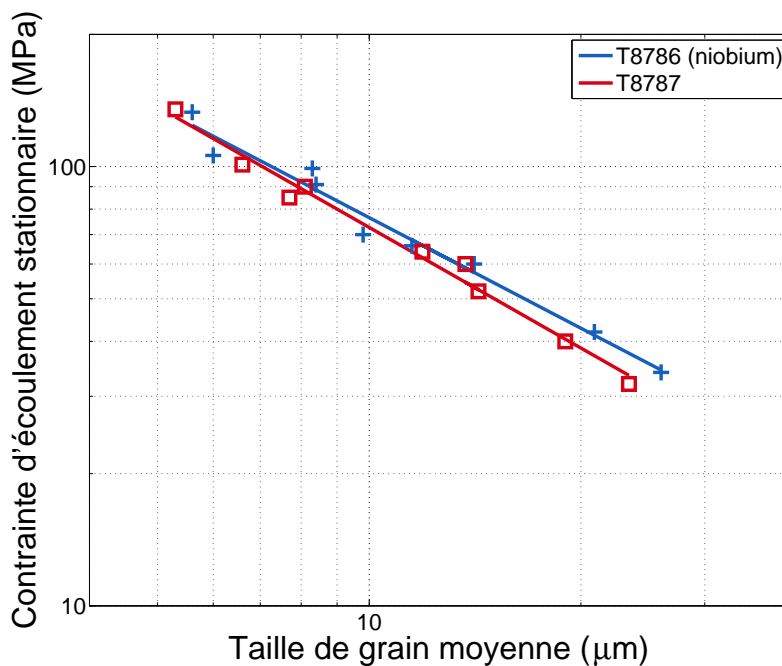
**Figure 3.15** – Comparaison de l'évolution de la microstructure des alliages T8787 et T8786 obtenue pour une déformation de  $\varepsilon = 2$  aux températures de la gamme de forgeage à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. Les sous-joints de grains ne figurent pas sur ces microstructures.).

L'ajout de niobium dans les alliages industriels affecte donc peu les mécanismes de la recristallisation dynamique discontinue, ce que confirment les observations microstructurales. La figure 3.15 présente les microstructures des nuances T8787 et T8786 obtenues au régime stationnaire  $\varepsilon = 2$  aux trois températures de la gamme

### 3.3 Étude de la DDRX sur les matériaux industriels

de forgeage à la vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ . Aucune différence significative n'est observée que ce soit pour la taille de grain moyenne ou concernant l'aspect de la structure du matériau.

L'ensemble des résultats expérimentaux sont résumés à l'aide d'un diagramme de Derby présenté sur la figure 3.16. La réalisation d'un diagramme de Derby consiste à tracer la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grain moyenne en régime stationnaire. Ce type de diagramme permet donc de comparer des alliages sur une gamme de température et de vitesse de déformation en prenant en compte les différences à la fois au niveau de la contrainte d'écoulement et au niveau de la taille de grain moyenne. On observe que les courbes de tendance se superposent, en particulier à basse température ou à grande vitesse de déformation (domaine où la contrainte est élevée et la taille de grain moyenne petite). Elles ne se séparent que pour les deux derniers points correspondant aux essais à  $1150 \text{ °C}$  aux vitesses de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $0,003 \text{ s}^{-1}$ . La superposition des courbes suggèrent un effet très limité du niobium.



**Figure 3.16** – Comparaison des différences de comportement rhéologique des alliages industriels à l'aide d'un diagramme de Derby.

#### 3.3.2 Comparaison avec les alliages modèles

En comparant respectivement les figures 3.13 et 3.14 aux figures 3.3 et 3.5, on remarque que les allures des courbes contrainte – déformation des alliages industriels sont similaires aux courbes obtenues sur les matériaux modèles. Cependant les contraintes d'écoulement sont toujours légèrement supérieures pour les alliages

industriels. En effet la contrainte d'écoulement de la nuance T8787 est supérieure de 5 MPa à 950 °C (respectivement à 0,003 s<sup>-1</sup>), de l'ordre de 10 MPa à 1050 °C (respectivement à 0,01 s<sup>-1</sup>) et de 15 MPa à 1150 °C (respectivement à 0,1 s<sup>-1</sup>) par rapport à la nuance 304L sans niobium. Cette différence vient du fait que les alliages industriels possèdent beaucoup d'impuretés, qui même dans de faibles proportions, ralentissent le déplacement des dislocations et des joints de grains et donc favorisent l'écroissance du matériau.

### 3.4 Étude de la PDRX sur les matériaux modèles

L'étude de la recristallisation dynamique dont les résultats ont été présentés dans la partie précédente permet de comprendre comment les conditions expérimentales orientent les mécanismes de la DDRX et par conséquent les évolutions de la microstructure. Grâce à l'utilisation de matériaux modèles permettant d'isoler les effets des éléments d'alliage, l'étude montre que l'ajout de niobium ne permet pas de diminuer de façon significative la taille de grain moyenne à l'issue de la DDRX. Cependant, le procédé de forgeage étant multipasses, la matière subit également des phases de recuit. L'objectif de l'étude des mécanismes post-dynamiques est donc de comprendre comment les mécanismes propres à la recristallisation post-dynamique orientent les évolutions microstructurales pendant ces phases. L'effet éventuel de l'ajout de niobium sur ces mécanismes est également évalué.

#### 3.4.1 Programme expérimental PDRX

Le protocole expérimental pour les essais post-dynamiques est le suivant : chaque éprouvette subit un maintien de 10 min à la température de l'essai, puis est déformée à 1050 °C à la vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup>. Une fois le taux de déformation cible atteint, un maintien à la température de l'essai est effectué dans le four de torsion jusqu'à un temps de maintien maximal de 30 min. Les éprouvettes subissent ensuite une trempe à l'argon permettant de fixer la microstructure. Lorsque le temps de maintien excède 30 min, le temps complémentaire de recuit est effectué dans un four tubulaire.

Le tableau 3.4 présente les conditions expérimentales appliquées dans le cadre des essais post-dynamiques.

Les mécanismes qui opèrent lors d'un recuit dépendent à la fois de l'état de déformation du matériau et du temps de maintien. Afin d'étudier l'ensemble des mécanismes, des recuits sont réalisés à partir de deux états de déformation différents. Ainsi lorsque  $\varepsilon = 0,3$  le matériau se trouve dans un état déformé mais non recristallisé, tandis que lorsque  $\varepsilon = 1,5$  le matériau a été déformé jusqu'au régime stationnaire, il se trouve donc dans un état où les grains initiaux ont disparu. Les

### 3.4 Étude de la PDRX sur les matériaux modèles

Tableau 3.4 – Programme des essais post-dynamiques sur les matériaux modèles.

1050 °C – 0,01 s <sup>-1</sup> – $\varepsilon = 0,3$									
Nuances	5 s	15 s	30 s	60 s	5 min	30 min	2 h	5 h	8 h
304L 0,05%Nb		✓	✓	✓	✓	✓			
1050 °C – 0,01 s <sup>-1</sup> – $\varepsilon = 1,5$									
Nuances	5 s	15 s	30 s	60 s	5 min	30 min	2 h	5 h	8 h
304L sans Nb			✓	✓	✓	✓		✓	
304L 0,05%Nb	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
304L 0,15%Nb			✓	✓	✓	✓		✓	

maintiens s'étalent dans le temps de manière à observer l'évolution de mécanismes rapides tels que la recristallisation post-dynamique mais également de mécanismes plus lents tels que la croissance de grain.

Enfin, l'effet du niobium sur la recristallisation post-dynamique et la croissance de grains est étudié à l'aide d'essais comparatifs entre trois nuances modèles : 304L sans Nb, le 304L 0,05%Nb et l'alliage 304L 0,15%Nb.

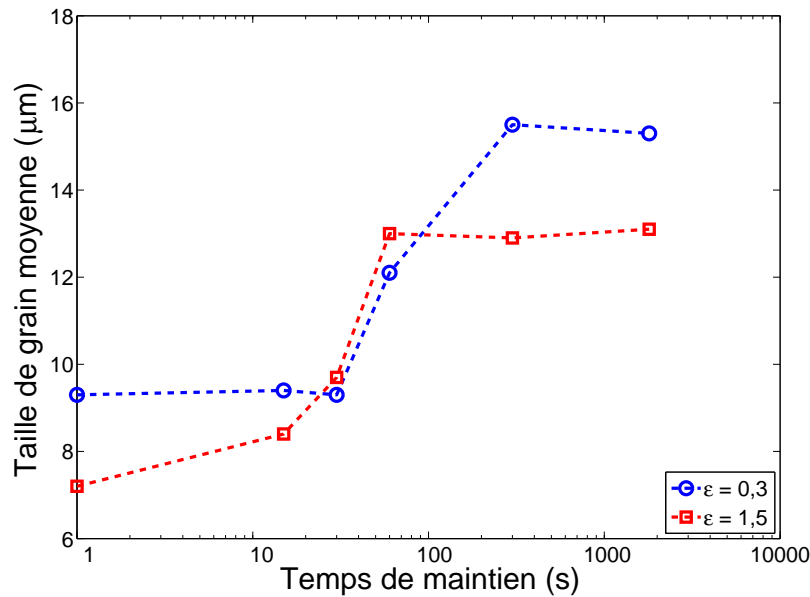
#### 3.4.2 Influence du taux de déformation

L'état de déformation du matériau avant le recuit est un paramètre clé pour déterminer le type de mécanisme qui contrôle l'évolution de la taille de grain en post-dynamique. La figure 3.17 présente l'évolution de la taille de grain (3D) de la nuance 304L 0,05%Nb pour différents temps de maintien après une déformation préalable de 0,3 (courbe bleue) et de 1,5 (courbe rouge).

Les cinétiques de croissance de la taille de grain moyenne diffèrent en fonction du taux de déformation préalable au maintien. En effet, lorsque  $\varepsilon = 1,5$  la taille de grain moyenne augmente immédiatement lors du recuit jusqu'à un palier atteint à  $t = 60$  s. À l'inverse lorsque  $\varepsilon = 0,3$  la taille de grain stagne jusqu'à 30 secondes, puis augmente jusqu'à un palier atteint à  $t = 300$  s. Ces différences suggèrent la mise en place de mécanismes post-dynamiques différents dans les deux cas.

##### 3.4.2.1 Recristallisation statique

Lorsque la déformation est égale à 0,3 celle-ci est inférieure au taux de déformation nécessaire au déclenchement de la DDRX. Le matériau se trouve dans un état non



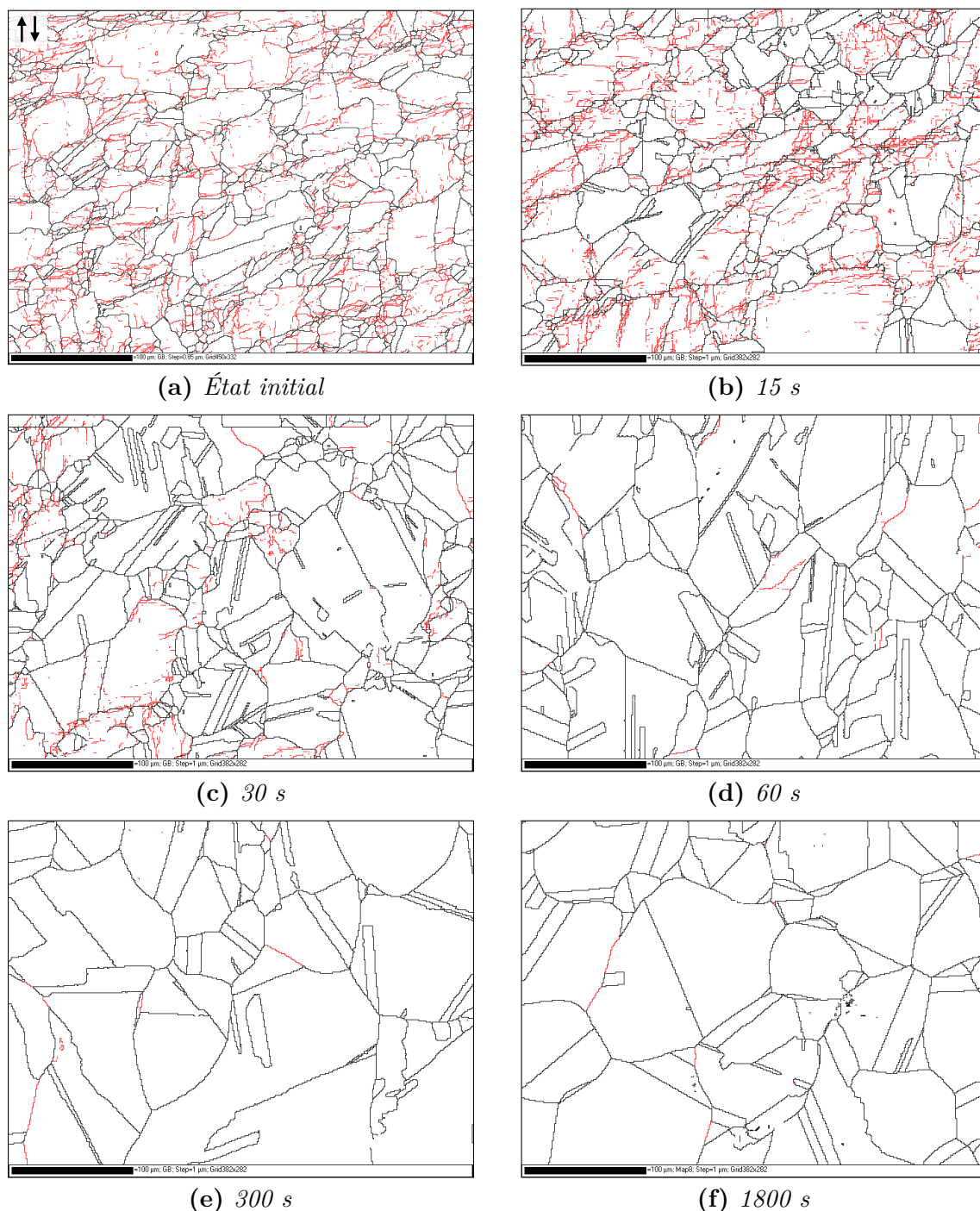
**Figure 3.17** – Évolution de la taille de grain moyenne (3D) de la nuance 304L 0,05%Nb en fonction du temps de maintien du recuit à 1050 °C après une déformation préalable de 0,3 (courbe bleue) et 1,5 (courbe rouge) à 1050 °C – 0,01 s<sup>-1</sup>.

recristallisé, les grains initiaux sont donc déformés, allongés et fortement écrouis (figure 3.18.a). De plus, la répartition des sous-joints dans le matériau est uniforme, suggérant qu'aucun germe issu de la DDRX n'est présent. Dans ce cas, le matériau subit un processus de recristallisation statique. Des germes vont se former dans les zones où les déformations locales sont les plus fortes, telles que les joints de grains ou les inclusions, selon les mécanismes détaillés dans la partie 1.3.4. Les germes se forment en partie au niveau des sous-joints présents dans le matériau mais nécessitent également un ré-arrangement d'une partie des dislocations en sous-structure. Le temps d'incubation nécessaire à la formation des germes est à l'origine de la stagnation de la taille de grain moyenne observée sur la figure 3.17.

Après 15 secondes de recuit (figure 3.18.b), on observe les premiers germes (les petits grains sans sous-structure) formés à partir des sous-joints présents dans le matériau à l'état initial. De même des grains dépourvus de dislocations sont présents, ils sont issus de la croissance de ces germes. En parallèle, sous l'action du ré-arrangement des dislocations dans le matériau, on observe la densification de la sous-structure au niveau des joints de grains alors que celle-ci était uniformément répartie dans les grains à l'état initial.

À  $t = 30$  s (figure 3.18.c), la proportion de sous-joints a fortement diminué dans le matériau. Ceci provient d'une part de la croissance des premiers germes et d'autre part des processus de restauration statique qui ont lieu pendant le recuit. En effet, en absence de déformation, aucun mécanisme ne vient contrebalancer la suppression des dislocations par les processus de restauration statique favorisés à haute température.

### 3.4 Étude de la PDRX sur les matériaux modèles



**Figure 3.18** – Évolution de la microstructure de l'alliage 304L 0,05%Nb en fonction du temps de maintien à 1050 °C suite à une déformation préalable de 0,3 à 1050 °C à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. En noir les joints de grains et en rouge les sous-joints de grains.).

On observe également deux populations distinctes de grains dans le matériau : les grains initiaux et les grains recristallisés. Les grains initiaux forment une population de gros grains déformés possédant des sous-joints mais aucun joint de macle. À l'inverse, les grains recristallisés possèdent de nombreux joints de macle, sont plutôt

de petites tailles et vierges de toute sous-structure, celle-ci ayant été supprimée lors de la migration des joints de grains. Malgré ces nombreux changements dans la structure, la taille de grain moyenne n'augmente pas encore à cause de la proportion élevée de petits grains.

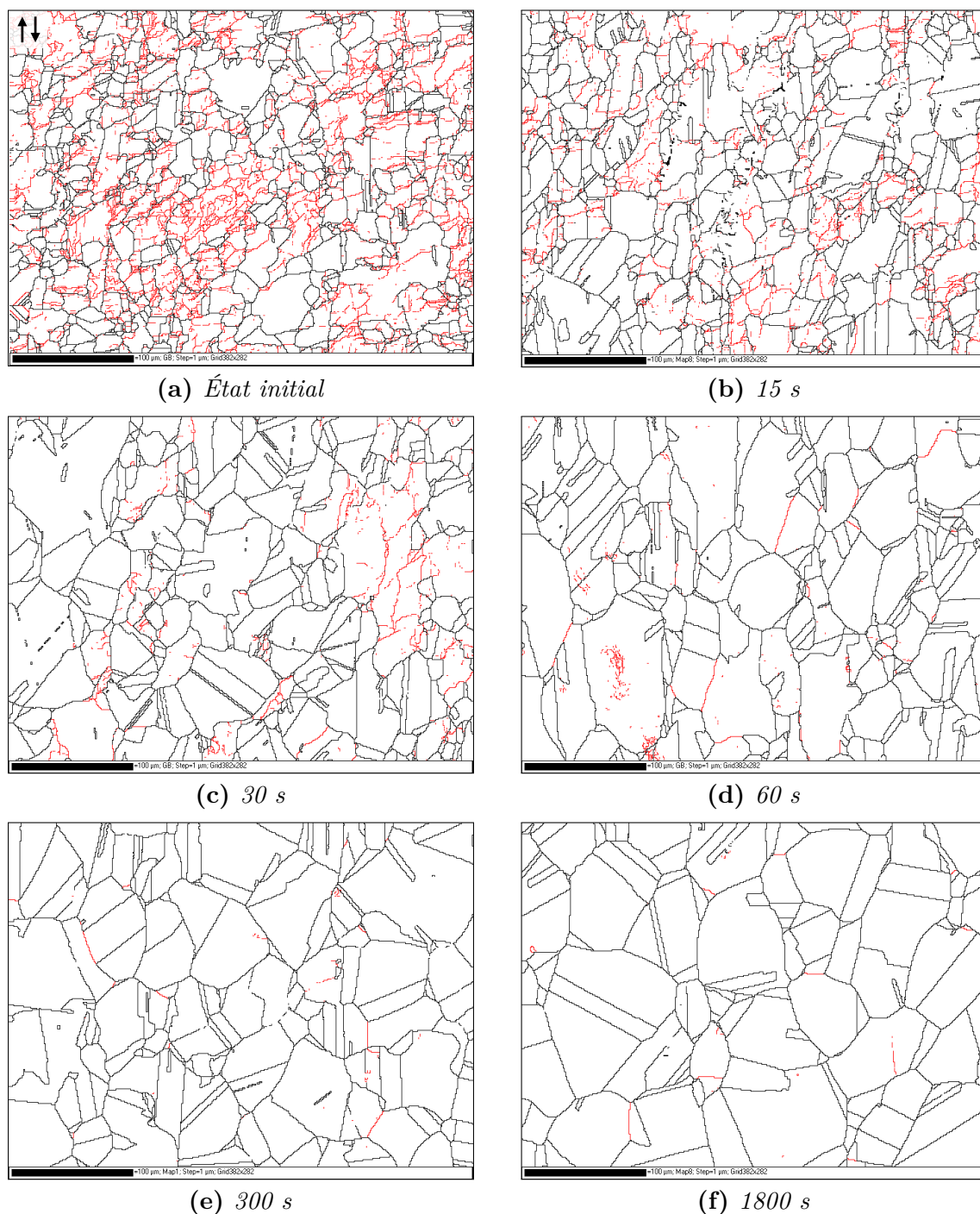
En continuant le recuit, la taille de grain moyenne commence à augmenter sous l'action de la croissance des nouveaux grains au détriment des anciens grains. Ainsi à  $t = 60$  s (figure 3.18.d), la proportion de petits grains diminue fortement dans le matériau et la sous-structure a pratiquement disparu. À  $t = 300$  s (figure 3.18.e), la taille de grain moyenne n'augmente plus, la structure étant entièrement restaurée. En effet, la force motrice de la migration des joints de grain est la différence de densité de dislocations entre les grains. Or sous l'action de la restauration statique, de la croissance des germes et en absence de déformation, la densité de dislocations moyenne dans le matériau diminue au cours du temps. Lorsque celle-ci n'est plus suffisamment importante, la recristallisation statique s'arrête. Ainsi après un maintien de 1800 s (figure 3.18.f), on retrouve une taille de grain moyenne identique à celle obtenue après 300 s de recuit. Cependant la microstructure continue d'évoluer comme en témoignent les serrations observées sur les joints de grain. En effet, le mécanisme de croissance de grain, sous l'action de la capillarité, continue de faire grossir la microstructure mais avec une cinétique de croissance beaucoup plus lente que la recristallisation statique, d'autant plus que la mobilité des joints de macles est très faible par rapport aux joints de grains.

#### 3.4.2.2 Recristallisation post-dynamique

Lorsque la déformation est suffisante ( $\varepsilon = 1,5$ ) pour atteindre le régime stationnaire, tous les grains initiaux ont disparu. La microstructure en fin de déformation (figure 3.19.a) est très hétérogène car elle contient des grains à différents stades d'écroutissage. Du fait de la simultanéité des mécanismes de la DDRX au régime stationnaire, on retrouve dans la microstructure : des germes vierges de densité de dislocations, des nouveaux grains peu écrouis en croissance et des anciens grains fortement écrouis en décroissance. Les grains suffisamment écrouis vont subir le processus de recristallisation statique précédemment décrit tandis que les germes vont subir un processus de recristallisation post-dynamique. Cependant, le processus de recristallisation post-dynamique est beaucoup plus rapide que le processus de recristallisation statique. Ainsi, les germes présents vont croître très rapidement au détriment des grains écrouis, ne laissant pas le temps au ré-arrangement de la sous-structure nécessaire à la recristallisation statique. La taille de grains moyenne va donc augmenter dès le début du maintien. La migration des joints de grains pendant la croissance des germes supprime rapidement les dislocations et les sous-joints dans le matériau. Ainsi après 15 secondes de recuit (figure 3.19.b) la proportion

### 3.4 Étude de la PDRX sur les matériaux modèles

de sous-structure est beaucoup plus faible dans le cas de la recristallisation post-dynamique que dans celui de la recristallisation statique (figure 3.18.b).



**Figure 3.19** – Évolution de la microstructure de l'alliage 304L 0,05%Nb en fonction du temps de maintien à 1050 °C suite à une déformation préalable de 1,5 à 1050 °C à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. En noir les joints de grains et en rouge les sous-joints de grains.).

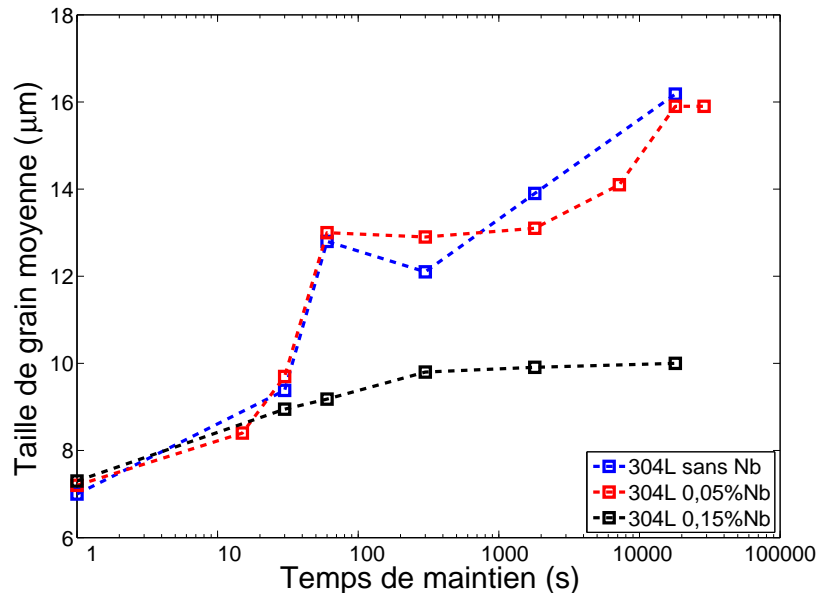
La croissance des grains est très rapide sous l'action de la recristallisation post-dynamique. La restauration complète de la sous-structure est atteinte après seule-



ment 60 secondes de recuit (figure 3.19.d) contre 300 secondes dans le cas de la recristallisation statique. De même, une fois le matériau restauré, la recristallisation post-dynamique s'arrête faute d'énergie stockée sous forme de dislocations et la croissance de grain prend le relais; la seule force motrice pour la migration des joints de grains est alors la diminution de l'énergie de surface des joints de grains.

### 3.4.3 Influence de la teneur en niobium

L'objectif de l'étude est d'évaluer l'effet de l'ajout de niobium sur les mécanismes post-dynamiques précédemment décrits : la recristallisation post-dynamique et la croissance de grain. La figure 3.20 présente l'évolution de la taille de grain moyenne (3D) des nuances 304L sans Nb, 304L 0,05%Nb et 304L 0,15%Nb pour différents temps de maintien après une déformation préalable de 1,5.



**Figure 3.20** – Évolution de la taille de grain moyenne (3D) des nuances 304L sans Nb (courbe bleue), 304L 0,05%Nb (courbe rouge) et 304L 0,15%Nb (courbe noire) en fonction du temps de maintien du recuit à 1050 °C après une déformation préalable de 1,5 à 1050 °C - 0,01 s<sup>-1</sup>.

On observe que pour les nuances 304L sans niobium et 304L 0,05%Nb, la taille de grain moyenne suit la même évolution, que ce soit pendant la recristallisation post-dynamique ou pendant la croissance de grain. Ce résultat montre que l'ajout de 500 ppm de niobium n'influence pas les mécanismes post-dynamiques.

À l'inverse, l'ajout de 1500 ppm de niobium, ralentit fortement l'évolution de la taille de grain moyenne pendant la recristallisation post-dynamique mais également pendant la croissance de grain. En effet, l'augmentation de la taille de grain moyenne reste très limitée dans le cas de la nuance 304L 0,15%Nb. Plusieurs hypothèses, dont la validité sera discutée par la suite, pourraient expliquer ces résultats :

### 3.4 Étude de la PDRX sur les matériaux modèles

---

- l'ajout de niobium influence la germination en augmentant le nombre de sites de germination;
- augmentation de la cinétique de restauration statique;
- diminution de la mobilité des joints de grains.

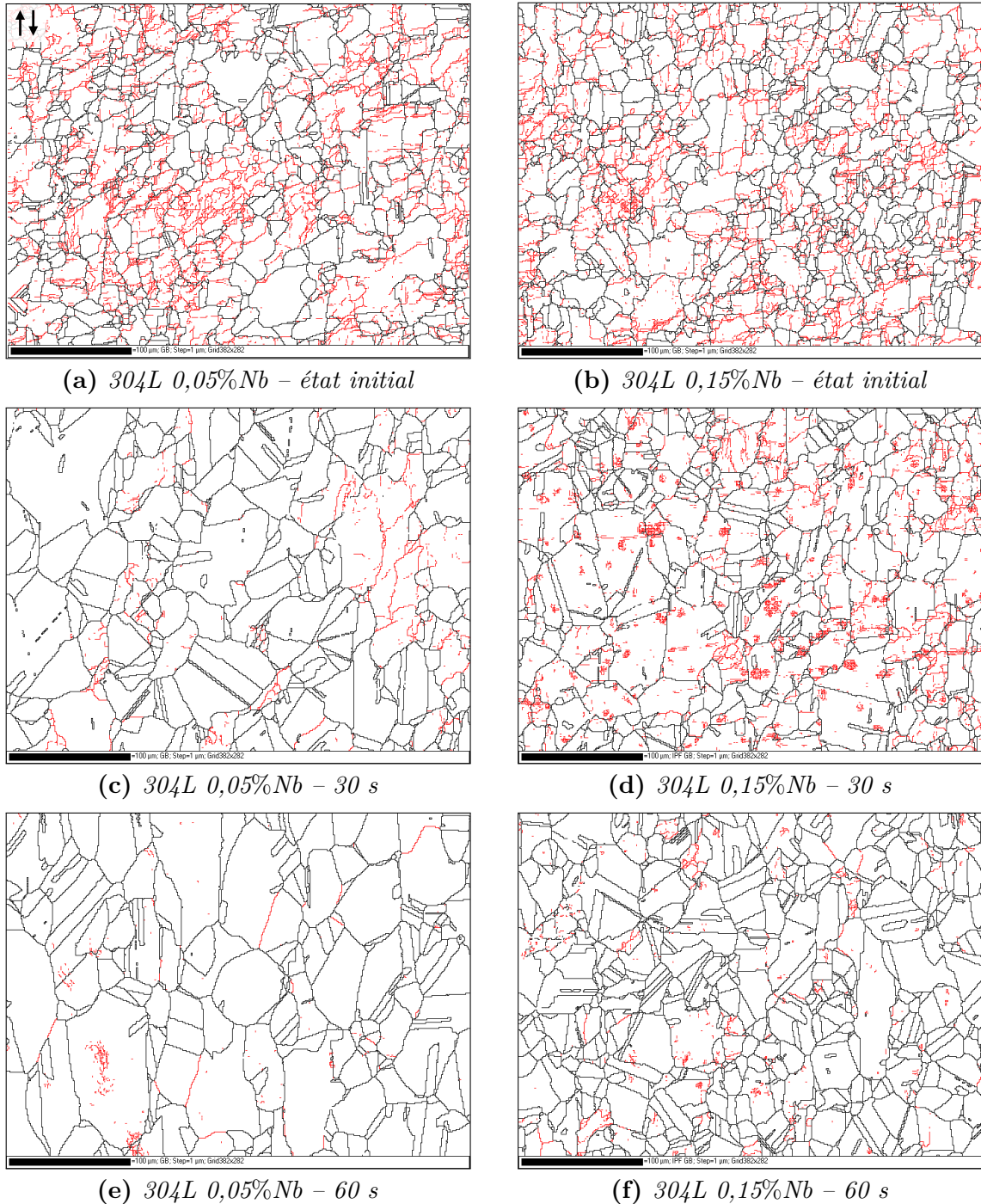
#### Augmentation du taux de germination

Une augmentation du taux de germination est susceptible d'expliquer la limitation de la croissance des grains en PDRX dans le cas de la nuance 304L 0,15%Nb. En effet, si le nombre de sites de germination est plus important suite à l'ajout de niobium, les interactions mutuelles entre les germes peuvent limiter leur croissance. Cependant si l'ajout de niobium influence la germination, cela signifie que le nombre de germes créés pendant la DDRX est plus important. Car dans le cas de la recristallisation post-dynamique aucun germe n'est formé pendant le recuit, les seuls germes présents dans le matériau sont issus de la DDRX. Ainsi si l'ajout de niobium influence la germination pendant la DDRX, alors la taille de grain moyenne au régime stationnaire doit également être plus petite dans le cas de la nuance 304L 0,15%Nb par rapport au 304L sans Nb. Or l'histogramme 3.10 permet de constater qu'il n'y a aucune diminution de la taille de grain moyenne au régime stationnaire suite à une déformation à 1050 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup>. Cette première hypothèse n'est donc pas valide pour expliquer les différences de cinétique de croissance de grain en PDRX observées sur la figure 3.20.

#### Augmentation de la cinétique de la restauration statique

La faible augmentation de la taille de grain moyenne dans le cas de la nuance 304L 0,15%Nb peut être la conséquence de l'influence du niobium sur la cinétique de restauration statique. En effet, la force motrice de la migration des joints de grains en PDRX est la différence de densité de dislocations entre les grains. Si le matériau restaure plus rapidement suite à l'ajout de niobium; alors la croissance des grains en sera limitée. Les mécanismes de restauration statique sont similaires aux mécanismes de restauration dynamique décrits dans la partie 1.3.1.3. La suppression des dislocations par annihilation par paire ou par absorption au niveau des joints de grains nécessite une grande mobilité celles-ci. Cette mobilité est d'autant plus grande que l'énergie de défaut d'empilement du matériau est grande. Or l'ajout de niobium fait diminuer l'énergie de défaut d'empilement dans le matériau ce qui ne permet pas d'augmenter la cinétique de restauration statique. L'invalidation de cette hypothèse est confirmée par des observations comparatives des microstructures des nuances 304L 0,05%Nb et 304L 0,15%Nb.

On observe que la sous-structuration des matériaux est similaire à l'état initial



**Figure 3.21** – Évolution de la microstructure des alliages 304L 0,05%Nb et 304L 0,15%Nb en fonction du temps de maintien à 1050 °C suite à une déformation préalable de 1,5 à 1050 °C à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$  (Le sens de cisaillement indiqué en haut à gauche de l'image (a) est identique pour toutes les microstructures. En noir les joints de grains et en rouge les sous-joints de grains.).

pour les deux nuances (figure 3.21.a et figure 3.21.b). Si l'augmentation de la cinétique de restauration statique était responsable de la limitation de la taille de grain moyenne dans l'alliage 304L 0,15%Nb, on devrait alors observer beaucoup moins de sous-joints pour cet alliage. Or à  $t = 30 \text{ s}$ , la sous-structure est beaucoup moins im-

### 3.5 Conclusion

---

portante pour l'alliage 304L 0,05%Nb (figure 3.21.c) que pour l'alliage 304L 0,15%Nb (figure 3.21.d). De même à  $t = 60$  s, temps à partir duquel la structure est censée être entièrement restaurée, de nombreux grains possèdent encore des sous-joints (figure 3.21.f).

#### *Diminution de la mobilité des joints de grains*

La limitation de la croissance des grains en PDRX peut s'expliquer par une diminution de la mobilité des joints de grains. En effet, par l'intermédiaire des mécanismes de traînage des solutés ou d'épinglage de Zener (*cf.* la section 1.3.3), l'ajout de niobium peut diminuer la mobilité des joints de grains. La figure 3.12 nous permet d'écarter l'hypothèse de l'épinglage de Zener, car à 1050 °C, dans le cas de la nuance 304L 0,15%Nb, aucun carbure de niobium n'est susceptible de se former à l'équilibre. Le mécanisme d'action du niobium en PDRX est par conséquent le traînage des solutés.

De plus, les observations expérimentales sont cohérentes avec ce type de mécanisme ainsi qu'avec la théorie de Cahn. En effet, l'influence du traînage des solutés est faible lorsque les vitesses de migration des joints de grains sont grandes, ce qui est le cas lors de la recristallisation dynamique discontinue. À l'inverse lors de la recristallisation post-dynamique, les vitesses de migration des joints de grains mises en jeu sont beaucoup plus faibles, dans ce cas d'après la théorie de Cahn, l'effet du traînage des solutés sur la mobilité des joints est significatif.

### 3.5 Conclusion

Les résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre permettent de comprendre comment les conditions thermomécaniques influencent les mécanismes de la recristallisation dynamique et post-dynamique. La cinétique de recristallisation dynamique est d'autant plus rapide que la vitesse de déformation est faible et que la température est élevée. Ces conditions favorisent la mobilité des dislocations et des joints de grains, et donc accélèrent les mécanismes physiques qui en dépendent. À l'inverse, lorsque la vitesse de déformation est élevée ou que la température de déformation est basse, un taux de déformation plus important est nécessaire pour atteindre le régime stationnaire. Pour autant, ces conditions favorisent l'obtention d'une microstructure plus fine et plus homogène. L'étude des effets d'un ajout de niobium, réalisée à l'aide de matériaux modèles, montre que seules les deux nuances les plus enrichies en niobium permettent d'obtenir à la fois un gain moyen en contrainte et une diminution de la taille de grain moyenne proche de 10 % sur l'ensemble de la gamme de forgeage étudiée. Cependant aucune corrélation n'a pu être établie entre

### **Chapitre 3. Résultats expérimentaux sur la DDRX et la PDRX**

---

les gains observés et d'une part, les conditions de déformation et d'autre part, du rapport carbone/niobium dans le matériau.

Si l'effet du niobium sur les mécanismes de la DDRX reste peu significatif, cette étude montre cependant que le niobium, dans les proportions les plus élevées étudiées, ralentit fortement les mécanismes de la recristallisation post-dynamique et de la croissance de grains. Le traînage des solutés est considéré comme le mécanisme d'action privilégié car celui-ci est à même d'expliquer les différences observées expérimentalement entre la DDRX et la PDRX. En effet, les vitesses de migration des joints de grains en DDRX sont beaucoup trop grandes, à l'inverse de la PDRX, pour être significativement ralenties par les atomes de niobium en solution solide.

# Chapitre 4

## État de l'art de la modélisation de la récrystallisation

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>83</b>
<b>4.2</b>	<b>Modélisation de la DDRX</b>	<b>85</b>
4.2.1	Modèles JMAK	85
4.2.2	Modèles en champs moyens	86
<b>4.3</b>	<b>Modélisation de la PDRX</b>	<b>113</b>
4.3.1	Modèles JMAK	113
4.3.2	Modèles en champs moyens	113
4.3.3	Modèle en champs complets	117
<b>4.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>123</b>

---

### 4.1 Introduction

Le contrôle de l'évolution de la microstructure au cours du procédé de forgeage à chaud nécessite une connaissance précise des mécanismes physiques qui opèrent dans le matériau. Les résultats d'une campagne expérimentale, comme celle décrite dans la sous-section 3.2.1, permettent de comprendre comment les conditions de forgeage, telles que la température, la vitesse de déformation ou la composition chimique, orientent les mécanismes de la DDRX et de la PDRX. Cependant, la réalisation d'une telle campagne expérimentale n'est pas toujours compatible avec les exigences en termes de délais, coûts et capacités rencontrés dans le milieu industriel. Le développement de modèles capables de reproduire les mécanismes de la récrystallisation et permettant de prédire les caractéristiques mécaniques et microstructurales à l'issue d'un procédé de déformation à chaud, apparaît donc comme indispensable pour répondre à ces attentes. Ainsi depuis plusieurs années, différents

types de modèles, récemment résumés par Orend *et al.* [49], ont été développés afin de satisfaire ces exigences. On peut principalement distinguer trois catégories de modèles :

- Les modèles phénoménologiques réussissent à reproduire les observations expérimentales, cependant ils ne reposent pas sur une description physique des mécanismes de la recristallisation. De plus l'identification des paramètres nécessite de nombreux résultats expérimentaux.
- À l'inverse, les modèles en champs complets reposent sur une description complète de la microstructure et permettent de suivre son évolution en tout point du maillage éléments finis. Ce type de modèle ne nécessite que peu de données expérimentales et repose sur de nombreuses approches telles que les level-sets [50], les champs de phases [51], vertex [52], les automates cellulaires [53] ou encore sur des approches Monte Carlo [54]. Cependant, ces modèles restent très coûteux en puissance et en temps de calcul, ce qui est actuellement difficilement compatible avec une utilisation industrielle.
- Les modèles en champs moyens apparaissent comme un bon compromis entre les deux types de modèles précédents. En effet, à l'instar des modèles en champs complets, ils permettent une description locale des phénomènes physiques comme l'évolution de la densité de dislocations ou la germination des nouveaux grains. Ces modèles proposent une approche semi-analytique basée sur la résolution d'équations physiques. Ils sont capables de prédire les évolutions de la contrainte d'écoulement ainsi que de la taille de grain moyenne avec un temps de calcul raisonnable. De plus, ils ne nécessitent que peu de données expérimentales pour l'identification des paramètres physiques.

Ce chapitre propose une synthèse des différents modèles de DDRX et de PDRX, avec pour objectif d'apporter au lecteur un support de comparaison sur la modélisation. Dans un premier temps, après une présentation succincte de quelques modèles JMAK de recristallisation dynamique, une comparaison approfondie de quatre modèles DDRX en champs moyens est réalisée. Celle-ci a pour but de mettre en évidence les aspects communs à tous les modèles mais également de montrer que les mécanismes physiques peuvent être modélisés différemment sans affecter les valeurs macroscopiques. Enfin, il est démontré que les distributions de taille de grains non réalistes, principale limitation des modèles en champs moyens, proviennent du caractère déterministe de la loi de migration des joints de grains commune à l'ensemble des modèles. Différentes manières d'outrepasser cet aspect déterministe sont également présentées. Dans un second temps, plusieurs modèles de recristallisation post-dynamique sont présentés. En particulier, les modèles en champs moyens ainsi que la méthode level-set des modèles en champs complets. Cette méthode fait l'objet d'une présentation plus détaillée car elle est utilisée comme base de comparaison

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

dans le développement d'un nouveau modèle en champs moyens présenté dans le chapitre 5.

## 4.2 Modélisation de la DDRX

### 4.2.1 Modèles JMAK

Les cinétiques de la DDRX peuvent être facilement décrites à l'aide d'une courbe sigmoïdale. De nombreux modèles empiriques [55–58] reposent donc sur des versions modifiées des équations de Johnson–Mehl–Avrami–Kolmogorov (JMAK) [59]. Ces modèles offrent une description simple de l'évolution de la cinétique de recristallisation, permettant d'obtenir l'évolution de la fraction recristallisée en fonction de la déformation ainsi que la taille de grain moyenne en régime stationnaire.

De nombreux auteurs tels que Kim et Yoo [55] ou Dehghan–Manshadi *et al.* [57] ont étudié la recristallisation de l'acier 304L à l'aide de modèles JMAK. Dans la plupart des cas, l'évolution de la fraction recristallisée est décrite à l'aide d'une fonction d'Avrami dépendante de nombreux paramètres comme le taux de déformation ( $\varepsilon$ ), le taux de déformation critique ( $\varepsilon_c$ ) correspondant au début de la DDRX et le taux de déformation ( $\varepsilon^*$ ) correspondant au début du régime stationnaire.

Jonas *et al.* [58] ont également proposé un protocole pour prédire les courbes contrainte – déformation à l'aide d'un modèle JMAK en fonction de la température pour une nuance donnée. Pour cela, il est nécessaire de déterminer la dépendance en température des paramètres de la loi d'écrouissage et de la loi d'Avrami à partir d'un ensemble de données expérimentales. En tenant compte de la relation existant entre la fraction recristallisée et la différence de contrainte résultant de l'adoucissement induit par la DDRX, il est possible d'estimer la courbe contrainte – déformation sans réaliser un essai mécanique.

Le tableau 4.1 résume quelques exemples de modèles JMAK utilisés pour la DDRX. Ces relations permettent d'obtenir des résultats en adéquation avec les observations expérimentales quelles que soient les conditions de déformation (dépendance avec le paramètre de Zener–Hollomon). Cependant les paramètres de ces modèles ne possèdent pas de sens physique et les valeurs des constantes dépendent des matériaux utilisés ainsi que de la température et de la vitesse de déformation. Il est donc nécessaire de les déterminer pour chaque condition expérimentale, ce qui exige la réalisation de beaucoup d'essais. Comme les modèles JMAK ne proposent pas de description explicite de la microstructure, ils sont donc également incapables de prédire les évolutions de la taille de grain moyenne au cours de la déformation ou de prédire des valeurs distribuées. Enfin, la modélisation de procédés multipasses nécessite la combinaison de plusieurs modèles JMAK décrivant les différents régimes.



Tableau 4.1 – Exemples de différents modèles JMAK pour la DDRX.

Matériaux	Modèle JMAK	Auteurs
Acier 304L	$X_{DRX} = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon^*} \right)^{m'} \right]$ $\varepsilon_c = 0,27 \left( \frac{Z}{A} \right)^{0,0115}$ $\varepsilon^* = 0,61 \left( \frac{Z}{A} \right)^{0,007}$ $d = 67,8 \left( \frac{Z}{A} \right)^{-0,017}$	Kim et Yoo [55]
Acier 304L	$X_{DRX} = 1 - \exp \left[ -k (\varepsilon - \varepsilon_c)^{1,3} \right]$ $\varepsilon_c = 2,2 \times 10^{-3} Z^{0,15}$ $d = 5,2 \times 10^3 Z^{-0,17}$	Dehghan–Manshadi <i>et al.</i> [57]
Acier 304L	$X_{DRX} = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_{50}} \right) \right]$ $\varepsilon_c = 5,32 \times 10^{-4} \exp \left( \frac{8700}{T} \right)$ $\varepsilon_{50} = 1,264 \times 10^{-5} d_0^{0,31} \varepsilon^{0,05} \exp \left( \frac{6000}{T} \right)$ $d = 20560 \dot{\varepsilon}^{-0,3} \exp \left[ -0,25 \left( \frac{Q}{RT} \right) \right]$	Jonas <i>et al.</i> [58]
<p>où <math>X_{DRX}</math> est la fraction recristallisée, <math>Z</math> le paramètre de Zener–Hollomon, <math>A</math> une constante, <math>d</math> la taille de grain moyenne, <math>k</math> un paramètre dépendant des conditions expérimentales, <math>d_0</math> la taille de grain initiale et <math>Q</math> l'énergie d'activation apparente.</p>		

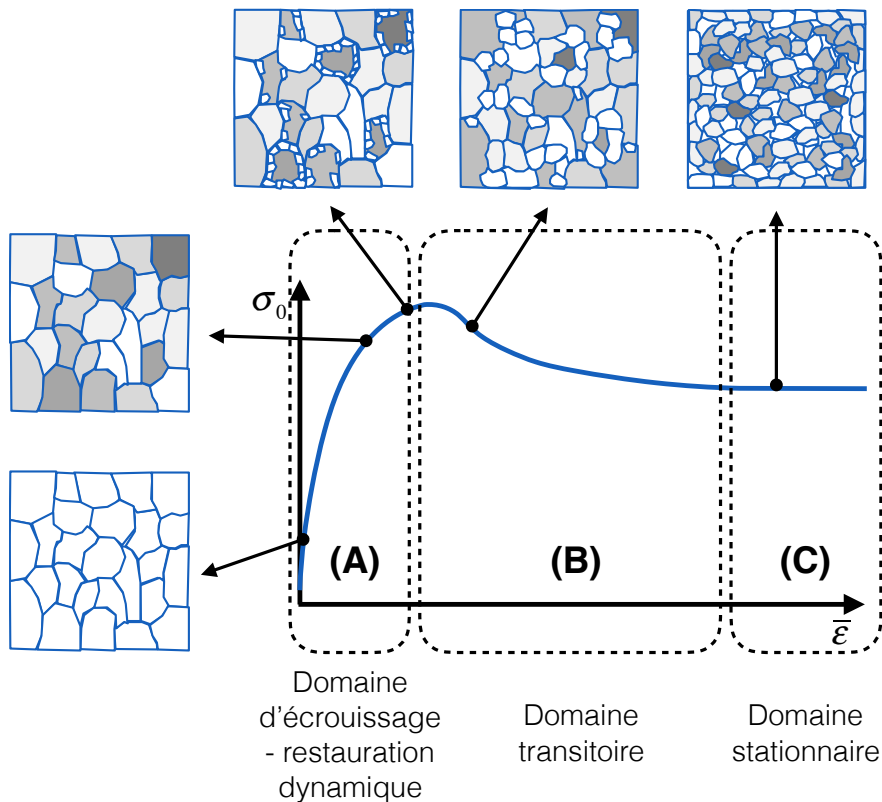
## 4.2.2 Modèles en champs moyens

### 4.2.2.1 Généralités

La courbe contrainte – déformation d'un matériau ayant subi un processus de re-cristallisation dynamique discontinue (figure 4.1) peut être divisée en trois domaines. Le domaine d'écroissage – restauration dynamique est caractérisé par l'augmenta-

## 4.2 Modélisation de la DDRX

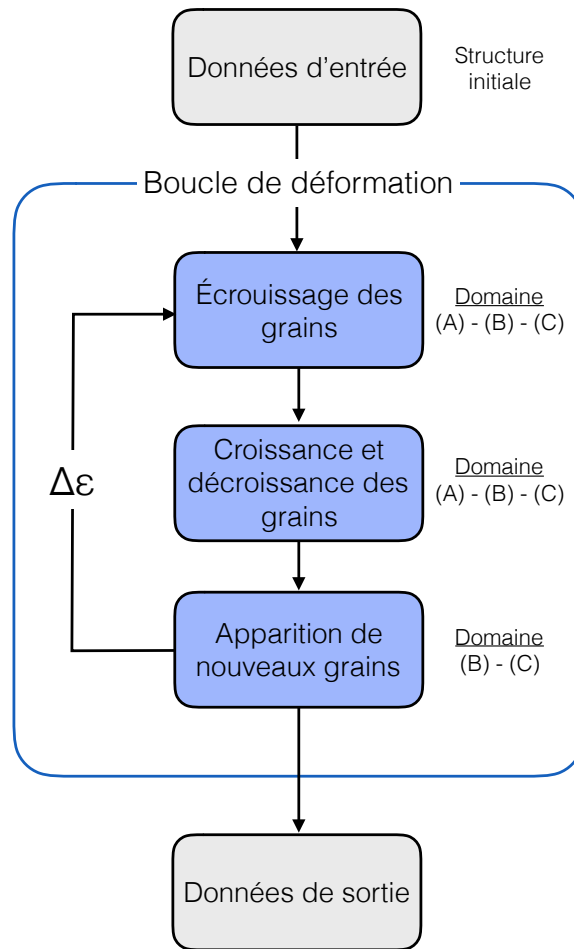
tion de la densité de dislocations dans le matériau sous l'action de la déformation. L'apparition des germes au niveau des grains les plus écrouis marque le déclenchement de la recrystallisation. Les germes, régions à faible densité de dislocations, croissent au détriment des grains écrouis provoquant une diminution de l'énergie du système et donc de la contrainte d'écoulement. Cette décroissance se poursuit jusqu'au régime stationnaire, où l'on observe la simultanéité des mécanismes physiques : écrouissage des grains, germination, croissance des nouveaux grains et décroissance des grains écrouis.



**Figure 4.1** – Lien entre la contrainte d'écoulement et les évolutions de la microstructure dans le matériau au cours de la DDRX.

La modélisation de la DDRX nécessite de déterminer une équation pour chacun des mécanismes physiques préalablement énoncés. Malgré des différences au niveau de ces équations représentatives, tous les modèles en champs moyens possèdent une structure commune présentée sur la figure 4.2.

Les paramètres matériaux (mobilité des joints de grains, paramètre de germination, module de cisaillement, *etc.*) ainsi que les paramètres définissant les conditions de déformation (température, vitesse de déformation, *etc.*) constituent les paramètres d'entrée communs à l'ensemble des modèles en champs moyens. De même, cette étape permet de définir la microstructure initiale utilisée dans les calculs ainsi que ses caractéristiques (nombre de grains, densité de dislocations des grains, taille des grains, *etc.*).



**Figure 4.2** – Structure générale des modèles en champs moyens de DDRX.

La boucle de déformation constitue le noeud central de tous les modèles car elle constitue la partie dans laquelle les trois équations modélisant les mécanismes de la DDRX sont appliquées à chaque grain. Ainsi à chaque itération de déformation :

- L’augmentation de la densité de dislocations induite par la déformation est calculée, pour chaque grain, à l’aide de l’équation d’écrouissage – restauration dynamique. Les paramètres de cette équation sont évalués à partir des courbes contrainte – déformation expérimentales dans le domaine où seuls l’écrouissage et la restauration dynamique jouent (domaine (A) de la figure 4.1).
- La variation de la taille de chaque grain est évaluée à partir de l’équation de migration des joints de grains en fonction de la différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice ou les domaines. Cette équation gère également implicitement la suppression des grains.
- Le nombre de nouveaux grains est déterminé par l’intermédiaire de l’équation de germination qui prend en compte des mécanismes différents selon les modèles. Si le taux de germination est positif, des germes sont incorporés dans le système des grains. En fonction des modèles, l’application de la loi de germi-

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

nation nécessite d'atteindre une déformation critique.

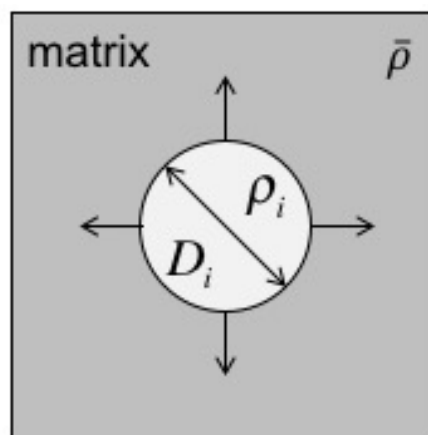
L'adoucissement lié à la recristallisation observé sur les courbes contrainte – déformation n'est pas géré par l'équation d'écroutissage – restauration dynamique mais c'est une conséquence de la croissance des germes à faibles densités de dislocations et de la disparition des grains initiaux fortement écrouis.

À l'issue du calcul, les modèles à champs moyens permettent d'obtenir l'évolution de la contrainte d'écoulement, de la taille de grain moyenne, de la fraction recristallisée en fonction de la déformation ainsi que les distribution de la taille de grain et de la densité de dislocations.

Enfin, le fonctionnement des modèles en champs moyens nécessite, en outre, une hypothèse de localisation donnant la vitesse de déformation dans chacun des grains en fonction de celle qui est imposée à l'échelle macroscopique. Selon les modèles, différentes hypothèses peuvent être utilisées : hypothèse de Taylor (vitesse de déformation homogène), hypothèse statique (contrainte homogène) ou hypothèse iso-travail (travail mécanique homogène).

### 4.2.2.2 Modèle de Montheillet *et al.*

Montheillet *et al.* [60] ont proposé un modèle de DDRX en champs moyens basé sur une approche semi-analytique. La structure du matériau est modélisée par un ensemble de  $N$  grains sphériques définis à tout instant par leurs densités de dislocations  $\rho_i$  et par leurs diamètres  $D_i$ . L'hypothèse forte du modèle en champs moyens est de considérer chaque grain comme une inclusion interagissant avec une matrice homogène équivalente dont les propriétés sont la moyenne des propriétés de l'ensemble des grains (figure 4.3). Ce type de modèle ne possède donc pas de relation d'espace et de positionnement entre les grains (topologie).



**Figure 4.3** – Hypothèse forte des modèles en champs moyens : un grain interagit avec une matrice homogène équivalente.

*Écrouissage – restauration dynamique*

L'évolution de la densité de dislocations dans chaque grain est déterminée à l'aide d'une loi intégrant à la fois les effets de l'écrouissage et ceux de la restauration dynamique. Usuellement trois lois de comportement peuvent être utilisées dans ce modèle. La première équation est proposée par Kocks–Mecking (KM) [61] :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h\sqrt{\rho} - r\rho \quad (4.1)$$

où  $h$  est le paramètre d'écrouissage,  $r$  le paramètre de restauration dynamique et  $\rho$  la densité de dislocations.

Kocks considère que le taux d'écrouissage est proportionnel à  $\sqrt{\rho}$  car le libre parcours moyen des dislocations dans le matériau est proportionnel à  $1/\sqrt{\rho}$ . Le mouvement des dislocations dans le matériau participe à la déformation plastique. Par l'intermédiaire du mécanisme de source de Frank et Read, la création de nouvelles dislocations s'active lorsque que le mouvement d'une dislocation est bloqué par son interaction avec d'autres dislocations, afin de faire perdurer la déformation. Dans un matériau où les dislocations sont peu abondantes, aux faibles déformations par exemple, le mécanisme d'écrouissage est donc fortement dépendant de cette interaction entre les dislocations, et par conséquent de la distance moyenne parcourue par les dislocations dans le matériau.

À l'inverse, de nombreux auteurs [62–66] considèrent que le taux d'écrouissage est constant. Dans un matériau où les dislocations sont plus nombreuses au départ et où la sous-structure se forme très tôt dans le matériau, celles-ci sont absorbées au niveau des sous-joints et participent à leurs désorientations. Dans ce cas, elles parcourent le sous-grain sans rencontrer d'autres dislocations. L'écrouissage devient donc indépendant de l'interaction entre les dislocations. Le libre parcours moyen des dislocations ne dépend donc plus des autres dislocations mais correspond plutôt à la taille des sous-grains. Ainsi Yoshie [64] et Laasraoui–Jonas (YLJ) [65, 66] ont proposé une équation où le taux d'écrouissage est constant, correspondant plutôt au domaine des grandes déformations :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h' - r'\rho \quad (4.2)$$

où  $h'$  est le paramètre d'écrouissage,  $r'$  le paramètre de restauration dynamique.

La troisième loi proposée pour sa simplicité par Montheillet *et al.* [60] est une loi puissance (PW) :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{H^{\nu+1}}{\rho^\nu} \quad (4.3)$$

où  $H$  est le paramètre caractérisant l'écrouissage et la restauration dynamique et  $\nu$

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

une constante.

Malgré les différences au niveau de la physique prise en compte, dans la pratique Montheillet *et al.* [67] ont montré que les modèles YLJ, KM et PW réussissent tous à reproduire avec une précision similaire les courbes contrainte – déformation expérimentales. De plus, ils ont démontré l’existence de relations permettant de calculer la valeur de chaque paire de paramètres à partir des valeurs des autres paires. L’équation d’écrouissage – restauration dynamique dans le modèle peut donc être remplacée par n’importe quel autre modèle tel que la forme généralisée proposée par Estrin [68] :  $d\rho/d\varepsilon = (h + h''\sqrt{\bar{\rho}} - r\rho) - r''$  permettant d’inclure les effets de la restauration statique ( $r''$ ).

Quelle que soit la loi de comportement utilisée, les paramètres sont dépendants de la température et de la vitesse de déformation. Dans le modèle, ces paramètres sont souvent considérés comme identiques pour l’ensemble des grains.

Enfin, la contrainte d’écoulement en sortie du modèle est calculée à l’aide de la relation de Taylor :

$$\sigma = \alpha\mu b \frac{\sum \sqrt{\rho_i} D_i^3}{\sum D_i^3} \quad (4.4)$$

où  $\alpha$  est une constante. Notons que le calcul de la densité de dislocations moyenne est pondéré par le volume des grains, et non par la surface, car la contrainte macroscopique est la moyenne des contraintes locales dans le volume des grains.

### Migration des joints de grains

La différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice homogène environnante est considérée comme la principale force motrice de la migration des joints de grains [69] :

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau(\bar{\rho} - \rho_i) \quad (4.5)$$

où  $M$  est la mobilité des joints de grains,  $\bar{\rho}$  la densité de dislocations moyenne de la matrice,  $\rho_i$  la densité de dislocations moyenne du grain  $i$  et  $\tau$  l’énergie de ligne des dislocations ( $\tau = \mu b^2$  où  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  la norme du vecteur de Burgers). Le facteur 2 signifie que deux parties sphériques opposées de joints de grains se déplacent dans des sens opposés.

En régime stationnaire, lorsque la densité de dislocations moyenne dans le matériau est stable, le grain croît ( $\rho_i < \bar{\rho}$ ) jusqu’à une taille maximale atteinte lorsque  $\rho_i = \bar{\rho}$ . Comme le grain continue de s’écrouir sous l’action de la déformation, le sens de la force motrice s’inverse et le grain décroît ( $\rho_i > \bar{\rho}$ ) jusqu’à disparaître.

Afin d’assurer la conservation du volume, il est nécessaire de pondérer le calcul

de  $\bar{\rho}$  par les fractions de surface des joints [60] :

$$\bar{\rho} = \frac{\sum \rho_i D_i^2}{\sum D_i^2} \quad (4.6)$$

En effet, le volume total du système étant proportionnel à  $\sum D_i^3$ , sa dérivée temporelle  $\sum \dot{D}_i D_i^2 = 2M\tau (\bar{\rho} \sum D_i^2 - \sum \rho_i D_i^2)$  doit être nulle pour assurer l'incompressibilité du matériau.

### Germination

L'évolution du nombre de grains dans le système dépend de l'équilibre entre la germination de nouveaux grains  $(dN/dt)^+$  et la disparition des grains fortement écrasés  $(dN/dt)^-$ . La disparition des grains est gérée par l'équation 4.5, en effet lorsque la taille d'un grain en décroissance est proche de 0, celui-ci est enlevé du système, le volume résiduel étant transféré à un autre grain du système. Plusieurs mécanismes de germination ont été précédemment décrits dans la section 1.3.4, tels que la migration locale d'un joint entre deux grains adjacents [24, 25], la rotation d'un sous-joint [26, 27] ou encore la germination par maclage [28, 29]. Cependant l'étude et l'observation de ces mécanismes restent difficiles. Montheillet *et al.* [60] ont proposé ainsi une forme générale du taux de germination par unité de temps :

$$\left(\frac{dN}{dt}\right)^+ = k_N \bar{\rho}^p \sum D_i^2 \quad (4.7)$$

où  $k_N$  est le paramètre de germination dépendant des conditions expérimentales et  $p$  une constante positive. Dans le cas présent  $p = 3$  afin d'être cohérent avec un exposant de Derby  $\approx 0,75$  [60]. L'équation 4.7 décrit une vitesse de germination croissante avec la densité de dislocations moyenne (l'énergie stockée dans les dislocations est la force motrice de la formation des germes) et proportionnelle à la surface totale des joints de grains (les germes apparaissent préférentiellement au niveau des joints de grains).

### Identification des paramètres du modèle

L'utilisation des équations [4.1,4.2,4.3], 4.5 et 4.7 est suffisante pour modéliser la recristallisation dynamique discontinue quelles que soient les conditions expérimentales, le matériau et la taille de grain initiale. Cependant ces équations font appel à des paramètres matériaux qu'il faut préalablement déterminer.

Dans le modèle, la loi puissance est usuellement utilisée car elle a l'avantage de conduire à une solution analytique en régime stationnaire permettant de déterminer les paramètres matériaux  $k_N$  et  $M$  [69] :

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

$$M\tau = (2\nu + 3) \frac{(\nu + 1)^{\nu+2}}{(\nu + 2)^{\nu+1}} H^{\nu+1} \dot{\varepsilon} \frac{\bar{D}}{(\sigma_S/\alpha\mu b)^{2(\nu+2)}} \quad (4.8)$$

$$k_N = \frac{3(3\nu + 4)(3\nu + 5)}{8(2\nu + 3)^2} \frac{(\nu + 1)^{\nu+2}}{(\nu + 2)^{\nu+1}} \frac{H^{\nu+1} \dot{\varepsilon}}{(\sigma_S/\alpha\mu b)^{2(p+\nu+1)} \bar{D}^2} \quad (4.9)$$

Les paramètres  $H$  et  $\nu$  sont déterminés à partir des courbes contrainte – déformation expérimentales à l’aide de la relation suivante, obtenue par intégration de l’équation 4.3 et application de la relation 4.4 :

$$\sigma_{PW} = K (\varepsilon + \varepsilon_1)^n \quad (4.10)$$

où  $K$  et  $\varepsilon_1$  sont des constantes ne dépendant que de  $H$  et  $\nu$ , et  $n = 1/(2\nu + 2)$ .

### Fonctionnement du modèle

À chaque pas de temps ou de déformation, les étapes suivantes sont effectuées :

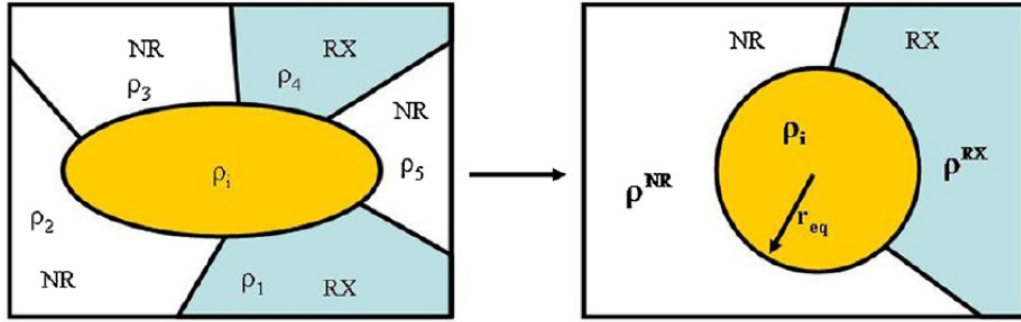
- évaluation de la densité moyenne des dislocations à l’aide de la relation 4.6;
- évaluation des grandeurs globales (par exemple équation 4.4) pour le pas de déformation ou de temps;
- germination de nouveaux grains (équation 4.7);
- croissance et décroissance des grains à l’aide de l’équation 4.5;
- suppression des petits grains;
- évolution de la densité de dislocations des grains selon l’une des équations 4.1, 4.2 ou 4.3.

#### 4.2.2.3 Modèle de Bernard *et al.*

Le modèle en champs moyens développé par Bernard *et al.* [70, 71] propose une géométrie alternative à celle présentée précédemment. En effet, dans une structure réelle, un grain est entouré de plusieurs autres grains possédant chacun un niveau d’écrouissage différent. La migration du joint de grains varie donc en fonction du voisinage. La figure 4.4 illustre la représentation simplifiée de la microstructure réelle adoptée par le modèle de Bernard *et al.*

On ne considère plus un grain entouré d’une matrice homogène équivalente mais un grain entouré de deux domaines (HEM pour *Homogeneous Equivalent Medium*) : un domaine constitué des grains initiaux dit non recristallisé (NR), et un domaine constitué des grains apparus par DDRX dit recristallisé (RX). La structure est également représentée par un ensemble de  $N_g$  grains sphériques dont les voisins ne sont pas connus. La structure initiale est générée à partir d’une distribution log-normale





**Figure 4.4** – Schéma représentant la microstructure dans le modèle de Bernard *et al.*, un grain est entouré de deux domaines [71].

pour la taille de grain et d'une distribution Gaussienne pour les densités de dislocations. Afin de réduire le temps de calcul, les grains sont regroupés par classe de grain possédant deux paramètres similaires : la taille de grain et la densité de dislocations. Chaque classe est représentée par un grain possédant les propriétés moyennes des grains de la classe. Ce sont ces grains représentatifs qui interagissent avec les deux domaines.

### Écrouissage – restauration dynamique

Le modèle utilise la loi d'écrouissage et de restauration dynamique proposée par Laasraoui–Jonas (YLJ) [66] dans laquelle l'écrouissage ne dépend pas de la densité de dislocations :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = K_1 - K_2\rho \quad (4.11)$$

où  $K_1$  et  $K_2$  représentent respectivement l'écrouissage et la restauration dynamique.

De même, la contrainte d'écoulement  $\sigma_i$  associé au grain représentatif  $i$  est déterminée à partir de la densité de dislocations selon la relation de Taylor :

$$\sigma_i = \sigma_0 + M_T \alpha \mu b \sqrt{\rho_i} \quad (4.12)$$

où  $\sigma_0$  est la limite d'élasticité dans le matériau vierge de densités de dislocations et  $M_T$  le facteur de Taylor moyen, en négligeant la contribution de sa dispersion devant celle des  $\rho_i$ . La contrainte d'écoulement du matériau est obtenue à partir de la relation 4.12 pondérée par le volume :

$$\bar{\sigma} = \langle \sigma_i \rangle \quad (4.13)$$

### Germination

Bernard *et al.* considèrent que les germes apparaissent exclusivement dans les

## 4.2 Modélisation de la DDRX

zones où la densité des dislocations est supérieure à une valeur critique  $\rho_{cr}$ . Ils supposent que par unité de temps un certain nombre de ces sites potentiels de germination donnent lieu à des germes. De façon générale, le nombre de sites potentiels de germination est égal à :

$$N_p \propto \sum_{\rho_i > \rho_{cr}} r_i^q \quad (4.14)$$

où  $N_p$  est le nombre de sites de germination,  $r_i$  le rayon d'un grain  $i$ ,  $\rho_{cr}$  la densité de dislocations critique. La germination peut s'effectuer de manière aléatoire partout dans les grains, dans ce cas le nombre de sites potentiels  $N_p$  est proportionnel au volume des grains possédant une densité de dislocations supérieure à  $\rho_{cr}$ , et donc  $q = 3$ . Dans le cas où la germination s'effectue préférentiellement aux joints de grains, la surface totale de ces grains remplace le volume et  $q = 2$ .

En appliquant l'équation (4.14) à chaque classe représentative de grain, le nombre de germes formés par unité de temps dans chaque classe représentative s'écrit :

$$\dot{N}_{i,nucl} = K_g S_{cr} \frac{N_i r_i^q (\rho_i - \rho_{cr})^{b_g}}{\sum_{\rho_k > \rho_{cr}} N_k r_k^q (\rho_k - \rho_{cr})^{b_g}} \quad (4.15)$$

où  $K_g$  est une constante de probabilité dépendante des conditions expérimentales,  $S_{cr}$  la surface totale des grains dont  $\rho > \rho_{cr}$ ,  $N_k$  le nombre de grains dans la classe de grain  $k$  et  $b_g$  une constante égale à 3.

Cette formulation du potentiel de germination est assez similaire à celle proposée par Montheillet *et al.* La principale différence réside dans l'intégration de la densité de dislocation critique  $\rho_{cr}$  nécessaire pour permettre la germination. En effet, en considérant,  $\rho_{cr} = 0$ , on retrouve la forme de la relation 4.7, avec un calcul du potentiel adapté au modèle, c'est-à-dire par classe de grain et non sur l'ensemble de grains du système.

Le volume de germes par unité de temps s'écrit donc :

$$V_{nucl} = \frac{4}{3} \pi r_u^3 \dot{N}_{nucl} \Delta t \quad (4.16)$$

avec  $\dot{N}_{nucl} = \sum \dot{N}_{i,nucl}$ . Le volume de germes est évalué à chaque pas de temps, si  $V_{nucl} > 0$ , alors un nouveau grain représentatif est créé avec une taille  $r_u$  et une densité de dislocations  $\rho_0$ .

La densité de dislocation critique  $\rho_{cr}$  est définie par :

$$\rho_{cr} \approx \left( 2r_u \frac{K_1 \dot{\epsilon}}{K_3} \right)^{1/2} \quad (4.17)$$

où  $K_3 = m\tau$ ,  $m$  étant la mobilité des joints de grains. La densité de dislocations critique dépend des conditions expérimentales par l'intermédiaire de la dépendance

des paramètres  $K_1$  et  $K_3$ .

### *Migration des joints de grains*

La différence de densité de dislocations entre le grain et les domaines ainsi que la capillarité constituent les deux forces motrices de la migration des joints de grains, ainsi :

$$\Delta E = \tau \Delta \rho + 2\gamma_b \Delta \left( \frac{1}{r} \right) \quad (4.18)$$

On retrouve donc l'expression de la vitesse de migration des joints de grains :

$$v = m \Delta E = m \left[ \tau \Delta \rho + 2\gamma_b \Delta \left( \frac{1}{r} \right) \right] \quad (4.19)$$

où  $m$  est la mobilité des joints de grains.  $\Delta \rho$  et  $\Delta(1/r)$  désignent respectivement les variations de densité de dislocations et les variations de taille de grains de part et d'autre du joint de grains. À l'inverse de la structure du modèle de Montheillet *et al.*, la différence de densité de dislocations n'intervient plus entre  $\rho_i$  et  $\bar{\rho}$  mais dépend, dans le cas de ce modèle, du domaine environnant (RX ou NR), ainsi  $\Delta \rho = \rho_{RX} - \rho_i$  ou  $\Delta \rho = \rho_{NR} - \rho_i$ .

### *Gestion de l'interface entre les domaines*

Chaque grain est entouré par deux domaines différents, les vitesses de migration des joints de grains à la frontière entre un grain donné et les deux domaines sont donc différentes, l'un se déplaçant plus rapidement que l'autre. Afin de déterminer ces vitesses de migration, Bernard *et al.* ont introduit la notion de fraction mobile de joint de grains. Elles sont définies telles qu'illustré sur la figure 4.5. Ainsi  $\gamma^{RX}$  est définie comme la fraction mobile du joint de grains à l'interface entre le grain recristallisé et le domaine non recristallisé (cas d'un germe). Tandis que  $\gamma^{NR}$  est définie comme la fraction mobile du joint de grains à l'interface entre un grain non recristallisé et le domaine recristallisé (cas des grains initiaux).

La variation de volume totale de chaque type de grains (RX ou NR) dépend de la somme entre la variation de volume à l'interface RX – NR ou NR – RX (interface de plus forte énergie) avec la variation de volume à l'interface RX – RX ou NR – NR (interface de faible énergie), ainsi :

$$\Delta V_i = \gamma^{RX} \Delta V_{i,RX/NR} + (1 - \gamma^{RX}) \Delta V_{i,RX/RX} \quad (4.20)$$

## 4.2 Modélisation de la DDRX

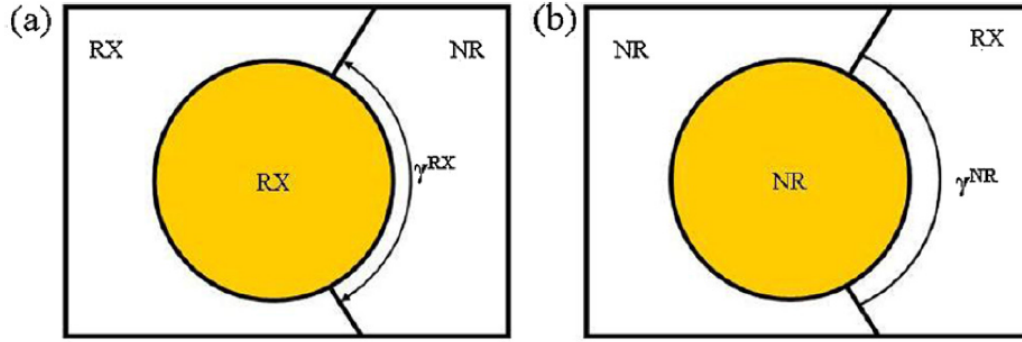


Figure 4.5 – Représentation des interfaces entre les domaines du modèle [71].

$$\Delta V_j = \gamma^{NR} \Delta V_{j,NR/RX} + (1 - \gamma^{NR}) \Delta V_{j,NR/NR} \quad (4.21)$$

avec

$$\gamma^{NR} = -\gamma^{RX} \frac{\sum_{RX} r_i^2 \Delta E_i^{NR}}{\sum_{NR} r_j^2 \Delta E_j^{RX}} \quad (4.22)$$

$$\gamma^{RX} = -\gamma^{NR} \frac{\sum_{NR} r_j^2 \Delta E_j^{RX}}{\sum_{RX} r_i^2 \Delta E_i^{NR}} \quad (4.23)$$

où  $i$  et  $j$  désignent respectivement les grains recristallisés et les grains non recristallisés.

Les équations 4.20 et 4.21 réalisent ainsi une moyenne des vitesses des interfaces ce qui, *in fine*, est similaire à la relation 4.5 en l'absence d'énergie de surface grâce à la linéarité des équations de migration utilisées dans les modèles de Montheillet *et al.* et de Bernard *et al.* Ainsi la relation 4.20 équivaut à :

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau \left[ \gamma^{RX} (\rho_{NR} - \rho_i) + (1 - \gamma^{RX}) (\rho_{RX} - \rho_i) \right] \quad (4.24)$$

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau \left[ \gamma^{RX} \rho_{NR} + (1 - \gamma^{RX}) \rho_{RX} - \rho_i \right] \quad (4.25)$$

où  $\rho_{NR}$  est la densité de dislocations moyenne des grains  $NR$  et  $\rho_{RX}$  la densité de dislocations moyenne des grains  $RX$ . En posant  $\bar{\rho} = \gamma^{RX} \rho_{NR} + (1 - \gamma^{RX}) \rho_{RX}$ , on retrouve l'équation classique de migration des joints de grains.

Lorsque le régime stationnaire est atteint, plus aucun grain initial  $NR$  ne subsiste dans le système,  $\gamma^{RX}$  et  $\Delta V_j$  sont donc nuls. Dans ce cas, la géométrie du système se réduit à celle utilisé par Montheillet *et al.*, c'est-à-dire un grain entouré d'une matrice homogène équivalente.

La conservation du volume impose  $\sum_i \Delta V_i + \sum_j \Delta V_j = 0$ . Lors de la germination,

celle-ci est maintenue en transférant les volumes définis par l'équation (4.16) au nouveau grain défini par l'équation (4.15). De plus, une zone balayée par un joint de grains est considérée libre de toute dislocation. Le nombre total de dislocations dans le grain n'est donc pas affecté par l'augmentation de volume, mais la densité moyenne de dislocations dans le grain considéré diminue selon l'équation suivante :

$$\Delta(\rho V) = 0 \quad (4.26)$$

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = -\frac{\Delta V}{V} \quad (4.27)$$

### Fonctionnement du modèle

À chaque pas de temps, les étapes suivantes sont effectuées :

- les fractions mobiles  $\gamma^{RX}$  et  $\gamma^{NR}$  sont calculées et les tailles de grains suivent les lois 4.20 et 4.21 tandis que les densités de dislocations la loi est donnée par 4.27;
- le pas de temps est adapté;
- le nombre de nouveaux grains est évalué et le volume est transféré;
- la fraction recristallisée est mise à jour;
- la contrainte d'écoulement est calculée à l'aide des relations 4.12 et 4.13, ainsi que la taille de grains moyenne.

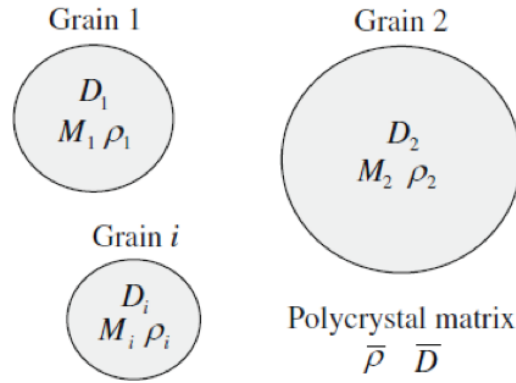
#### 4.2.2.4 Modèle de Cram *et al.*

La géométrie du modèle développé par Cram *et al.* [72] est similaire à celle proposée par Montheillet *et al.*; en effet elle considère des grains sphériques entourés d'une matrice homogène (figure 4.6). Chaque grain est défini par son diamètre  $D_i$ , son facteur de Taylor  $M_i$ , sa densité de dislocations  $\rho_i$  et sa distribution de sous-grains  $P_{\chi_i}$ .

### Écrouissage – restauration dynamique

Pour caractériser la déformation plastique dans un matériau hétérogène polycristallin deux approches existent : considérer une déformation homogène (hypothèse de Taylor) ou considérer une contrainte homogène (hypothèse statique). La première ne garantit pas l'équilibre à travers les joints de grains et la seconde ne garantit pas une compatibilité de la déformation entre les grains. Les modèles présentés par Montheillet *et al.* [60] et Bernard *et al.* [70] sont construits à partir de l'hypothèse de Taylor.

## 4.2 Modélisation de la DDRX



**Figure 4.6** – Représentation des grains prise en compte dans le modèle de Cram et al. [72].

Le modèle développé par Cram *et al.* se base sur une hypothèse introduite par Bouaziz et Buessler [73] selon laquelle les grains se comportent de façon à ce que le travail mécanique de chacun soit égal (hypothèse iso-w). Cette hypothèse émise à partir d'une observation simple de la déformation plastique se veut un compromis entre les deux lois précédentes : les grains les moins écrouis se déforment plus que les grains fortement écrouis (ce qui contredit l'hypothèse de Taylor) et l'énergie stockée, proportionnelle à la densité de dislocations et donc à la contrainte d'écoulement, varie selon les grains (ce qui contredit l'hypothèse statique). Cette hypothèse permet de répartir la déformation macroscopique appliquée  $d\varepsilon_{mac}$  sur l'ensemble des grains. Chaque grain subit le même travail  $K$  donc :

$$d\varepsilon_i = \frac{K}{\sigma_i} dt \quad (4.28)$$

où  $d\varepsilon_i$  est l'incrément de déformation subi par le grain  $i$  et  $\sigma_i$  la contrainte d'écoulement du grain  $i$ .

Grâce à cette relation, les grains les moins écrouis se déforment plus que les grains fortement écrouis pour le même pas de déformation  $d\varepsilon_{mac}$ . Le travail effectué à chaque pas est choisi arbitrairement de manière à contrôler le pas de déformation  $d\varepsilon_{mac}$ . La déformation macroscopique pour l'ensemble des grains est donc égale à la relation suivante :

$$d\varepsilon_{mac} = \frac{\sum V_i d\varepsilon_i}{\sum V_i} \quad (4.29)$$

De même, par construction, on obtient la relation suivante :

$$\sigma_{mac} = \frac{\sum V_i \sigma_i}{\sum V_i} \quad (4.30)$$

où  $V_i$  est le volume du grain  $i$ .

Afin de faire fonctionner le modèle, il est indispensable de posséder une loi per-

mettant de lier l'incrément de contrainte et l'incrément de déformation appliqué au grain, aux énergies stockées dans le matériau. Ainsi une loi d'écroutissage de Voce est utilisée pour décrire l'écroutissage de chaque grain :

$$\frac{d\sigma_i}{d\varepsilon_i} = \Phi_{II} \left( 1 - \frac{\sigma_i}{\sigma_{s,i}} \right) \quad (4.31)$$

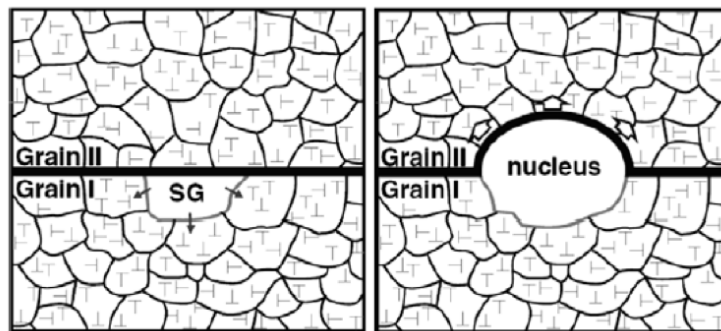
où  $\sigma_{s,i}$  est la contrainte en régime stationnaire du grain  $i$  (dépendant des conditions expérimentales) et  $\Phi_{II}$  le niveau II du taux d'écroutissage. La densité de dislocations dans chaque grain  $i$  est calculé à l'aide de la relation :

$$\sigma_i = \alpha M_i \mu b \sqrt{\rho_i} \left( \frac{\dot{\varepsilon}_i}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right)^m \quad (4.32)$$

où  $\alpha$  est une constante,  $\dot{\varepsilon}_{ref}$  la vitesse de déformation de référence et  $m$  la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation.

### Germination

La particularité du modèle en champs moyens de Cram *et al.* (hormis l'utilisation de la loi iso-w) est de proposer une loi de germination basée sur la migration locale d'un joint de grains à l'intérieur d'un grain voisin. En effet, le développement du modèle a été effectué à partir de données expérimentales issues du cuivre pur. Or dans les métaux purs, ce mécanisme de germination est prépondérant [24]. Le modèle de Cram *et al.* considère donc qu'un sous-grain peut être considéré comme un grain si son rayon est supérieur à une taille critique  $r_c$  comme illustré par la figure 4.7.



**Figure 4.7** – Représentation de la germination par migration locale d'un joint de grains à l'intérieur d'un grain voisin [72].

La croissance du sous-grain est possible lorsque la différence d'énergie de part et d'autre du joint de grains lui est favorable. Cette condition est rencontrée quand l'énergie stockée par les dislocations dans le sous-grain est suffisamment grande pour permettre d'outrepasser l'énergie associée à la courbure du joint de grains situé au voisinage du sous-grain. Le rayon critique est donc défini par :

## 4.2 Modélisation de la DDRX

$$r_{c,i} = \frac{2\gamma}{G_i} \quad (4.33)$$

où  $G_i = \frac{1}{2}\rho_i\mu b^2$  est l'énergie stockée dans le grain  $i$  et  $\gamma$  l'énergie du joint de grains.

Cette hypothèse de germination suppose que la sous-structure du matériau se forme très rapidement après une faible déformation, ce qui est expérimentalement observé dans le cas du cuivre [62, 74, 75]. L'évolution de la taille moyenne des sous-grains du grain  $i$  dépend de deux facteurs qui se compensent :

- un terme de croissance de la taille moyenne des sous-grains  $\left(\frac{d\bar{r}_i}{dt}\right)^+$  régie par des effets de capillarité :

$$\left(\frac{d\bar{r}_i}{dt}\right)^+ = M_{LAG} \frac{2\gamma_{sub}}{\bar{r}_i} \quad (4.34)$$

où  $M_{LAG}$  est la mobilité des sous-joints et  $\gamma_{sub}$  l'énergie des sous-joint de grains.

- un terme de décroissance de la taille  $\left(\frac{d\bar{r}_i}{dt}\right)^-$  liée à l'augmentation de la contrainte appliquée sur la structure des dislocations :

$$\left(\frac{d\bar{r}_i}{dt}\right)^- = \left(\frac{d\bar{r}_i}{d\sigma_i}\right) \left(\frac{d\sigma_i}{d\varepsilon_i}\right) \left(\frac{d\varepsilon_i}{dt}\right) = -\frac{1}{2}K_{sub}b \left(\frac{\mu}{\sigma_i^2}\right) \Phi_{II} \left(1 - \frac{\sigma_i}{\sigma_{s,i}}\right) \dot{\varepsilon}_i \quad (4.35)$$

où  $K_{sub}$  est une constante. L'effet de la contrainte sur la taille des sous-grains est issu des travaux de Raj et Pharr [76] qui obtiennent  $d_i/b \approx K_{sub}(\mu/\sigma_i)$  où  $d_i$  est le diamètre moyen des sous-grains.

La distribution de la taille des sous-grains dans chaque grain est supposée toujours suivre, pendant la croissance des sous-grains, une distribution de Rayleigh schématisée sur la figure 4.8. La fonction de densité de probabilité de la taille des sous-grains est obtenue en normalisant la distribution par leur taille moyenne.

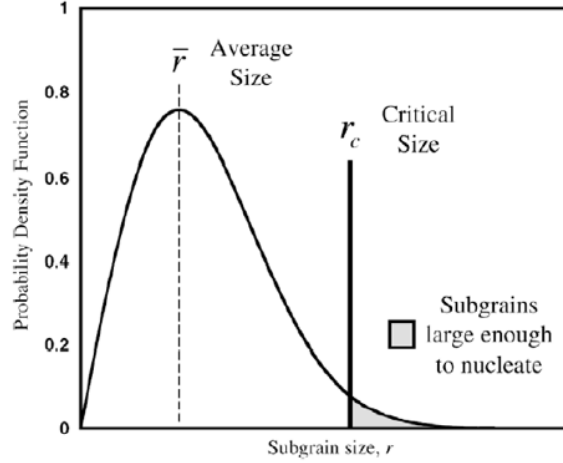
Seule une partie des sous-grains ( $F_{sub,i}$ ) possède une taille suffisamment grande pour former des germes. Cette fraction de sous-grains est représentée par la zone grisée sur la figure 4.8 et possède une expression analytique de la forme :

$$F_{sub,i} = \int_{\chi_{c,i}}^{\infty} P(\chi_i) d\chi_i = \exp\left(\frac{-\pi\chi_{c,i}^2}{4}\right) \quad (4.36)$$

où  $\chi_{c,i} = r_{c,i}/\bar{r}_i$  est la taille critique de formation des germes.

À chaque instant durant la déformation, l'énergie stockée ainsi que la distribution de la taille des sous-grains dans chaque grain évoluent. Comme la sous-structure de chaque grain est différente, le potentiel de germination diffère selon les grains. Le nombre des sous-grains susceptibles de devenir un germe dans chaque grain ( $N_{nuc,i}$ )





**Figure 4.8** – Représentation de la densité de probabilité de la taille des sous-grains [72].

est donc égal au produit de la fraction des sous-grains capables de germer ( $F_{sub,i}$ ) par le nombre de sous-grains en contact avec le joint de grains ( $N_{sub,i}$ ) :

$$N_{nuc,i} = F_{sub,i} \times N_{sub,i} = \exp\left(\frac{-\pi\chi_{c,i}^2}{4}\right) \frac{64R_i^2}{\pi^2r_i^2} \quad (4.37)$$

Le nombre de sous-grains en contact avec un joint de grains ( $N_{sub,i}$ ) est estimé en divisant la surface du joint de grains du grain  $i$ , soit  $4\pi R_i^2$  par la surface moyenne du cercle formé par l'intersection aléatoire entre un plan et une sphère de diamètre  $r_i$ , soit  $\pi\left(\frac{\pi r_i}{4}\right)^2$ .

Ainsi, pour chaque grain du système, la taille moyenne des sous-grains est évaluée à chaque itération, permettant de faire évoluer la moyenne de distribution de Rayleigh de la taille des sous-grains représentée sur la figure 4.8. À partir de la distribution, la proportion de sous-grains dont la taille est suffisamment grande pour devenir des grains (zone grisée de la figure 4.8) est évaluée à chaque itération.

### Migration des joints de grains

À l'instar du modèle de Montheillet *et al.*, le modèle de Cram *et al.* considère la différence de densité de dislocations entre la matrice homogène équivalente et le grain  $i$  comme la seule force motrice de la migration des joints de grains :

$$\frac{dD_i}{dt} = M_{HAG}\tau(\bar{\rho} - \rho_i) \quad (4.38)$$

où

$$M_{HAG} \sim \frac{1}{5} \frac{\delta D_{gb}(T)V_m}{b^2RT} \quad (4.39)$$

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

où  $\delta$  est la largeur du joint de grains,  $V_m$  le volume molaire,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $D_{gb}(T)$  la diffusivité dans le joint de grains.

### Fonctionnement du modèle

À chaque incrément du modèle, les étapes suivantes sont effectuées :

- l’incrément de déformation est calculé à l’aide de la loi de Voce (équation 4.28) et la densité de dislocations de chaque grain est évaluée avec l’équation 4.32;
- le nombre de germes est déterminé à l’aide de l’équation 4.37;
- l’évolution de la taille des grains est évaluée par la relation 4.38 et celle des sous-grains avec les équations 4.34 et 4.35.

#### 4.2.2.5 Modèle de Favre *et al.*

Favre *et al.* [77] ont proposé un modèle en champs moyens, basé sur celui de Cram *et al.* [72], qui introduit une méthode générale pour étudier de manière quantitative la croissance de grain et la germination à partir de données expérimentales. En effet, l’hypothèse de germination proposée par Cram *et al.* nécessite la gestion de la sous-structure des grains et l’utilisation de nombreux paramètres difficilement identifiables expérimentalement. À l’inverse, le modèle de Favre *et al.* utilise une loi de germination basée sur la même hypothèse mais dont la fréquence de germination ne dépend que d’un seul paramètre. Ceci présente l’avantage de pouvoir modéliser la recristallisation dynamique discontinue avec peu de paramètres à ajuster sur les expériences.

Ce modèle possède une géométrie en champs moyens classique : chaque grain est entouré d’une matrice homogène équivalente dont les propriétés sont la moyenne des propriétés de l’ensemble des grains. Chaque grain est défini par son diamètre  $D_i$ , sa densité de dislocations  $\rho_i$  et son facteur de Taylor  $M_i$ . Afin d’optimiser le temps de calcul, les grains sont regroupés par classes de grains possédant une taille et une densité de dislocations similaires au même titre que le modèle de Bernard *et al.*

### Écrouissage – restauration dynamique

La déformation plastique  $\sigma_p$  dans le modèle est évaluée à partir d’une loi de Voce :

$$\theta = \frac{\partial \sigma_p}{\partial \varepsilon} = \theta_0 \left( 1 - \frac{\sigma_p}{\sigma_V} \right) \quad (4.40)$$

où  $\theta_0$  est le taux d’écrouissage initial lorsque la déformation est nulle et  $\sigma_V$  la contrainte d’écoulement au régime stationnaire en absence de recristallisation dynamique. La contrainte  $\sigma_V$  est déterminée à partir des données expérimentales (cf.

## Chapitre 4. État de l'art de la modélisation de la recristallisation

section *Identification des paramètres du modèle*) et varie en fonction des conditions expérimentales. La densité de dislocations est estimée à partir de la contrainte d'écoulement à l'aide de la formule de Taylor :

$$\sigma_p = M_T \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (4.41)$$

où  $M_T$  est le factor de Taylor égal à 3 pour les métaux CFC,  $b$  la norme du vecteur de Burgers et  $\alpha$  une constante. Le modèle prend en compte l'hétérogénéité de la déformation entre les grains et applique l'hypothèse iso-w [73]. Les grains subissent donc le même travail égal à  $\bar{\sigma} \cdot d\bar{\varepsilon}$ . Or au régime stationnaire la contrainte macroscopique  $\bar{\sigma}$  est égale à la contrainte d'écoulement en régime stationnaire  $\sigma_{ss}$ . L'hypothèse iso-w peut-être réexprimée en fonction de la vitesse de déformation selon l'expression :

$$\dot{\varepsilon}_i = \dot{\bar{\varepsilon}} \cdot \frac{\sigma_{ss}}{\sigma_i} \quad (4.42)$$

où  $\dot{\varepsilon}_i$  et  $\sigma_i$  sont respectivement la vitesse de déformation et la contrainte du grain  $i$ . Enfin les effets d'adoucissement induits par la migration du joint de grains lors de la croissance ou la décroissance du grain sont calculés à l'aide de la relation suivante :

$$\rho_{t+1} = \rho_t \frac{v_t}{v_{t+1}} \quad (4.43)$$

où  $v_t$  et  $\rho_t$  sont respectivement le volume et la densité de dislocations du grain à l'incrément  $t$ .

### Germination

Favre *et al.* considèrent que les mécanismes de germination prépondérants dans le cuivre sont liés à la sous-structure du matériau, tels que la croissance d'un sous-grain ou la coalescence de deux sous-grains. Afin d'être considéré comme un grain, un sous-grain doit croître suffisamment pour être stable. La taille critique où le sous-grain devient stable peut être déterminée par une balance énergétique durant le processus de germination. En effet, l'énergie libre de Gibbs est constituée de deux termes qui s'opposent :

- Le premier terme est volumique et représente la diminution d'énergie causée par la suppression des dislocations et des joints de grains pré-existants par la formation des germes.
- Le deuxième terme représente l'augmentation de l'énergie liée à l'augmentation de la surface du joint de grains.

La résultante de ces deux contributions forme une boucle d'hystérésis dont la

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

surface représente l'énergie dissipée au cours de la vie du grain. Le premier maximum correspond à la taille où l'énergie volumique échangée est égale à l'énergie de surface du germe, ce qui permet de définir la taille critique  $r^*$  que doit atteindre le sous-grain pour devenir un grain :

$$r^* = \frac{4\gamma}{\bar{\rho}\mu b^2 + \frac{4\gamma}{R}} \quad (4.44)$$

Le nombre de sous-grains capables de devenir des grains dépend du temps nécessaire à un sous-grain pour atteindre la taille critique  $r^*$ . Si ce temps d'incubation  $\Delta t^*$  est long, la probabilité que des sous-grains disparaissent par compétition avec les autres sous-grains augmente. À l'inverse, si ce temps est court, un grand nombre de sous-grains sont susceptibles de devenir des grains. Ainsi la fréquence de germination est considérée comme proportionnelle à la durée d'incubation  $1/\Delta t^*$ .

Au régime stationnaire, le nombre de grains doit être constant; afin de conserver cette hypothèse, chaque grain ne peut donner naissance qu'à un seul germe en moyenne. En considérant que la germination intervient au moment de la décroissance du grain, cette décroissance peut être interprétée comme la manifestation de la croissance du germe au détriment du grain initial. Durant la période  $\Delta t$  correspondant au temps nécessaire pour que le grain atteigne sa taille maximale, le taux de germination est égal à un germe par grain. Ainsi la fréquence de germination par unité de temps est égale à  $1/\Delta t$ . De plus, le taux de germination dépend à la fois de la surface des joints de grains (car les germes apparaissent préférentiellement aux joints de grains) et de la taille des germes (plus la taille critique  $r^*$  est grande plus le nombre potentiel de germes dans un grain diminue). Ainsi la fréquence de germination est donnée par la relation :

$$\frac{dN \cdot d^{*2}}{dt \cdot \bar{d}^2} = \frac{N \cdot d^{*2}}{\Delta t \cdot \bar{d}^2} = \frac{k_n}{\Delta t^*} \quad (4.45)$$

où  $k_n$  est une constante et  $N$  le nombre de germes par grain (au régime stationnaire  $N = 1$ ). Le taux de germination dans l'équation 4.45 est normalisé par la taille de grains moyenne  $\bar{d}$  (effet de la surface des joints de grains) et par le diamètre critique des germes  $d^* = 2r^*$ . À partir de l'équation de la vitesse de migration des joints de grains (équation 4.47), le temps d'incubation est estimé à  $\Delta t^* \approx d^*/(2\nu) \approx d^*/(2M\tau\bar{\rho})$ . Ainsi l'équation 4.45 devient :

$$\frac{dN}{dt} = 2 \frac{\bar{d}^2}{d^*} k_n M \tau \bar{\rho} \quad (4.46)$$

L'équation 4.45 peut également être appliquée au régime transitoire. Dans ce cas,  $N$  n'est plus constant et on peut supposer que  $N \gg 1$  aux faibles déformations lorsque de nombreux germes sont formés au démarrage de la recristallisation.

**Migration des joints de grains**

L'évolution de la taille des grains au cours du temps dépend uniquement de la différence de densité de dislocations entre les grains et la matrice homogène équivalente (similaire à [60,72]). Ainsi la vitesse de migration des joints de grains est égale à :

$$\nu = M\tau(\bar{\rho} - \rho(t)) \quad (4.47)$$

où  $M$  est la mobilité des joints de grains,  $\bar{\rho}$  la densité de dislocations moyenne et  $\rho(t)$  la densité de dislocations du grain. La mobilité des joints de grains varie en fonction de la température et est considérée comme proportionnelle à la diffusivité des joints de grains. Celle-ci est calculée selon l'estimation faite par Turnbull [78] :

$$M = \frac{\beta\delta D_{GB}V_m}{b^2RT} \quad (4.48)$$

où  $D_{GB} = D_0 \exp(-Q/RT)$  est la diffusivité du joint de grains,  $Q$  l'énergie d'activation,  $\delta$  l'épaisseur du joint de grains,  $V_m$  le volume molaire et  $\beta$  une constante.

**Identification des paramètres du modèle**

Le taux d'écroissance  $\theta = d\sigma/d\varepsilon$  est déterminé à partir des courbes contrainte – déformation expérimentales selon la méthode de Kocks–Mecking [79]. Celui-ci est affine à la contrainte d'écoulement et suit dans le domaine des faibles déformations une loi de Voce :

$$\theta = \theta_0 \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_V}\right) \rightarrow \sigma(t) = \sigma_y + (\sigma_V - \sigma_y) \left[1 - \exp\left(\frac{-\dot{\varepsilon}t\theta_0}{\sigma_V - \sigma_y}\right)\right] \quad (4.49)$$

où  $\theta_0$  est le taux d'écroissance lorsque la déformation est nulle,  $\sigma_y$  la limite d'élasticité et  $\sigma_V$  la contrainte au régime stationnaire en l'absence de recristallisation. La valeur observée expérimentalement de la contrainte d'écoulement en régime stationnaire  $\sigma_{ss}$  est généralement plus faible que la contrainte  $\sigma_V$  à cause de l'adoucissement provoqué par la recristallisation.

Kocks et Mecking ont également exprimée l'impact de la température et de la vitesse de déformation sur la contrainte en régime stationnaire à l'aide d'un paramètre adimensionnel :

$$g = \frac{kT}{\mu b^3} \times Ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right) \quad (4.50)$$

## 4.2 Modélisation de la DDRX

---

où  $k$  est la constante de Boltzmann,  $\mu$  le module de cisaillement et  $\varepsilon_0$  un paramètre ajustable. La contrainte normalisée par le module de cisaillement  $\text{Log}(\sigma/\mu)$  varie linéairement avec le paramètre  $g$  ce qui permet de déterminer la valeur de la contrainte en régime stationnaire quelles que soient les conditions expérimentales. Ainsi dans le cadre du cuivre la relation linéaire déterminée à partir des données expérimentales est égale à :

$$\begin{cases} \text{Log}\left(\frac{\sigma_V}{\mu}\right) = -1,70g - 1,81 \\ \text{Log}\left(\frac{\sigma_{ss}}{\mu}\right) = -1,70g - 1,93 \end{cases} \quad (4.51)$$

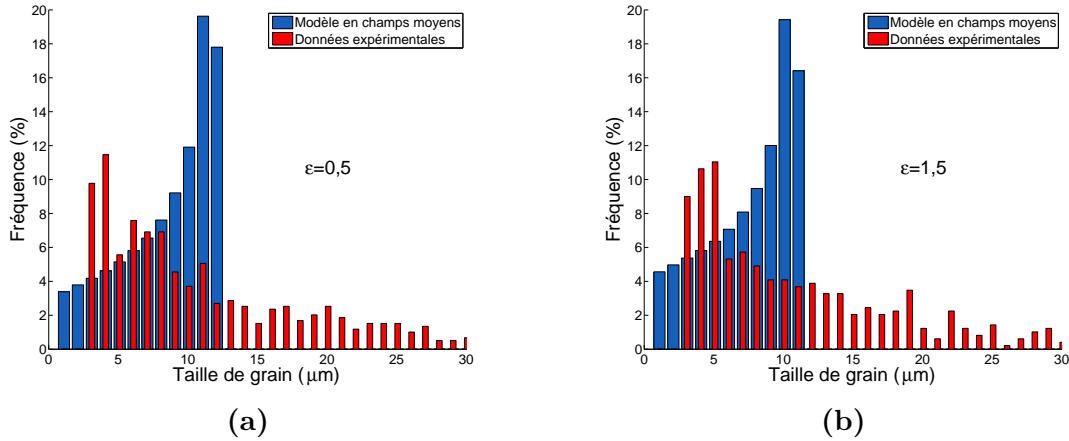
### Fonctionnement du modèle

À chaque incrément du modèle, les étapes suivantes sont effectuées :

- l’incrément de contrainte est calculé à l’aide de la loi de Voce (équation 4.40) en utilisant les paramètres issus de l’équation 4.51;
- application de l’hypothèse iso-w (équation 4.42);
- la densité des dislocations est évaluée à l’aide de l’équation de Taylor (équation 4.41);
- la fréquence de germination est calculée à l’aide de l’équation 4.46. Le nombre de nouveaux germes est calculé pour l’ensemble du matériau et une nouvelle classe de grains est créée possédant la taille de grains initiale des germes et une densité de dislocations nulle;
- la croissance des grains est calculée à partir de la relation 4.47. L’adoucissement par migration des joints de grains est intégré par l’équation 4.43.

#### 4.2.2.6 Limites des modèles en champs moyens

Les modèles en champs moyens réussissent à bien modéliser la recristallisation dynamique discontinue au niveau des évolutions des grandeurs macroscopiques, telles que la contrainte d’écoulement, la taille de grains moyenne ou la fraction recristallisée en fonction de la déformation. À l’inverse des modèles JMAK, ces modèles dépendent de paramètres matériau possédant une signification physique et dont l’identification ne nécessite pas beaucoup de données expérimentales. Cependant, ces modèles ne réussissent pas à modéliser les grandeurs distribuées telles que la distribution de la taille de grains. À titre d’exemple la figure 4.9 compare les distributions obtenues expérimentalement (en rouge) avec les distributions de la taille des grains issues du calcul numérique (en bleu) au régime transitoire (figure 4.9.a) et au régime stationnaire (figure 4.9.b).



**Figure 4.9** – Comparaison des distributions de taille de grain expérimentales avec les distributions issues du modèle de Montheillet *et al.* pour un taux de déformation de (a)  $\varepsilon = 0,5$  et (b)  $\varepsilon = 1,5$  à  $1050\text{ }^\circ\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $0.01\text{ s}^{-1}$ .

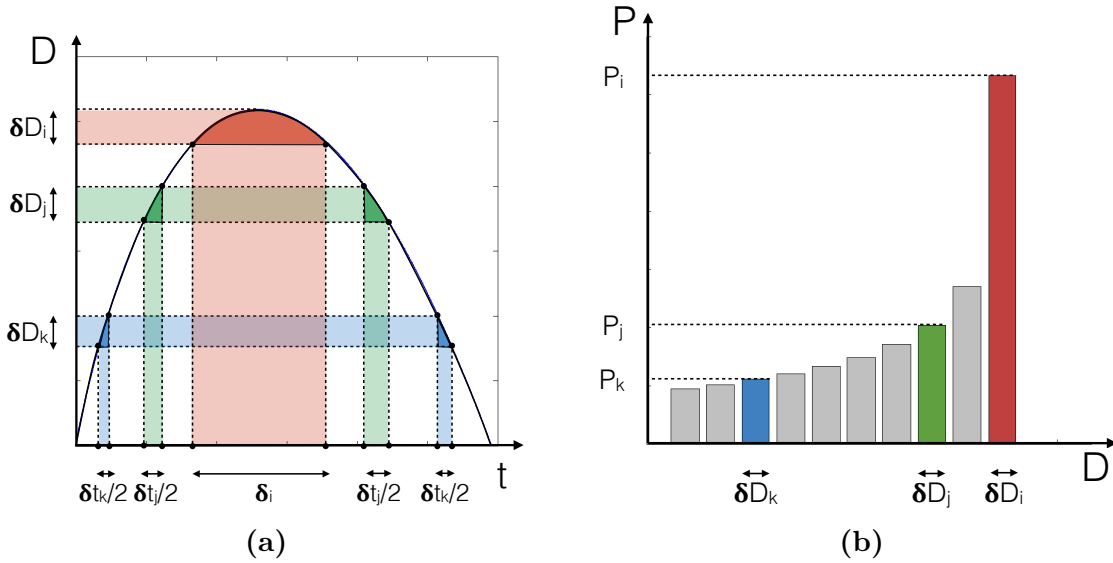
Les distributions issues du modèle tendent vers une asymptote verticale quand la taille de grains tend vers  $D_{max}$  tandis que les distributions de taille de grain expérimentales possèdent plutôt une allure log–normale avec un maximum de grains pour les petits diamètres. Piot *et al.* [80] ont montré que l’obtention de distributions de taille de grain non réalistes est une conséquence structurelle des modèles en champs moyens provenant de l’aspect déterministe de la loi de migration des joints de grains.

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau(\bar{\rho} - \rho_i) \quad (4.52)$$

Comme les paramètres  $M$  et  $\tau$  ainsi que la densité de dislocations moyenne  $\bar{\rho}$  au régime stationnaire sont des constantes, l’évolution de la taille d’un grain au cours de sa vie, schématisée par la figure 4.10.a, s’effectue de manière symétrique. En effet, le taux d’écroissage du grain étant identique à chaque pas de temps, la vitesse de variation de la taille de grain ( $\bar{\rho} - \rho_i$ ) est symétrique. Le grain va donc croître tant que  $\rho_i < \bar{\rho}$  jusqu’à une taille maximale  $D_{max}$  atteinte lorsque  $\rho_i = \bar{\rho}$ . Puis sous l’action de l’augmentation de la densité de dislocations, le grain décroît jusqu’à disparaître.

La vitesse de croissance du grain est maximale au début (car  $\rho_i$  est minimale à l’état initial), puis strictement décroissante jusqu’à être nulle lorsque le grain atteint sa taille maximale. De même, par symétrie, la vitesse de décroissance du grain est strictement croissante jusqu’à ce que le grain disparaisse du système. Ainsi, en considérant un intervalle de taille de grain de largeur fixe  $\delta D$ , le temps passé par le grain dans l’intervalle  $\delta D_k$  (en bleu) proche des petites tailles est beaucoup plus court que le temps passé par le grain dans l’intervalle  $\delta D_i$  (en rouge) proche de la taille de grains maximale. Or comme tous les grains sont définis par les mêmes lois de comportement, l’évolution de la taille de grain au cours du temps présentée sur

## 4.2 Modélisation de la DDRX



**Figure 4.10** – Relation entre le diagramme taille de grain-temps et la distribution de la taille de grain au régime stationnaire.

la figure 4.10.a est commune à l'ensemble des grains du système avec un décalage temporel entre chaque génération de grains. Ainsi, comme l'ensemble des grains passent au cours de leur vie un maximum de temps dans l'intervalle de taille de  $\delta D_i$  proche de la taille de grain maximale  $D_{max}$ , en observant la distribution de taille des grains du système à un instant donné, la plupart des grains se trouvent dans cet intervalle de taille  $\delta D_i$ . La figure 4.10 illustre donc la proportionnalité entre le nombre de grains dans une classe de taille donnée à un instant  $t$  et le temps passé par les grains dans cette classe au cours de leur vie.

En négligeant la restauration ( $d\rho = h d\varepsilon$ ), l'équation 4.52 peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{dD}{d\varepsilon} = \frac{2M\tau}{\dot{\varepsilon}} (\bar{\rho} - h\varepsilon - A) \quad (4.53)$$

où  $A$  est une constante d'intégration. En intégrant l'équation 4.53 sur la durée de vie de grain, on obtient :

$$D(\varepsilon) = \frac{2M\tau\varepsilon}{\dot{\varepsilon}} \left( \bar{\rho} - A - \frac{h\varepsilon}{2} \right) \quad (4.54)$$

En considérant que la densité de dislocations du grain est nulle à l'état initial, l'évolution de la taille du grain au cours de sa vie est égale à :

$$D(t) = 2M\tau t \left( \bar{\rho} - \frac{h\dot{\varepsilon}t}{2} \right) \quad (4.55)$$

En définissant  $t_F$ , la durée de vie du grain, telle que :

$$t_F = \frac{2\bar{\rho}}{h\dot{\varepsilon}} \quad (4.56)$$



L'équation 4.57 devient :

$$D(t) = \frac{1}{2} M \tau h \dot{\epsilon} t (t_F - t) \quad (4.57)$$

En absence de restauration, l'évolution de la taille du grain est parfaitement symétrique, la taille de grain maximale est donc atteinte à  $t_F/2$ , ainsi :

$$D_M = \frac{M \tau \bar{\rho}^2}{2 h \dot{\epsilon}} \quad (4.58)$$

Piot *et al.* [80] ont également démontré que dans le cas où la restauration est négligée, la distribution des tailles des grains suit la forme suivante :

$$n(D) = \frac{1}{2 \sqrt{D_M (D_M - D)}} \quad (4.59)$$

La distribution de la taille de grain en sortie du modèle est donc strictement croissante vers la taille de grain maximale (figure 4.10.b). Afin de résoudre ce problème, il est nécessaire d'introduire des effets stochastiques dans les modèles en champs moyens. Ainsi en distribuant l'un des paramètres affectant la taille de grain maximale (équation 4.58), il est possible d'altérer par convolution la distribution de la taille de grain [80].

Montheillet *et al.* [81] ont observé les effets de plusieurs types de distribution du paramètre d'écroissage  $h$  sur les distributions de la taille de grain. En effet dans un matériau réel, les grains ne s'écroissent pas tous de la même façon en raison de leurs orientations cristallographiques différentes. En admettant que  $h$  est une fonction croissante du facteur de Taylor, un paramètre d'écroissage différent est assigné à chaque grain du système. Ceci permet de faire varier dans de larges proportions la durée de vie du grain  $t_F$  ainsi que la taille de grain maximale  $D_M$ . Les résultats montrent que suite à cette modification, les distributions de taille de grains en sortie du modèle sont sensiblement améliorées. Cependant, Montheillet *et al.*, font remarquer qu'une forte dispersion du paramètre d'écroissage  $h$  est nécessaire pour induire des résultats significatifs sur la distribution. Cette grande dispersion ne peut pas être totalement liée à la variation du coefficient de Taylor d'un grain à l'autre.

De même, Piot *et al.* [80] ont montré qu'en introduisant une distribution de la mobilité des joints de grains  $M$  dans le modèle, on peut distribuer la taille de grains de manière assez réaliste sans impacter la contrainte d'écoulement, ni la taille de grains moyenne. Cependant l'écart type de la distribution de la mobilité des joints de grains est difficile à interpréter physiquement.

#### 4.2.2.7 Résumé sur les modèles en champs moyens

**Tableau 4.2** – Résumé des caractéristiques des différents modèles DDRX en champs moyens.

	Modèles de recristallisation dynamique discontinue			
	Montheillet <i>et al.</i> [60]	Bernard <i>et al.</i> [70,71]	Cram <i>et al.</i> [72]	Favre <i>et al.</i> [77]
Domaine	Grain entouré d'une matrice homogène équivalente.	Grain entouré par deux domaines : - un domaine composé des grains initiaux (NR), - un domaine composé des grains recristallisés (RX).	Grain entouré d'une matrice homogène équivalente.	Grain entouré d'une matrice homogène équivalente.
Écrouissage–restauration dynamique	- Hypothèse de Taylor - Loi de Kocks–Mecking - Loi de Laasraoui–Jonas - Loi puissance	- Hypothèse de Taylor - Loi de Kocks–Mecking	- Hypothèse iso–w - Loi de Kocks–Mecking	- Hypothèse iso–w - Loi de Kocks–Mecking
Germination	Proportionnelle à la surface des joints de grains et à un paramètre matériau.	Proportionnelle à la surface des joints de grains et à des paramètres matériau.	Dépend de la taille des sous–grains localisés au niveau des joints de grains et de plusieurs paramètres matériau.	Dépend de la taille des sous–grains localisés au niveau des joints de grains et d'un paramètre matériau.
Mobilité des joints de grains	Différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice. Dépend de la mobilité du joint de grains.	Différence de densité de dislocations entre le grain et les domaines ainsi que de la courbure du joint de grains. Évolution de la fraction mobile du joint de grains.	Différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice. Dépend de la mobilité du joint de grains.	Différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice. Dépend de la mobilité du joint de grains.

**Tableau 4.3** – Résumé des caractéristiques des différents modèles DDRX en champs moyens (suite).

	Modèles de recristallisation dynamique discontinue			
	Montheillet <i>et al.</i> [60]	Bernard <i>et al.</i> [70, 71]	Cram <i>et al.</i> [72]	Favre <i>et al.</i> [77]
Nombre de paramètres à $T$ et à $\dot{\varepsilon}$ fixés	5 paramètres : $H, \nu, M, k_n, p$	7 paramètres : $K_1, K_2, K_3, K_g, b_g, \gamma_b, n$	10 paramètres : $M, \theta_{II}, \sigma_{s,i}, \dot{\varepsilon}_{ref}, m, \gamma, M_{LAG}, \gamma_{sub}, K_{sub}, M_{HAG}$	6 paramètres : $M_T, \theta_0, \sigma_p, M, \gamma, k_n$
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Prédiction de la contrainte d'écoulement et de la taille de grains moyenne en fonction de la déformation.</li> <li>- Relation analytique avec les données expérimentales pour déterminer <math>M</math> et <math>k_n</math>.</li> <li>- Peu de paramètres ajustables.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Prédiction de la contrainte d'écoulement et de la taille de grains moyenne en fonction de la déformation.</li> <li>- Prise en compte d'une géométrie plus réaliste au régime transitoire.</li> <li>- Les classes de grains permettent un calcul plus rapide</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Prédiction de la contrainte d'écoulement et de la taille de grains moyenne en fonction de la déformation.</li> <li>- Prise en compte d'une loi de germination basée sur un mécanisme physique.</li> <li>- Forme des distributions de la taille de grains plus réaliste.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Prédiction de la contrainte d'écoulement et de la taille de grains moyenne en fonction de la déformation.</li> <li>- Prise en compte d'une loi de germination basée sur un mécanisme physique.</li> <li>- Nombre réduit de paramètres ajustables.</li> </ul>
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Forme des distributions de la taille de grains non réaliste.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Forme des distributions de la taille de grains non réaliste.</li> <li>- La détermination des paramètres ajustables nécessite un algorithme numérique d'optimisation.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mécanisme de germination plutôt adapté aux matériaux possédant une EDE moyenne.</li> <li>- Nombre important de paramètres ajustables dont l'identification expérimentale est difficile.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mécanisme de germination plutôt adapté aux matériaux possédant une EDE moyenne.</li> <li>- Forme des distributions de la taille de grain non réaliste.</li> </ul>

## 4.3 Modélisation de la PDRX

### 4.3.1 Modèles JMAK

À l'instar de la DDRX, les cinétiques de la recristallisation post-dynamique peuvent être également facilement décrites par une équation d'Avrami. Ainsi de nombreux auteurs [82, 83] ont développé des modèles JMAK, dans la continuité de leurs travaux sur la DDRX, permettant de modéliser la recristallisation statique (SRX) ou la recristallisation post-dynamique (PDRX). Le tableau 4.4 présente quelques modèles JMAK de la PDRX adaptés à l'acier 304L. La plupart de ces modèles sont de la forme suivante :

$$X = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{t}{t_{50}} \right)^n \right] \quad (4.60)$$

$$t_{50} = A \dot{\varepsilon}^m \varepsilon^p d_0^q \exp \left( \frac{Q}{RT} \right) \quad (4.61)$$

où  $X$  est la fraction recristallisée,  $t$  le temps de maintien,  $n$  l'exposant de la loi d'Avrami,  $t_{50}$  le temps nécessaire pour que la structure du matériau soit recristallisée à 50 %,  $\dot{\varepsilon}$  la vitesse de déformation,  $d_0$  la taille de grains initiale,  $Q$  l'énergie d'activation apparente et  $A, m, p, q$  des constantes matériau.

Uranga *et al.* [56] ont développé un modèle JMAK permettant de modéliser à la fois la recristallisation statique ( $\varepsilon < \varepsilon_c$ ) et la recristallisation post-dynamique ( $\varepsilon > \varepsilon_s$ ) en fonction du taux de déformation. Pour chaque processus physique des équations JMAK ont été déterminées à partir de données expérimentales. Pour les déformations dans la zone de transition  $\varepsilon_c < \varepsilon < \varepsilon_s$ , la fraction recristallisée est calculée par combinaison des équations modélisant la SRX et la PDRX.

### 4.3.2 Modèles en champs moyens

#### 4.3.2.1 Modèle de Beltran *et al.*

Dans la continuité du modèle en champs moyens de DDRX (section 4.2.2.3), Beltran *et al.* [71] ont proposé un modèle de recristallisation post-dynamique. La structure de ce modèle repose sur celle développée pour le modèle DDRX : un grain interagit avec deux domaines, un domaine recristallisé et un domaine non recristallisé. Cependant, plusieurs modifications liées aux spécificités des mécanismes de la PDRX sont apportées au modèle.

#### Redéfinition des domaines

Tableau 4.4 – Exemples de différents modèles JMAK pour la PDRX.

Matériaux	Modèle JMAK	Auteurs
Acier 304L	$X = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{t}{t_{50}} \right)^{1,1} \right]$ $t_{50} = 8 \times 10^{-9} \varepsilon^{-1,48} Z^{-0,42} \exp \left( \frac{375000}{RT} \right)$ <p style="text-align: center;">ou</p> $t_{50} = 2,7 \times 10^{-2} Z^{-0,61} \exp \left( \frac{292000}{RT} \right)$	Dehghan–Manshadi <i>et al.</i> [83]
Acier 304L	$X = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{t}{t_{50}} \right)^{1,06} \right]$ $t_{50} = 1,33 \times 10^{-11} \dot{\varepsilon}^{-0,41} d_0 \exp \left( \frac{230300}{RT} \right)$	Cho et Yoo [82]
Acier micro-allié	$X = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{t}{t_{50}} \right) \right]$ $t_{50} = 1,77 \times 10^{-6} \dot{\varepsilon}^{-0,62} \exp \left( \frac{153000}{RT} \right)$	Uranga <i>et al.</i> [56]

Lorsque le taux de déformation préalable au maintien est suffisamment important pour provoquer la recristallisation dynamique dans le matériau, la structure résultante est fortement hétérogène. En effet, dans le cadre du modèle, on peut distinguer 4 types de grains :

- des germes issus de la DDRX (grain RX) possédant une densité de dislocations nulle;
- des grains en croissance (grain RX) possédant une faible densité de dislocations;
- des grains en décroissance (grain RX) possédant une forte densité de dislocations. Ces grains appartiennent à la classe de grain RX dans le modèle car ils ne sont pas issus des grains initiaux mais d'une autre génération de grains;
- des grains en décroissance (grain NR) possédant une forte densité de dislocations, ces grains sont issus des grains initiaux.

Chaque type de grain va se comporter de manière différente pendant la PDRX, ce qui nécessite une redéfinition des catégories de grain. En effet, les grains en décroissance à forte densité de dislocations de la catégorie RX ne possèdent plus, dans

### 4.3 Modélisation de la PDRX

---

le cadre de la PDRX, les caractéristiques des grains recristallisés, c'est-à-dire une faible densité de dislocations. Afin de redéfinir les catégories de grain en PDRX (et de permettre de calculer la fraction recristallisée en PDRX), une densité de dislocations limite  $\rho_{th}$  est introduite. Cette densité de dislocations est choisie arbitrairement comme la densité de dislocations maximale obtenue lors de la génération des densités de dislocations des grains initiaux (en DDRX). Celle-ci ( $\rho_{th}$ ) définit donc la limite entre les grains recristallisés (RX) et les grains non recristallisés (NR) pendant la PDRX. Ainsi tous les grains dont la densité de dislocations est supérieure à  $\rho_{th}$  sont réaffectés au domaine non recristallisé (NR) dans le modèle PDRX, indépendamment de leur origine (grains initiaux ou recristallisés en DDRX)

#### Restauration statique

En l'absence de déformation et donc d'écroissage, la densité de dislocations dans les grains diminue sous l'action des mécanismes de restauration post-dynamique favorisés à haute température. Dans le modèle, l'évolution de la densité de dislocations dans les grains suit donc l'équation 4.11 en considérant le paramètre d'écroissage  $K_1$  égal à 0 et en introduisant le paramètre de restauration statique  $K_s$  tel que :

$$\frac{d\rho}{dt} = -K_s\rho \quad (4.62)$$

#### Fonctionnement du modèle

À chaque incrément du modèle, les étapes suivantes sont effectuées :

- les catégories de grain RX et NR sont redéfinies en fonction de la densité de dislocations des grains et du paramètre  $\rho_{th}$ ;
- les fractions mobiles  $\gamma^{RX}$  et  $\gamma^{NR}$  sont calculées et les tailles de grains suivent les lois 4.20 et 4.21. Tant que la fraction recristallisée n'est pas égale à 100 %, la différence de densité de dislocations entre les grains et les deux domaines constitue encore la principale force motrice de migration des joints de grains dans l'équation 4.19. Lorsque le matériau est entièrement recristallisé, seule la force capillaire permet la migration des joints;
- l'évolution de la densité de dislocations dans les grains dépend à la fois de la restauration statique (équation 4.62) et de la migration des joints de grains (équation 4.27);
- le pas de temps est adapté;
- la fraction recristallisée est mise à jour.

#### 4.3.2.2 Modèle de Montheillet *et al.*

Sur la base du modèle en champs moyens de DDRX [60] (section 4.2.2.2), un modèle de recristallisation post-dynamique a été développé [84,85]. Dans ce modèle, chaque grain interagit avec une matrice homogène équivalente dont les propriétés sont la moyenne des propriétés de l'ensemble des grains.

##### Migration des joints de grains

Dans le modèle PDRX, à l'inverse du modèle DDRX, la force de migration des joints de grains résulte de la somme d'un terme énergie stockée volumique (différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice homogène) avec un terme d'énergie surfacique ou capillaire (courbure des joints de grains). En effet, l'énergie de surface des joints induit une pression de Laplace qui doit être intégrée dans le terme moteur de l'équation de migration. Pour une boule sphérique plongée dans un milieu homogène comme les "grains" du modèle, cette pression est de  $4\gamma/D$  où  $\gamma$  est la tension superficielle de l'interface sphérique de la boule avec son milieu extérieur. Dans le matériau réel, les joints de grains sont partagés entre les deux grains voisins. En modélisant l'agrégat par des sphères isolées avec la même distribution de taille, l'aire des interfaces est donc doublée; il convient donc de diviser la pression de Laplace par deux pour retrouver la cohérence du modèle avec le matériau physique. L'équation 4.5 devient donc :

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M \left[ \tau (\bar{\rho} - \rho_i) + 2\gamma \left( \frac{1}{\bar{D}} - \frac{1}{D_i} \right) \right] \quad (4.63)$$

où  $\gamma$  est l'énergie des joints de grains,  $\bar{D}$  le diamètre moyen des grains et  $D_i$  le diamètre du grain  $i$  (avec  $\bar{D} = \frac{\sum D^2}{\sum D}$  [111]).

##### Restauration statique

L'évolution de la densité de dislocations en PDRX sous l'action du mécanisme de restauration post-dynamique est modélisée à l'aide de l'équation suivante :

$$\frac{d\rho}{dt} = r_s (\rho_s - \rho) \quad (4.64)$$

où  $r_s$  est le paramètre de restauration statique et  $\rho_s$  la densité de dislocations seuil. En effet, on observe expérimentalement que le matériau ne restaure pas complètement mais que la densité de dislocations des grains tend vers une densité seuil.

##### Fonctionnement du modèle

## 4.3 Modélisation de la PDRX

---

À chaque pas de temps, les étapes suivantes sont effectuées :

- évaluation de la densité moyenne des dislocations à l'aide de la relation 4.6;
- évaluation des grandeurs globales pour le pas de temps;
- croissance et décroissance des grains à l'aide de l'équation 4.63;
- évolution de la densité de dislocations de chaque grain selon l'équation 4.64;
- suppression des petits grains.

### 4.3.3 Modèle en champs complets

#### 4.3.3.1 Revue des modèles en champs complets

De nombreuses méthodes en champs complets ont été développées ces dernières années pour modéliser la recristallisation post-dynamique ainsi que la croissance de grains. Parmi ces méthodes, on distingue :

- Les méthodes de type champs de phase [86, 87] qui proposent une description implicite des interfaces en suivant l'évolution des fonctions champ de phase définies dans un domaine donné. Dans cette approche, chaque grain est décrit par un champ de densité d'énergie libre et chaque joint de grains est décrit par une interface diffuse. L'évolution des variables des fonctions champ de phase est régie par la minimisation de l'énergie libre total du système. La migration des joints de grains est donc pilotée par la différence de densité d'énergie libre de part et d'autre des joints de grains. La résolution du système se faisant par discrétisation de l'espace et du temps. La principale limitation de ces modèles réside dans la non unicité l'expression des densités d'énergie libre du système. Ainsi deux formulations peuvent conduire au même état stationnaire mais avec des cinétiques différentes [51]. De plus, cette méthode reste très couteuse en temps de calcul principalement par la nécessité de modéliser finement les interfaces diffuses par l'intermédiaire de grilles régulières ou de maillages EF très raffinés dans ces zones.
- Les approches basées sur l'utilisation d'automates cellulaires [88–90] consistent à utiliser une grille ordonnée de cellules. Chaque cellule est caractérisée par un nombre de variables déterminant son état (recristallisée ou non recristallisée, sa densité de dislocations ou encore son orientation cristalline) ainsi que par son voisinage. Des règles de transition probabilistes permettent de déterminer l'état de la cellule à la prochaine itération en fonction de l'état actuel de celle-ci et de l'état de son voisinage. L'utilisation d'automates cellulaires est particulièrement bien adaptée pour modéliser l'avancement du front de recristallisation



du fait de son caractère irréversible. Ces modèles permettent de suivre l’évolution d’une microstructure virtuelle facilement comparable avec des données expérimentales et avec des temps de calcul raisonnables. Cependant celle-ci repose sur une approche probabiliste offrant une précision moindre par rapport aux modèles déterministes tels que les méthodes champs de phase ou level-set.

- Des algorithmes probabilistes de Monte–Carlo sont régulièrement employés pour modéliser la PDRX [53, 91]. Comme pour les automates cellulaires cette méthode repose sur une grille ordonnée de cellules représentant la microstructure. Chaque cellule est caractérisée par son état qui renseigne sur sa densité de dislocations ou sur son orientation ainsi que par son affiliation à un grain spécifique. La probabilité de transition d’une cellule vers un nouvel état est calculée en minimisant l’hamiltonien de l’énergie d’interface, défini comme la somme des énergies d’interfaces entre la cellule et les cellules voisines. La principale limitation de ces modèles est l’absence de relation entre le pas de temps physique et le pas de temps de Monte-Carlo. Cette méthode probabiliste nécessite donc, pour être statistiquement représentative, de choisir de façon adéquate le pas de temps de Monte-Carlo.
- Les modèles vertex [52, 92, 93] offrent également une description spatiale de la microstructure, mais à l’inverse des méthodes Monte–Carlo ou des automates cellulaires, ils n’utilisent pas de grille ordonnée. La forme des grains est décrite par un maillage des joints de grains incluant les sommets des liaisons triples. Le calcul par éléments finis décrit donc explicitement les joints de grains et l’évolution de la microstructure en suivant la nouvelle position des nœuds du maillage. Si cette méthode permet une représentation simple de la microstructure, le principal inconvénient réside dans la difficulté de la gestion des transformations topologiques (création de nouveaux contacts entre les grains ou disparition de ces contacts) et l’absence de la prise en compte des évolutions intragranulaires (puisque non modélisées).

### 4.3.3.2 Méthode level–set

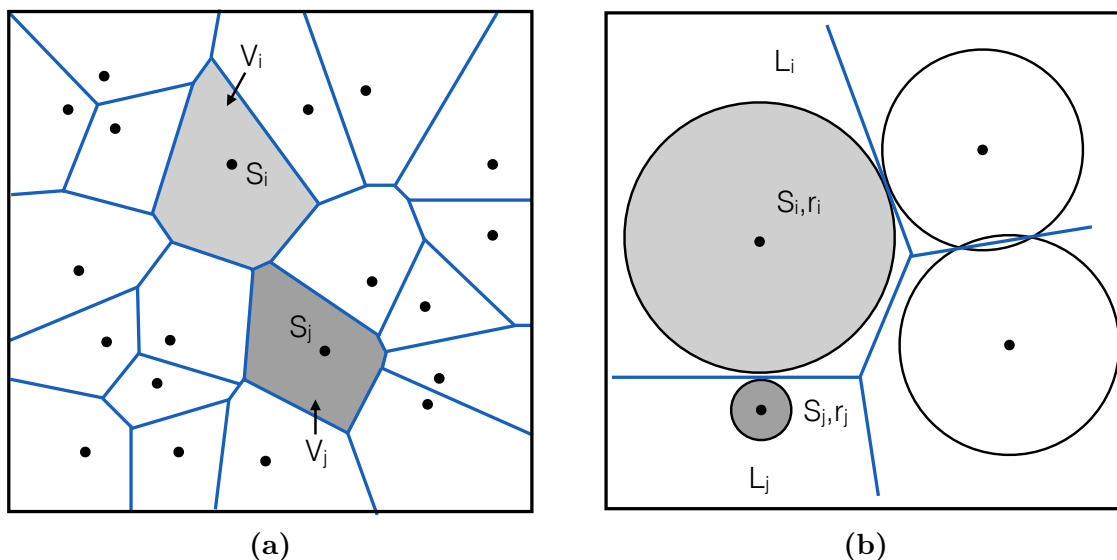
Plusieurs auteurs [94, 95] dont Bernacki *et al.* [50] ont proposé de modéliser la recristallisation post-dynamique à l’aide d’une description implicite des interfaces par l’intermédiaire de l’utilisation du formalisme level–set dans un contexte éléments finis. Cette méthode présente l’avantage de pouvoir réaliser un maillage adaptatif au niveau des joints de grains par rapport à l’utilisation d’un maillage uniforme [96] et de décrire les joints de grains de manière implicite comme en description champ de phase.

#### Définition de la structure

### 4.3 Modélisation de la PDRX

Les modèles en champs complets sont basés sur une description complète de la microstructure et permettent de suivre son évolution en tout point du maillage EF. La génération d'une microstructure numérique représentative de données expérimentales est réalisée à partir d'un modèle développé par Hitti [97] et implémenté dans la librairie Cimlib. Celui-ci permet de générer des microstructures selon deux méthodes :

- La méthode de Voronoï permet de générer des cellules à partir d'un ensemble discret de  $N$  points appelés germes de Voronoï  $(S_i)_{i=1,\dots,N}$ . Les cellules de Voronoï  $(V_i)_{i=1,\dots,N}$  sont définies comme l'ensemble des points de l'espace plus proches de  $S_i$  que tous les autres germes  $S_{j \neq i}$  (figure 4.11.a). Cette méthode permet de générer facilement des structures 2D et 3D en respectant une taille de grains moyenne. Cependant, cette méthode ne permet pas de respecter des distributions de taille de grain.
- La méthode de Laguerre–Voronoi est basée sur l'utilisation de particules sphériques. La distribution est décrite par un ensemble de  $N$  germes possédant un poids  $r$ , chaque couple de germes et de poids  $(S_i, r_i)$  permettant de définir une cellule de Laguerre–Voronoi  $L_i$ . Chaque cellule est définie de manière à ce que la distance entre les germes voisins soit minimale mais pondérée par le poids de chaque germe (figure 4.11.b). Cette méthode permet de générer des structures respectant une distribution de taille de grains imposée.



**Figure 4.11** – Représentation schématique en 2D des structures générées à partir (a) d'un diagramme de Voronoï et (b) d'un diagramme de Laguerre–Voronoi.

La microstructure générée doit être liée à un maillage EF. Dans le cas du modèle, où le maillage n'est pas structuré, un maillage surfacique est généré dans un

premier temps pour chaque grain puis un maillage volumique est créé à partir des surfaces maillées [98]. Cette méthode est particulièrement bien appropriée pour modéliser des déformations raisonnables de polycristaux sans évolutions topologiques complexes. Or, dans le cas de la recristallisation post-dynamique, la migration des joints de grains oblige à remailler régulièrement la microstructure. Les opérations de remaillage qui prennent en compte les événements topologiques sont complexes et conduisent à des problèmes difficiles à résoudre en 3D dans le cas de méthodes possédant une description explicite des joints de grains (par exemple la méthode vertex). L'utilisation de fonctions level-set permet d'éviter ce problème.

### **Fonction level-set**

Les joints de grains dans le modèle sont définis de manière implicite par l'intermédiaire des fonctions level-set. Une fonction level-set  $\phi$  définie sur un domaine  $\Omega$  est appelée fonction distance d'une interface  $\Gamma$  d'un sous-domaine  $\Omega_S$ , si à tous les points  $x$  du domaine  $\Omega$ , elle correspond à la distance par rapport à  $\Gamma$ . De même, l'interface  $\Gamma$  est donnée par l'isovaleur zéro de la fonction  $\phi$  :

$$\begin{cases} \phi(x) = \chi_{\Omega_S}(x)d(x, \Gamma) - \bar{\chi}_{\Omega_S}(x)d(x, \Gamma), x \in \Omega \\ \Gamma = \{x \in \Omega, \phi(x) = 0\} \end{cases} \quad (4.65)$$

où  $\chi_{\Omega_S}$  est la fonction caractéristique de  $\Omega_S$  égale à 1 dans  $\Omega_S$  et égale à 0 en dehors. La fonction distance  $\phi$  est donc positive à l'intérieur du domaine défini par l'interface  $\Gamma$  et négative en dehors du domaine. En considérant que le domaine est un polycristal, une fonction level-set est créée pour chaque grain du domaine.

### **Champ des vitesses**

Lors de la recristallisation post-dynamique, la vitesse de migration des joints de grains peut être définie comme :

$$\vec{v} = M\Delta f \vec{n} \quad (4.66)$$

où  $M$  est la mobilité des joints de grains,  $\Delta f$  les forces motrices par unité de surface et  $\vec{n}$  le vecteur unitaire normal au joint de grains et dirigé vers l'extérieur du grain considéré.  $\Delta f$  peut être généralement définie par :

$$\Delta f = \tau\Delta\rho - \gamma\kappa \quad (4.67)$$

où  $\tau$  est l'énergie de ligne des dislocations,  $\Delta\rho$  la différence de densité de dislocations

### 4.3 Modélisation de la PDRX

de part et d'autre de l'interface,  $\gamma$  l'énergie des joints de grains et  $\kappa$  la somme des courbures principales. Ainsi à l'interface  $\Gamma_{ij}$  qui sépare les grains  $G_i$  et  $G_j$ , la vitesse de migration des joints de grains (équation 4.66) peut être définie comme la somme d'un terme d'énergie stockée  $\vec{v}_{PR}$  (dominant la recristallisation post-dynamique) et d'un terme de capillarité (dominant la croissance de grain)  $\vec{v}_{GG}$  :

$$\begin{cases} \vec{v}_{ij} = \vec{v}_{PR_{ij}} + \vec{v}_{GG_{ij}} \\ \vec{v}_{PR_{ij}} = M_{ij} (e_j - e_i) \vec{n}_{ij}, \vec{v}_{GG_{ij}} = -M_{ij} \gamma_{ij} \kappa_{ij} \vec{n}_{ij} \end{cases} \quad (4.68)$$

où  $e_i = \tau \rho_i$  est la densité de dislocations moyenne du grain  $G_i$ .

On considère que le domaine  $\Omega$  contient  $N_G$  grains et qu'une fonction level-set est assignée à chaque grain. L'interface  $\Gamma_i$ , correspondant à la position du joint de grains, est implicitement donnée par l'isovaleur zéro de la fonction level-set  $\phi_i$ . En tenant compte de la capillarité liée à la croissance de grain, le système à résoudre modélisant la recristallisation post-dynamique revient ( $\|\nabla \vec{\phi}\| = 1$ ) à un système de convection – diffusion :

$$\begin{cases} \frac{\partial \phi_i}{\partial t} + \vec{v}_{PR_{ij}}(t, x) \cdot \nabla \phi_i - \gamma M \Delta \phi_i = 0, \forall i \in \{1, \dots, N_G\} \\ \phi_i(t = 0, x) = \phi_i^0(x) \end{cases} \quad (4.69)$$

avec  $\vec{v}_{PR_{ij}}(t, x)$  donnée par l'équation 4.68.

L'équation 4.69 est résolue avec une seule vitesse à une position donnée  $x$  à un instant donné  $t$ , afin d'éviter les incompatibilités cinétiques liées à la partie convective de l'équation. Ces incompatibilités proviennent de la dépendance du vecteur  $\vec{v}_{PR_{ij}}$  vis à vis de la topologie locale (grain  $G_i$  et ses voisins). Bernacki *et al.* [99] ont proposé de remplacer l'expression locale de la vitesse de migration, par une expression de la vitesse globale de tous les grains de la structure :

$$\vec{v}_{PR}(t, x) = \sum_{i=1}^{N_G} \sum_{\substack{i=1 \\ j \neq i}}^{N_G} \chi_{G_i}(t, x) M_{ij} \exp\left(-\alpha |\phi_j(t, x)|\right) (e_i - e_j) \vec{n}_j(t, x) \quad (4.70)$$

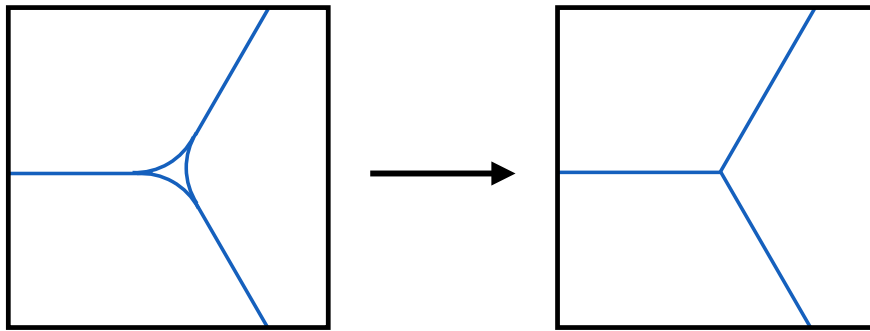
où  $\alpha$  est un paramètre positif,  $\vec{n}_j(t, x)$  le vecteur unitaire normal au grain  $G_j$  dirigé vers l'extérieur et  $\chi_{G_i}(t, x)$  la fonction caractéristique du grain  $G_i$ .

Le système 4.69 est résolu pour tous les grains  $N_G$  du domaine  $\Omega$ . L'application de ce système n'est représentatif que si les fonctions distances conservent leurs propriétés métriques initiales ( $\|\nabla \vec{\phi}\| = 1$ ). En effet, l'hypothèse selon laquelle les effets de capillarité peuvent être décrit par un terme diffusif est valable uniquement si les fonctions level-set satisfont la propriété  $\|\nabla \phi\| = 1$  à proximité du joint de grains. Ainsi une opération de réinitialisation est réalisée après chaque incrément de réso-

lution afin de conserver les propriétés métriques. L'évolution des fonctions level-set peut générer des incompatibilités cinétiques comme des vides en particulier, au niveau des jonctions multiples. Afin de contourner le problème, les fonctions level-set sont modifiées selon l'équation :

$$\phi_i(t, x) = \frac{1}{2} \left( \phi_i(t, x) - \max_{j \neq i} (\phi_j(t, x)) \right), \forall i \in \{1, \dots, N_G\} \quad (4.71)$$

Cette méthode consiste à calculer la bissectrice entre les fonctions level-set et de remplacer l'isovaleur zéro de ces fonctions par la position de la bissectrice comme illustré sur la figure 4.12.



**Figure 4.12** – Représentation schématique du traitement numérique au niveau des jonctions multiples.

#### Fonction level-set container

Toutes les équations précédentes sont résolues pour chaque fonction level-set existant dans le domaine. Si chaque grain est représenté par une fonction level-set, le coût de calcul peut être très conséquent lorsque le système comporte beaucoup de grains. Dans le cas de la modélisation de la recristallisation post-dynamique, comme la définition de la vitesse de migration globale des joints de grains (équation 4.70) est définie comme un champ unique sur tout le domaine, il n'est plus nécessaire de définir une fonction level-set par grain. Le modèle utilise donc une technique de coloration [100] permettant de colorer les grains de manière à ce que deux grains adjacents n'aient pas la même couleur tout en s'approchant du nombre minimal de couleurs. Cela permet de regrouper de nombreux grains non adjacents dans une seule fonction level-set appelée fonction level-set container. Cependant il est possible que deux grains appartenant à la même fonction level-set soient amenés à être en contact (par disparition d'un grain lors de la recristallisation par exemple) provoquant la coalescence des deux grains. Afin d'éviter ce problème, une restriction a été ajoutée dans le modèle lors de la coloration des grains. Celle-ci impose une séparation par  $n$  voisins de deux grains appartenant à la même fonction level-set. Des développe-

## 4.4 Conclusion

---

ments récents [101] permettent d'adapter les paramètres de la coloration au cours du calcul afin de minimiser le nombre de fonctions level-set.

### *Fonctionnement du modèle*

À chaque incrément du modèle, les étapes suivantes sont effectuées :

- le vecteur  $\vec{v}_{PR}(x, t)$  est calculé à partir de l'équation 4.70;
- résolution du système 4.69 pour toutes les fonctions level-set containers;
- traitement numérique des joints multiples (équation 4.71);
- étape de réinitialisation de toutes les fonctions level-set actives;
- désactivation de toutes les fonctions level-set (devenues sans objet) qui sont négatives sur l'ensemble du domaine;
- remaillage du domaine si nécessaire (lorsque les joints de grains sortent de la partie raffinée du maillage).

## 4.4 Conclusion

Dans ce chapitre différents modèles de DDRX et PDRX ont été présentés. Les modèles JMAK sont capables de reproduire des résultats expérimentaux lorsque leur évolution suit une courbe sigmoïdale. Ainsi ces modèles permettent de reproduire certaines cinétiques de la recristallisation dynamique, telle que l'évolution de la fraction recristallisée ou de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation, et de la recristallisation post-dynamique comme l'évolution de la taille de grains moyenne en fonction du temps. L'absence de gestion de microstructure ne permet pas de suivre localement l'évolution des phénomènes physiques, telle que la densité de dislocations ou la germination, ainsi que les valeurs distribuées. Ce principal défaut des modèles JMAK constitue également leur principale qualité. En effet la simplicité de ces modèles permettent la prédiction des cinétiques de manière quasi instantanée ce qui est idéal pour l'optimisation en direct de procédé industriel tel que le laminage à chaud.

La description explicite de la microstructure dans les modèles en champs complets permet de suivre localement l'ensemble des phénomènes physiques de la DDRX et de la PDRX. Par conséquent, ces modèles proposent un haut niveau de prise en compte de la physique, ce qui permet d'éviter l'identification de nombreux paramètres ajustables à l'instar des modèles JMAK. Les modèles en champs complets sont particulièrement adaptés pour l'étude locale des phénomènes physiques tels que, par exemple, la germination ou les effets des éléments d'additions sur la mobilité des joints de grains, du fait de la description explicite des interactions entre les

## Chapitre 4. État de l'art de la modélisation de la récrystallisation

---

grains. Les difficultés de gestion du suivi des interfaces ainsi que les temps de calcul très longs constituent les principales limitations des modèles en champs complets. La première difficulté peut être élégamment levée par l'utilisation d'une description implicite des interfaces comme dans le formalisme level-set.

Les modèles en champs moyens proposent une description locale des phénomènes physiques sans devoir gérer explicitement la microstructure ce qui leur permet de simuler les mécanismes de la DDRX et la PDRX avec des temps de calcul raisonnables. Plusieurs modèles en champs moyens ont été présentés dans ce chapitre, ils se distinguent les uns des autres par leur approche des phénomènes physiques de la DDRX en particulier l'écroûissage et la germination. Cependant l'ensemble de ces modèles partagent une structure commune construite autour de l'hypothèse champs moyens. La principale limitation des modèles en champs moyens est la prédiction des valeurs distribuées. Ceci est une conséquence structurelle de l'hypothèse champs moyens et provient de la nature déterministe de la loi de migration des joints de grains commune à tous des modèles.

# Chapitre 5

## Modélisation de la recristallisation dynamique discontinue et post-dynamique

### Sommaire

---

<b>5.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>126</b>
<b>5.2</b>	<b>Modèle semi-topologique de recristallisation dynamique dis-</b> <b>continue</b>	<b>127</b>
5.2.1	Représentation du matériau : introduction d'une topologie simple	127
5.2.2	Migration des joints de grains	128
5.2.3	Écrouissage – restauration dynamique	128
5.2.4	Germination	129
5.2.5	Identification des paramètres du modèle	130
5.2.6	Fonctionnement du modèle	130
<b>5.3</b>	<b>Modèle semi-topologique de recristallisation post-dynamique</b>	<b>131</b>
5.3.1	Restauration post-dynamique	131
5.3.2	Migrations des joints de grains	131
5.3.3	Fonctionnement du modèle	132
<b>5.4</b>	<b>Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier</b> <b>304L</b>	<b>132</b>
5.4.1	Effets sur les distributions de la taille des grains	132
5.4.2	Influence des conditions expérimentales	134
5.4.3	Limites du modèle semi-topologique	138
<b>5.5</b>	<b>Couplage des modèles DDRX et PDRX</b>	<b>141</b>
5.5.1	Couplage des modèles en champs moyens standard	142
5.5.2	Couplage des modèles semi-topologiques	144



5.5.3	Effet de la connectivité sur le couplage des modèles . . . . .	145
<b>5.6</b>	<b>Comparaison avec un modèle en champs complets . . . . .</b>	<b>147</b>
5.6.1	Introduction . . . . .	147
5.6.2	Comparaison des modèles en croissance de grain . . . . .	149
<b>5.7</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>151</b>

---

## 5.1 Introduction

Les modèles en champs moyens permettent de reproduire efficacement les mécanismes de la recristallisation dynamique et post-dynamique. Reposant sur une approche semi-analytique, ils proposent une description locale des phénomènes physiques mais sans devoir gérer une description explicite de la microstructure. Ils sont capables de reproduire les évolutions de la contrainte d'écoulement et de la taille de grain moyenne avec un temps de calcul raisonnable. Cependant, la principale limitation de ces modèles provient de leur incapacité à prédire correctement des valeurs distribuées comme la distribution de la taille des grains. Dans la partie 4.2.2.6, il a été démontré que les distributions non réalistes obtenues à l'issue du calcul sont une conséquence structurelle des modèles en champs moyens provenant de la nature déterministe de la loi utilisée de migration des joints de grains.

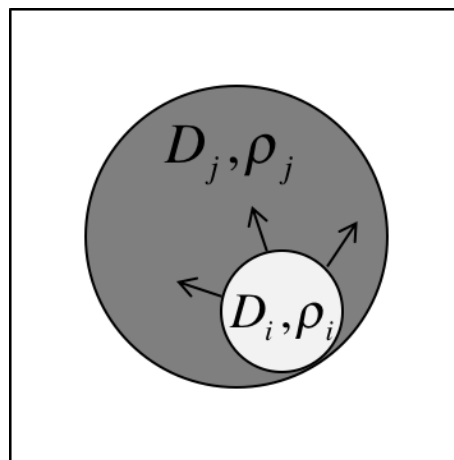
Dans ce chapitre, un nouveau type de modèle en champs moyens de recristallisation dynamique, appelé "modèle semi-topologique", est présenté. Celui-ci prend en compte certaines caractéristiques topologiques de la microstructure en introduisant une connectivité simple entre les grains. Développé à partir du modèle de Montheillet *et al.* [60], il fait appel aux équations classiques pour décrire l'écrouissage, la restauration dynamique et la germination. L'équation de migration des joints de grains est, quant à elle, modifiée afin d'incorporer une connectivité entre les grains. Cette nouvelle géométrie permet au modèle de prédire aussi bien la distribution de la taille de grain, la contrainte d'écoulement, ainsi que la taille de grain moyenne. Dans un second temps, l'extension du modèle à la recristallisation post-dynamique est présentée ainsi que les effets de la connectivité sur les résultats du couplage des modèles DDRX/PDRX. Dans chaque cas, une comparaison est effectuée entre les résultats issus du modèle en champs moyens standard (modèle de Montheillet *et al.*), du modèle semi-topologique et les données expérimentales. Enfin, afin de valider l'hypothèse de connectivité entre les grains, une comparaison entre un modèle en champs complets gérant une microstructure explicite, le modèle semi-topologique et le modèle standard (pas de relation entre les grains) est effectuée.

## 5.2 Modèle semi-topologique de recristallisation dynamique discontinue

### 5.2.1 Représentation du matériau : introduction d'une topologie simple

Dans les modèles en champs moyens [60, 72, 77], chaque grain est considéré comme une inclusion interagissant avec une matrice homogène équivalente dont les propriétés sont la moyenne des propriétés de l'ensemble des grains. Bernard *et al.* [70] ont proposé, afin d'être plus représentatif de la microstructure réelle, une première alternative à cette géométrie en considérant que les grains sont entourés de deux domaines : un domaine recristallisé (RX) et un domaine non recristallisé (NR). Cependant cette hypothèse n'est présente qu'au régime transitoire (car au régime stationnaire tous les grains appartiennent à la catégorie recristallisée) et reste déterministe (car tous les grains interagissent avec les mêmes domaines à chaque itération).

Dans un matériau réel, l'évolution de la microstructure dépend de l'interaction entre les grains et leurs voisins. Ces caractéristiques topologiques sont incorporées dans le modèle par l'intermédiaire d'une connectivité simple entre les grains. Le grain n'interagit donc plus avec une matrice homogène équivalente mais avec son grain voisin comme illustré par la figure 5.1. Ainsi pour chaque grain, un voisin est assigné de manière aléatoire et la connectivité entre chaque paire de grains est maintenue jusqu'à disparition de l'un des deux grains de la paire. La relation de voisinage n'est cependant pas réciproque dans le modèle, autrement dit si le grain  $i$  possède comme voisin le grain  $j$ , celui-ci (le grain  $j$ ) ne possède pas forcément comme voisin le grain  $i$ . De plus, chaque grain ne possède qu'un seul voisin mais peut être potentiellement, en fonction du tirage aléatoire, le voisin de plusieurs grains différents.



**Figure 5.1** – Géométrie du modèle semi-topologique : un grain interagit avec son voisin.

La structure du matériau est donc modélisée par un ensemble de  $N$  grains sphé-

riques définis à tout instant par leurs densités de dislocation  $\rho_i$ , par leurs diamètres  $D_i$  et par leurs voisins  $v_i$ . Malgré les relations de connectivité, aucune relation d'espace entre les grains n'est connue (cas des modèles en champs complets).

### 5.2.2 Migration des joints de grains

La différence de densité de dislocations entre le grain  $i$  et son voisin  $j$  est considérée comme la principale force motrice de la migration des joints de grains, ainsi l'évolution de la taille des grains au cours du temps est donnée par :

$$\frac{dD_i}{dt} = 2M\tau (\rho_j - \rho_i) \quad (5.1)$$

où  $M$  est la mobilité des joints de grains,  $\rho_i$  la densité de dislocations du grain  $i$ ,  $\rho_j$  la densité de dislocations du grain  $j$  voisin du grain  $i$  et  $\tau$  l'énergie de ligne des dislocations ( $\tau = \mu b^2$  où  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  la norme du vecteur de Burgers). Le facteur 2 signifie que deux parties sphériques opposées de joints de grains se déplacent dans les sens opposés.

La conservation du volume dans le modèle est assurée par le transfert des volumes entre les grains. Ainsi la croissance ou la décroissance du grain  $i$  s'effectue respectivement au détriment ou au bénéfice de son voisin le grain  $j$ . L'évolution de la taille du grain  $i$ , au cours d'une itération, dépend donc de la différence d'énergie avec son voisin  $j$  mais également de la variation de volume avec tous les autres grains ayant pour voisin le grain  $i$  (s'il y en a).

### 5.2.3 Écrouissage – restauration dynamique

L'évolution de la densité de dislocations dans chaque grain est déterminée à partir des lois de comportement usuellement utilisées et présentées dans la section 4.2.2.2, qui intègrent à la fois les effets de l'écrouissage et de la restauration dynamique. Dans le cadre du développement du modèle, la loi puissance [60] (PW) est utilisée :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{H^{\nu+1}}{\rho^\nu} \quad (5.2)$$

où  $H$  est le paramètre caractérisant à la fois l'écrouissage et la restauration dynamique et  $\nu$  une constante.

Dans la pratique, l'ensemble des lois de comportement permettent toutes de reproduire de manière efficace les courbes contrainte – déformation expérimentales. De plus, il existe des relations de passage entre les différentes paires de paramètres [67].

La contrainte d'écoulement en sortie du modèle est calculée à l'aide de la relation de Taylor :

## 5.2 Modèle semi-topologique de recristallisation dynamique discontinue

$$\sigma = \alpha \mu b \frac{\sum \sqrt{\rho_i} D_i^3}{\sum D_i^3} \quad (5.3)$$

où  $\alpha$  est une constante. Dans cette relation, la densité de dislocations moyenne est pondérée par le volume des grains, et non par la surface, car la contrainte macroscopique est la moyenne des contraintes locales dans le volume des grains.

### 5.2.4 Germination

Pendant la DDRX, les germes se forment préférentiellement au niveau des joints de grains qui constituent les régions du matériau où les déformations locales sont plus fortes. Si plusieurs mécanismes de germination ont été décrits précédemment, leurs observations restent difficiles. Dans le cadre de l'étude sur l'acier austénitique 304L, aucun mécanisme prépondérant de germination n'a pu être mis en évidence. Le modèle utilise donc une loi de germination de forme générale proposée par Montheillet *et al.* [60], où le taux de germination par unité de temps est pour l'ensemble des grains considérés défini par :

$$\left( \frac{dN}{dt} \right)^+ = k_N \bar{\rho}^p \sum D_i^2 \quad (5.4)$$

où  $k_N$  est un paramètre de germination dépendant des conditions expérimentales et  $p$  une constante positive. Dans le cas présent  $p = 3$  afin d'être cohérent avec un exposant de Derby  $\approx 0,75$  [60].

L'évolution du nombre de grains dans le modèle dépend de l'équilibre entre la germination de nouveaux grains (équation 5.4) et la disparition des grains fortement écrouis implicitement incluse dans l'équation 5.1. Selon le pas de temps du modèle, les transferts de volume entre les grains voisins peuvent être plus ou moins conséquents. Ainsi si le volume à transférer entre deux grains, calculé à l'aide de l'équation 5.1, conduit à la disparition de l'un des deux grains de la paire, seul le volume du grain qui disparaît est transféré à son voisin. Le grain dont la taille devient nulle est supprimé du système tandis qu'un nouveau voisin est assigné à chaque grain précédemment lié au grain qui disparaît.

Dans une structure réelle, les germes apparaissent au niveau des joints des grains les plus écrouis. Ce germe situé à l'interface entre deux grains, va croître à la fois au détriment du grain dans lequel il se trouve mais également au détriment du grain voisin. De plus, la différence très conséquente de densité de dislocations entre les germes et les grains accélère la décroissance de ces derniers au profit de la croissance des germes. Afin de reproduire ce comportement, lorsque qu'un germe est créé dans le modèle, celui-ci ne peut pas être lié à un autre germe de sa génération. De plus, lorsque le grain  $j$  est désigné comme voisin du germe  $k$ , alors la paire initiale  $i - j$

est rompue, le grain  $j$  devient le voisin du germe  $k$  et le germe  $k$  le voisin du grain  $i$ . Cette méthode permet d'intégrer plus rapidement les germes dans le système de grains du modèle.

### 5.2.5 Identification des paramètres du modèle

Il est possible de modéliser la recristallisation dynamique discontinue à partir des équations 5.1, 5.2 et 5.4 et ceci quelles que soient les conditions de température et de vitesse de déformation et indépendamment de la taille initiale des grains. Pour cela, il est cependant nécessaire de déterminer les paramètres matériau utilisés dans les équations. À noter que les modifications apportées dans le modèle topologique ne rajoutent aucun paramètre ajustable par rapport au modèle initial de Montheillet *et al.*; ce sont donc les mêmes paramètres matériau qu'il faut déterminer.

Les paramètres  $H$  et  $\nu$  sont déterminés à partir des courbes contrainte – déformation expérimentales à l'aide de la relation suivante, obtenue par intégration de l'équation 5.2 et application de la relation 5.3 :

$$\sigma_{PW} = K (\varepsilon + \varepsilon_1)^n \quad (5.5)$$

où  $K$  et  $\varepsilon_1$  sont des constantes ne dépendant que de  $H$  et  $\nu$ , et  $n = 1/(2\nu + 2)$ .

Dans le cadre du modèle de Montheillet *et al.* et de l'utilisation de la loi de migration des joints de grains classique (équation 4.5), la loi puissance possède une solution analytique en régime stationnaire permettant de déterminer les paramètres matériaux  $k_N$  et  $M$  [69] :

$$M\tau = (2\nu + 3) \frac{(\nu + 1)^{\nu+2}}{(\nu + 2)^{\nu+1}} H^{\nu+1} \dot{\varepsilon} \frac{\bar{D}}{(\sigma_S/\alpha\mu b)^{2(\nu+2)}} \quad (5.6)$$

$$k_N = \frac{3(3\nu + 4)(3\nu + 5)}{8} \frac{(\nu + 1)^{\nu+2}}{(2\nu + 3)^2 (\nu + 2)^{\nu+1}} \frac{H^{\nu+1} \dot{\varepsilon}}{(\sigma_S/\alpha\mu b)^{2(\nu+1)} \bar{D}^2} \quad (5.7)$$

Ces relations ne sont plus valides dans le cadre du modèle topologique et de l'utilisation de la loi de migration des joints de grains modifiée (équation 5.1). Cependant elles offrent une première approximation des valeurs respectives de  $M$  et de  $k_N$ , qui sont par la suite ajustées sur les données expérimentales.

### 5.2.6 Fonctionnement du modèle

À chaque pas de temps ou de déformation, les étapes suivantes sont effectuées :

- évaluation des grandeurs globales (par exemple équation 5.3) pour le pas de déformation ou de temps;

### 5.3 Modèle semi-topologique de recristallisation post-dynamique

---

- germination de nouveaux grains (équation 5.4), chaque germe est lié à un grain issu d'une génération différente de la sienne;
- croissance et décroissance des grains à l'aide de l'équation 5.1, les volumes gagnés ou perdus sont transférés entre les grains de chaque paire. Si l'un des deux grains de la paire est amené à disparaître, seul le volume de ce grain est transféré à son voisin puis le grain est supprimé. Dans ce cas un nouveau voisin est assigné à tous les grains liés au grain supprimé;
- ainsi, le volume d'un grain donné est affecté une première fois par la migration comme grain  $i$  et une seconde fois, en moyenne, comme grain  $j$  lors de la compensation du changement de volume alors que dans la version en champs moyens, évidemment seule la première opération avait lieu. Afin de ne pas compter la migration deux fois, il convient de diviser par deux la variation de diamètre de l'équation de migration 5.1 ;
- évolution de la densité de dislocations des grains selon l'équation 5.2.

## 5.3 Modèle semi-topologique de recristallisation post-dynamique

### 5.3.1 Restauration post-dynamique

Lors d'un maintien à haute température après déformation, les mécanismes de restauration ne sont plus contrebalancés par les effets de l'écrouissage dans le matériau. La densité de dislocations dans les grains diminue donc jusqu'à une densité seuil très faible. L'évolution de la densité de dislocations au cours du temps est décrite par la relation :

$$\frac{d\rho_i}{dt} = r_s (\rho_s - \rho_i) \quad (5.8)$$

où  $r_s$  est le paramètre de restauration post-dynamique et  $\rho_s$  la densité de dislocations seuil. Cette équation s'applique uniquement aux grains dont  $\rho_i > \rho_s$ , pour les autres grains la densité de dislocations n'évolue pas.

### 5.3.2 Migrations des joints de grains

La microstructure obtenue à l'issue de la DDRX est fortement hétérogène. En effet, les grains possèdent des états d'écrouissage différents : les germes sont dépourvus de dislocations, les grains recristallisés ont une densité de dislocations moyenne tandis que les anciens grains sont fortement écrouis. Chaque catégorie de grains va subir un processus de recristallisation différent dont les mécanismes sont détaillés dans

la partie 1.5.2. Cependant les germes présents dans le matériau vont croître très rapidement au détriment des grains plus écrouis. Ainsi dans un premier temps, la différence de densité de dislocations entre les grains reste donc la force motrice prépondérante de la migration des joints de grains. Sous l'action de la restauration post-dynamique (équation 5.8) et de la migration des joints de grains, la densité de dislocations moyenne dans le matériau diminue au cours du temps. Une fois le matériau entièrement recristallisé, la minimisation de l'énergie du système est alors pilotée par le processus de croissance de grain. Ainsi, l'évolution de la taille des grains pendant la recristallisation post-dynamique est égale, dans le formalisme du modèle semi-topologique, à :

$$\frac{dD_i}{dt} = M_{PDRX} \left[ \tau (\rho_j - \rho_i) + 2\gamma \left( \frac{1}{D_j} - \frac{1}{D_i} \right) \right] \quad (5.9)$$

où  $M_{PDRX}$  est la mobilité des joints de grains en PDRX,  $\rho_i$  la densité de dislocations du grain  $i$ ,  $\rho_j$  la densité de dislocation du grain  $j$  voisin du grain  $i$ ,  $\gamma$  l'énergie des joints de grains,  $D_i$  le diamètre du grain  $i$  et  $D_j$  le diamètre du grain  $j$ .

### 5.3.3 Fonctionnement du modèle

À chaque pas de temps, les étapes suivantes sont effectuées :

- évaluation des grandeurs globales pour le pas de temps;
- croissance et décroissance des grains à l'aide de l'équation 5.9; les volumes gagnés ou perdus sont transférés entre les grains de chaque paire. Si l'un des deux grains de la paire est amené à disparaître, seul le volume de ce grain est transféré à son voisin puis le grain est supprimé. Dans ce cas un nouveau voisin est assigné à tous les grains liés au grain supprimé;
- évolution de la densité de dislocations des grains selon l'équation 5.8.

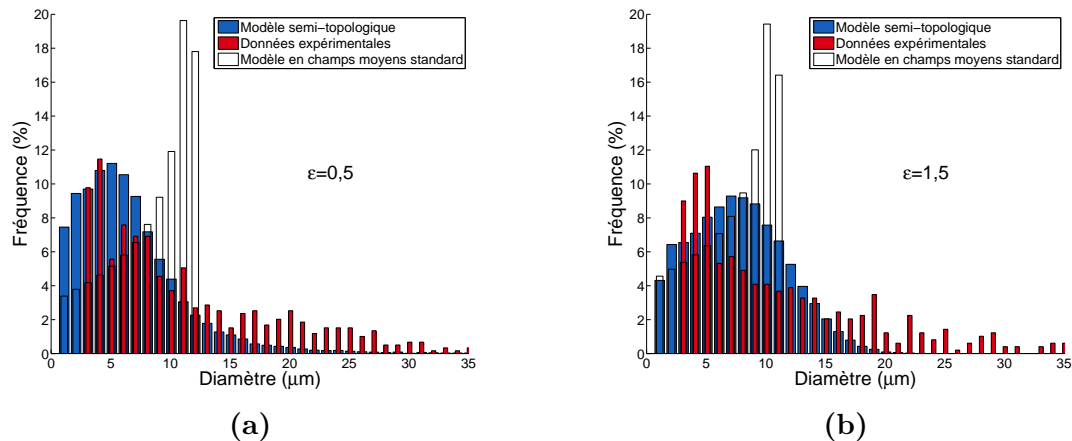
## 5.4 Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier 304L

### 5.4.1 Effets sur les distributions de la taille des grains

La figure 5.2 présente les distributions de la taille des grains expérimentales (en rouge) et celles issues du modèle semi-topologique (en bleu) et du modèle standard (en blanc). Les distributions issues du modèle standard sont strictement croissantes et tendent vers une asymptote verticale quand la taille de grain tend vers  $D_{max}$ . À l'inverse, les distributions issues du modèle semi-topologique possèdent une allure log-normale cohérente avec les distributions expérimentales au régime transitoire

## 5.4 Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier 304L

comme au régime stationnaire. En effet, les fréquences des classes de grains les plus représentées sont proches pour les données expérimentales et les prédictions du modèle semi-topologique. De même, les proportions des gros grains sont mieux représentées avec le modèle semi-topologique en comparaison avec le modèle standard.



**Figure 5.2** – Comparaison des distributions de la taille des grains expérimentales avec les distributions issues des modèles semi-topologique et standard pour un taux de déformation de (a)  $\varepsilon = 0,5$  et (b)  $\varepsilon = 1,5$  à  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $0,01\text{ s}^{-1}$ .

Ces résultats montrent que le modèle semi-topologique est capable de reproduire les observations expérimentales des phénomènes liés à la recristallisation dynamique discontinue. Dans le cas du modèle standard, les distributions de la taille des grains non réalistes obtenues à l'issue du calcul numérique sont une conséquence du caractère déterministe de la loi de migration des joints de grains utilisée. Cette relation, couplée à l'utilisation de la même loi de comportement pour l'ensemble des grains, fait que tous les grains du modèle suivent le même comportement (*cf.* section 4.2.2.6).

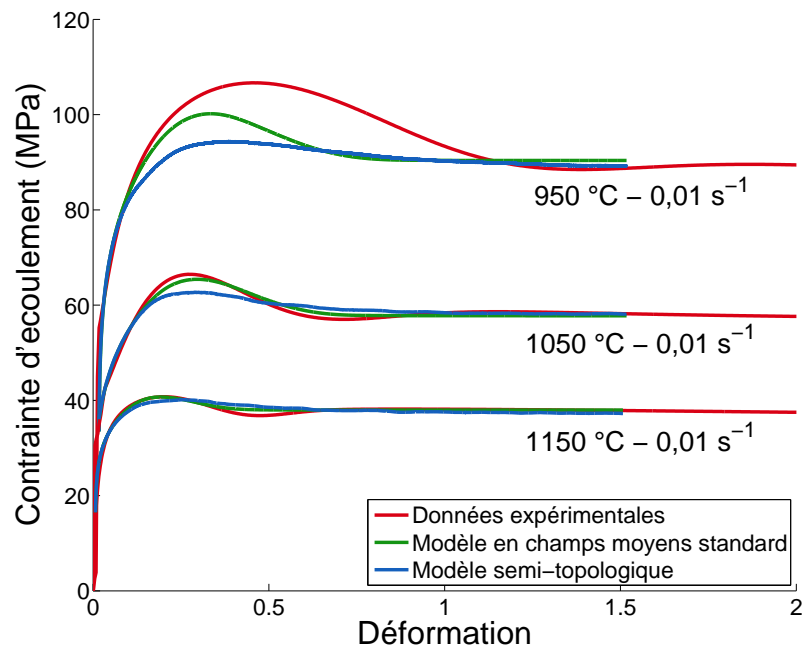
Dans le cas du modèle semi-topologique, la croissance de chaque grain est influencée par les caractéristiques de son voisin permanent. Or les valeurs des densités de dislocations des grains couvrent un large domaine. Par conséquent, les vitesses de migration des joints de grains, qui résultent de la différence entre la densité de dislocations des grains et celles de leurs voisins, sont beaucoup plus étendues que celles qui sont calculées à partir d'une densité de dislocations moyenne. L'évolution de la taille des grains du système au cours du temps est donc différente pour chacun d'entre eux et n'est plus bornée par une taille de grain maximale  $D_{max}$  identique pour tous. De plus, comme de nombreux grains sont liés à des germes, les vitesses de disparition des grains écrouis sont beaucoup plus élevées dans le modèle topologique que dans le modèle standard, favorisant la proportion de petits grains. Cela permet au modèle semi-topologique de prédire, à l'inverse du modèle standard, des distributions de taille des grains cohérentes avec les résultats expérimentaux et sans l'ajout de paramètres ajustables.



## 5.4.2 Influence des conditions expérimentales

### 5.4.2.1 Effet de la température de déformation

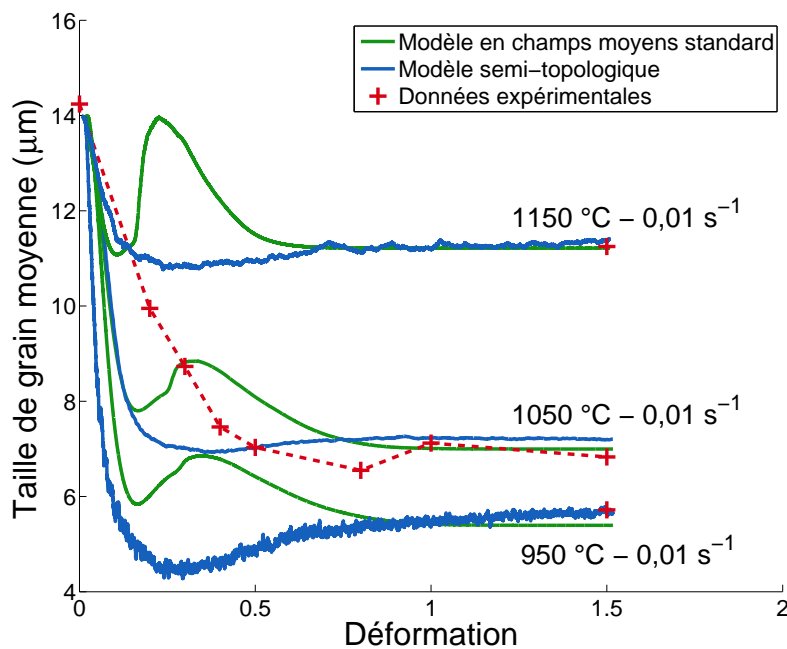
La figure 5.3 compare les courbes contrainte – déformation expérimentales, obtenues aux trois températures de la gamme de forgeage pour une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , avec celles issues du modèle semi-topologique et du modèle en champs moyens standard dans les mêmes conditions. On remarque que pour les trois températures de déformation, les modèles prévoient un maximum unique et tendent naturellement vers un régime stationnaire. La sensibilité à la température des mécanismes de la recristallisation est également bien prise en compte par les modèles. Ainsi lorsque la température diminue, les contraintes d'écoulement maximales et stationnaires augmentent. De même, la contrainte maximale ainsi que le régime stationnaire sont atteints pour des déformations plus grandes. L'allure des courbes contrainte – déformation modélisées est similaire aux données expérimentales, en particulier aux températures les plus élevées, permettant aux modèles de prédire avec précision les contraintes d'écoulement stationnaires.



**Figure 5.3** – Comparaison des courbes contrainte – déformation expérimentales avec celles issues du modèle semi-topologique et du modèle en champs moyens standard à  $950 \text{ °C}$ ,  $1050 \text{ °C}$  et  $1150 \text{ °C}$  à une vitesse de déformation de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ .

La figure 5.4 présente les évolutions de la taille de grain en fonction de la déformation. À  $1050 \text{ °C}$ , les prédictions des modèles sont comparées aux données expérimentales pour plusieurs taux de déformation, tandis qu'à  $950 \text{ °C}$  et  $1150 \text{ °C}$ , seule la taille de grain stationnaire est connue expérimentalement. On remarque que les modèles sont capables de prédire la taille de grain stationnaire quelle que soit la

## 5.4 Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier 304L



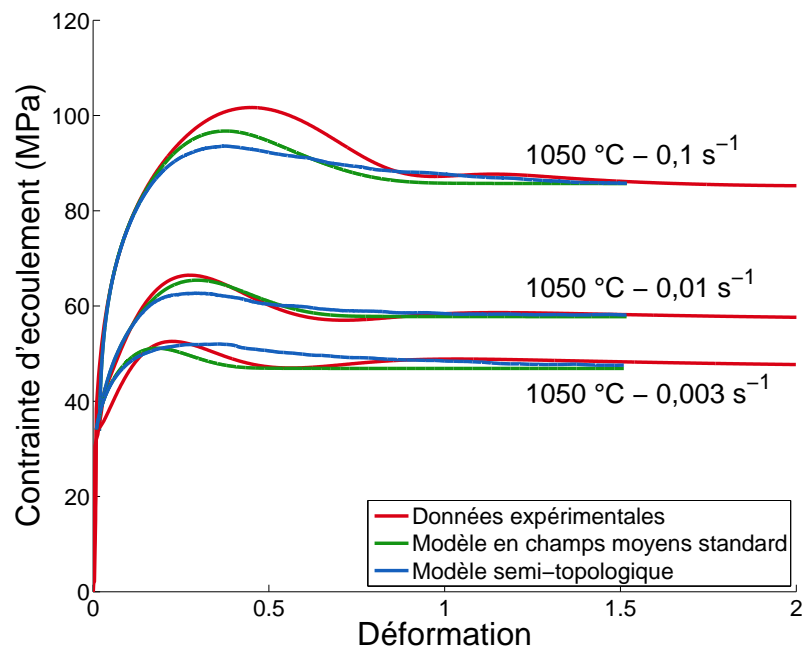
**Figure 5.4** – Comparaison des évolutions de la taille de grain moyenne expérimentales avec celles issues du modèle semi-topologique et du modèle en champs moyens standard à 950 °C, 1050 °C et 1150 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup>.

température de déformation.

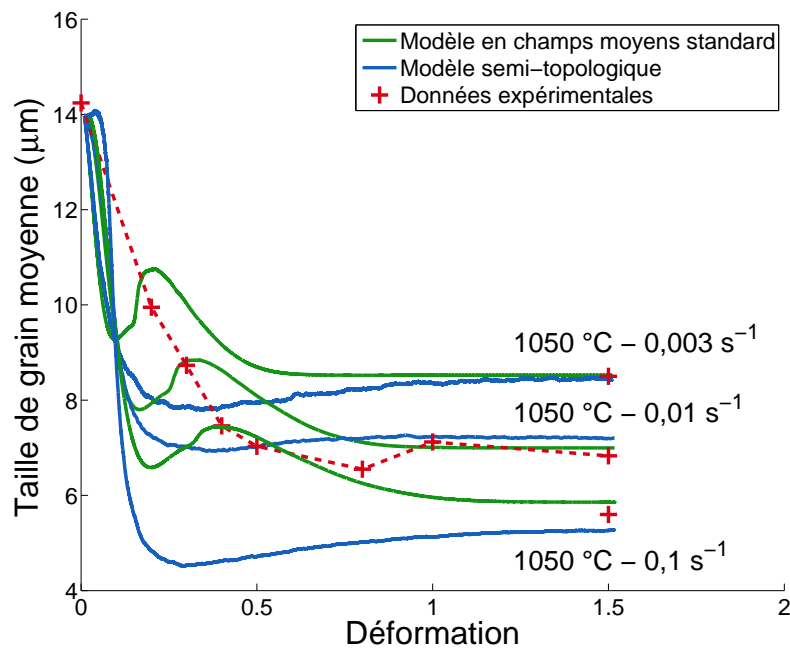
Si les modèles semi-topologique et en champs moyens standard intègrent bien les effets de la température sur la contrainte d'écoulement et la taille de grain moyenne au régime stationnaire, ils présentent cependant quelques limitations au régime transitoire. Premièrement, ils sous-évaluent la contrainte maximale et la cinétique d'adoucissement, en particulier lorsque la température diminue. Même si ces observations sont plus accentuées dans le cas du modèle semi-topologique, celles-ci sont communes aux deux modèles et feront l'objet d'une discussion dans la partie 5.4.3. Deuxièmement, malgré une évolution de la taille de grain modélisée similaire aux données expérimentales, la taille stationnaire est atteinte plus rapidement par le modèle semi-topologique qu'expérimentalement. Le modèle en champs moyen standard présente, quant à lui, une "bosse" correspondant à une phase de croissance puis de décroissance de la taille de grain au régime transitoire.

### 5.4.2.2 Effet de la vitesse de déformation

Les figures 5.5 et 5.6 présentent respectivement les courbes contrainte – déformation et les évolutions de la taille de grain expérimentales et numériques à 1050 °C pour les trois vitesses de déformation de la gamme de forgeage. Ces résultats illustrent la capacité des modèles à reproduire la sensibilité à la vitesse de déformation des mécanismes de la DDRX.



**Figure 5.5** – Comparaison des courbes contrainte – déformation expérimentales avec celles issues du modèle semi-topologique et du modèle en champs moyens standard à  $0,003 \text{ s}^{-1}$ ,  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $0,1 \text{ s}^{-1}$  pour une température de  $1050 \text{ °C}$ .



**Figure 5.6** – Comparaison des évolutions de la taille de grain moyenne expérimentales avec celles issues du modèle semi-topologique et du modèle en champs moyens standard à  $0,003 \text{ s}^{-1}$ ,  $0,01 \text{ s}^{-1}$  et  $0,1 \text{ s}^{-1}$  pour une température de  $1050 \text{ °C}$ .

On retrouve, en effet, des influences similaires à ceux de la température : la contrainte maximale et le régime stationnaire sont atteints pour des déformations plus faibles lorsque la vitesse de déformation diminue. De même, la contrainte sta-

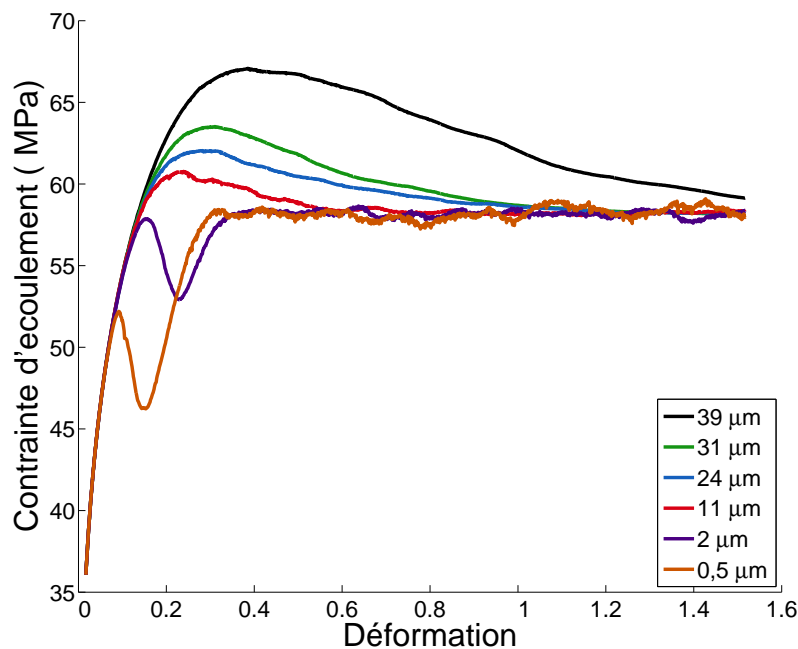
## 5.4 Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier 304L

tionnaire diminue tandis que la taille de grain moyenne augmente. Ces observations, toutes prises en compte par les modèles, sont une conséquence de l'effet de la vitesse de déformation sur les mécanismes de la restauration dynamique.

À l'instar des résultats présentés sur les figures 5.3 et 5.4, les mêmes limitations des modèles sont observées en régime transitoire et seront discutées dans la partie 5.4.3.

### 5.4.2.3 Effet de la taille de grain initiale

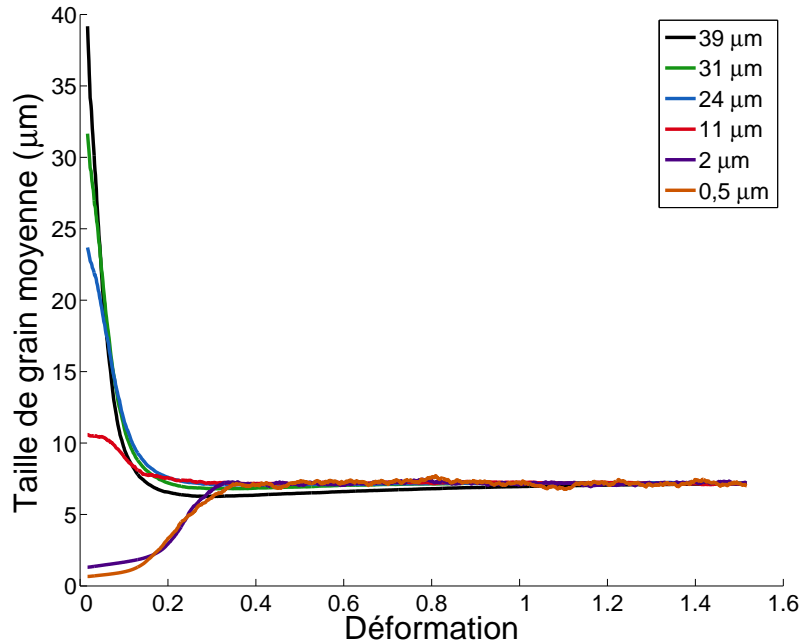
L'une des propriétés fondamentales de la DDRX est que la contrainte d'écoulement et la taille de grain au régime stationnaire sont indépendantes de la taille de grain initiale. Les figures 5.7 et 5.8 présentent respectivement les courbes contrainte – déformation ainsi que les évolutions de la taille de grain moyenne issues du modèle semi-topologique pour différentes tailles de grain initiales avec les mêmes paramètres.



**Figure 5.7** – Comparaison des courbes contrainte – déformation issues du modèle semi-topologique à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  pour une température de  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  en fonction de la taille de grain initiale.

On remarque que le modèle semi-topologique converge naturellement vers un régime stationnaire identique quelle que soit la taille de grain initiale. L'augmentation de la contrainte d'écoulement et le ralentissement de la cinétique de recristallisation induits par l'augmentation de la taille de grain initiale sont également reproduits par le modèle. En fonction du rapport entre la taille de grain stationnaire  $D_S$  et la taille de grain initiale  $D_0$ , le modèle prévoit bien la transition entre les deux types de régime stationnaire :

- un affinement de la taille de grain ( $D_S < D_0$ ) caractérisé par une courbe contrainte – déformation présentant un maximum unique;
- un grossissement de la taille de grain ( $D_S > D_0$ ) caractérisé par une courbe contrainte – déformation présentant des oscillations.



**Figure 5.8** – Comparaison des évolutions de la taille de grain moyenne issues du modèle semi-topologique à  $0,01 \text{ s}^{-1}$  pour une température de  $1050 \text{ °C}$  en fonction de taille de grains initiale.

### 5.4.3 Limites du modèle semi-topologique

Les résultats présentés précédemment montrent que le modèle semi-topologique est capable de reproduire les observations expérimentales des mécanismes liés à la DDRX. En effet, le modèle réussit à prédire avec succès les valeurs des contraintes d'écoulement ainsi que les tailles de grain en régime stationnaire. De même, les allures des courbes contrainte – déformation ainsi que les évolutions de la taille de grain en fonction de la déformation obtenues à l'issue des calculs sont similaires à celles obtenues expérimentalement. Ainsi, les modifications introduites dans le modèle de Montheillet *et al.* influencent peu les valeurs des paramètres macroscopiques qui étaient déjà prédites avec succès dans le modèle standard. Cependant, ces améliorations permettent au modèle semi-topologique de prévoir des distributions de la taille des grains cohérentes avec les résultats expérimentaux, sans ajout de paramètres ajustables ni même de nouvelles propriétés du matériau.

Cependant, en fonction des conditions expérimentales, en particulier à plus basse température ou lorsque la vitesse de déformation est élevée, le modèle ne parvient

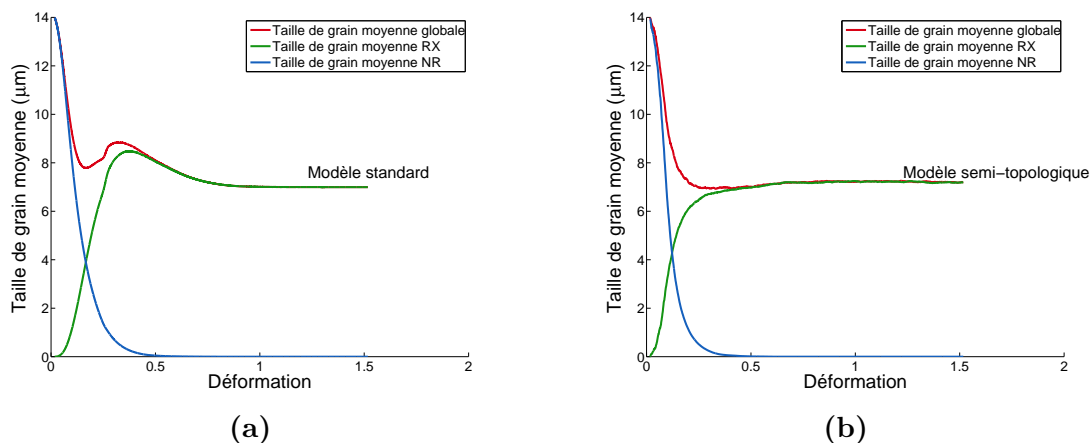
## 5.4 Application du modèle semi-topologique de DDRX à l'acier 304L

pas parfaitement à reproduire les évolutions des grandeurs macroscopiques en régime transitoire. En effet, dans ce régime, les résultats issus du modèle semi-topologique présentent :

- une contrainte d'écoulement maximale sous-évaluée;
- une taille de grain stationnaire atteinte plus rapidement qu'expérimentalement;
- un adoucissement des courbes contrainte – déformation moins marqué.

Les deux premières observations suggèrent que la germination se déclenche trop rapidement dans le modèle. En effet, plusieurs auteurs [58, 102, 103] affirment qu'une déformation critique doit être atteinte pour permettre le déclenchement de la germination. Cette déformation critique peut correspondre à une accumulation suffisante d'énergie élastique par l'intermédiaire des dislocations pour permettre aux germes de se former.

Ce phénomène est également responsable de la "bosse" observée dans les évolutions de la taille de grain moyenne issues du modèle en champs moyens standard. La figure 5.9 présente pour les deux modèles les évolutions d'une part, de la taille de grain moyenne des grains initiaux (NR) et d'autre part, de la taille de grain moyenne des grains issus des germes (RX). Sur la figure 5.9.a, on distingue que la croissance trop rapide des germes est responsable de la "bosse" observée dans le modèle en champs moyens standard, ce qui n'est pas le cas pour le modèle semi-topologique (figure 5.9.b).



**Figure 5.9** – Évolutions des tailles de grain moyennes pour différentes populations de grains dans les modèles : (a) modèle en champs moyens standard et (b) modèle semi-topologique. La courbe rouge correspond à la taille moyenne de tous les grains du système, la courbe bleue représente la taille moyenne des grains initiaux (NR) et la courbe verte correspond à la taille moyenne des grains issus des germes (RX). (Les courbes sont issues des simulations à  $1050\text{ }^{\circ}\text{C} - 0,01\text{ s}^{-1}$ ).

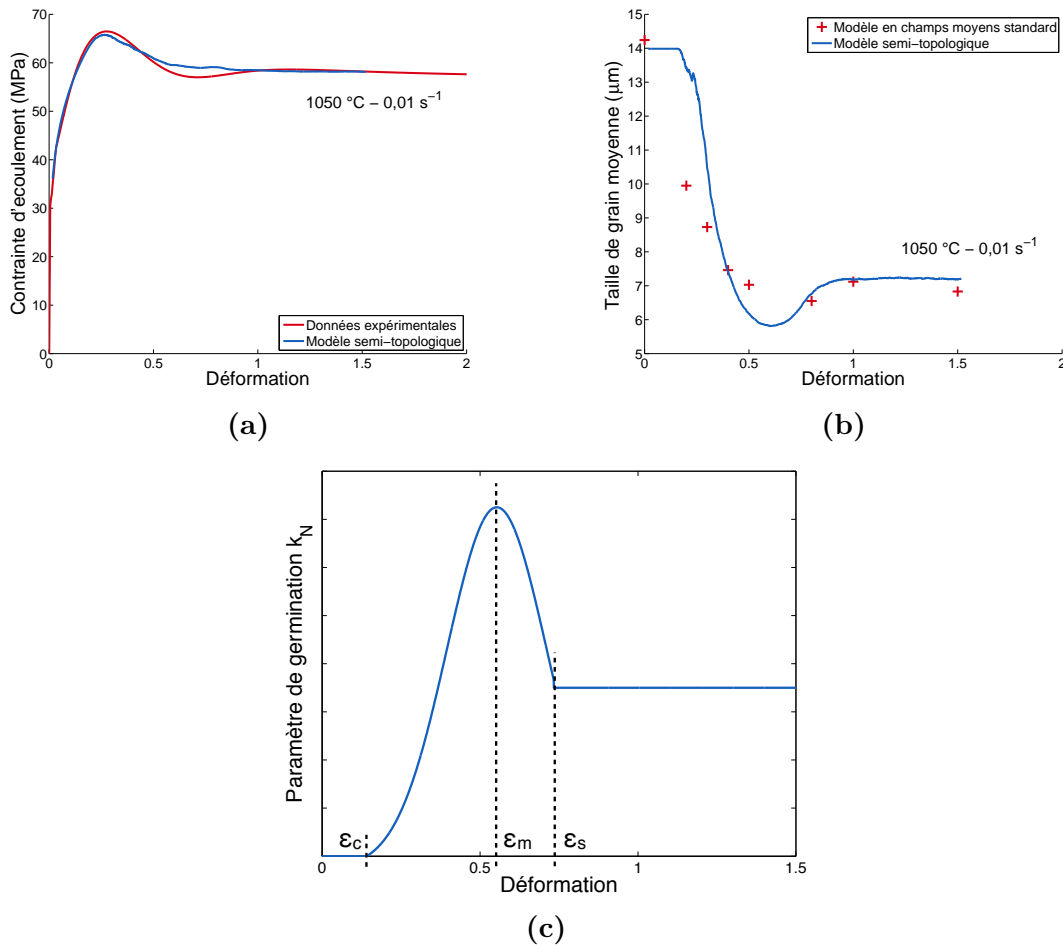
Cette différence s'explique par le fait que dans le modèle standard, la croissance des germes dépend de la densité de dislocations moyenne de la matrice. Or, lorsque les

premiers germes sont introduits trop tôt dans le modèle, c'est-à-dire dès les premières itérations, la densité de dislocations de la matrice peut être plus grande que la densité de dislocations en régime stationnaire. Les germes peuvent donc croître jusqu'à une taille supérieure à la taille maximale en régime stationnaire. Cela n'est pas possible lorsque les germes sont introduits après une déformation critique proche de la déformation correspondante à la contrainte maximale. Cette croissance anormale des grains recristallisés n'est pas observée dans le modèle semi-topologique, car dans ce cas, la croissance des grains dépend des caractéristiques de leurs voisins. Ainsi, lorsque le nombre de nouveaux grains devient significatif devant le nombre de grains initiaux, le tirage aléatoire des relations de voisinage va lier de nombreux germes à des grains âgés seulement de quelques itérations et qui sont donc moyennement écrouis. Or, comme tous les grains du système s'écrouissent à la même vitesse, la différence de densité de dislocations entre les deux grains reste constante pour une paire donnée, ce qui limite la vitesse de croissance des germes.

La troisième observation, quant à elle, suggère que le taux de germination n'est pas suffisamment élevé dans la phase transitoire. Actuellement le paramètre de germination  $k_N$  est évalué à partir du régime stationnaire. Or si au régime stationnaire, le taux de germination est constant, ce n'est pas forcément le cas au régime transitoire. Cette hypothèse est cohérente avec des observations faites par d'autres auteurs. En effet, Cram *et al.* [72, 104] ont remarqué que l'utilisation d'une loi de germination reposant sur un seul mécanisme (dans le cas présent germination par croissance d'un sous-grain dans le grain voisin) conduit à une sous-estimation du taux de germination. En effet, si ce mécanisme de la germination parvient à bien expliquer la formation des germes à partir des grains écrouis initiaux, d'autres mécanismes prennent le pas plus tardivement et participent également à la création des germes. En particulier, plusieurs auteurs [27–30] ont montré que le maclage permet la formation de nouveaux grains. Ce mécanisme n'est actuellement pas pris en compte dans les différentes lois de germination usuellement utilisées dans les modèles en champs moyens, ce qui peut conduire à une sous-estimation du taux de germination. Une solution consiste à introduire un paramètre de germination dépendant de la déformation. Ainsi, Favre *et al.* [77] affirme que pour obtenir une meilleure modélisation du régime transitoire, il est nécessaire d'évaluer le paramètre de germination de leur modèle à chaque itération. La figure 5.10 présente les résultats obtenus à l'aide du modèle semi-topologique dans lequel le paramètre de germination  $k_N$  varie en fonction de la déformation. La variation de ce paramètre (figure 5.10.c) a été déterminée à partir de la courbe expérimentale selon la méthode suivante : la déformation critique  $\varepsilon_c$  est déterminée selon la méthode de la double différenciation [105], la déformation stationnaire  $\varepsilon_s$  correspond au début du régime stationnaire et la déformation maximale  $\varepsilon_m$  correspond approximativement au point d'inflexion de la

## 5.5 Couplage des modèles DDRX et PDRX

courbe contrainte – déformation dans le régime transitoire.



**Figure 5.10** – Comparaisons entre les données expérimentales et les données issues du modèle semi-topologique avec un paramètre de germination dépendant de la déformation à 1050 °C à une vitesse de déformation de 0,01 s<sup>-1</sup> : (a) courbes contrainte – déformation, (b) évolution de la taille de grain moyenne et (c) évolution du paramètre de germination en fonction de la déformation.

On observe que l'introduction d'une déformation critique de déclenchement de la germination ainsi qu'une adaptation du taux de germination en fonction de la déformation permet de mieux suivre l'évolution de la courbe contrainte – déformation expérimentale. De même, l'évolution de la taille de grain en fonction de la déformation est mieux adaptée aux données expérimentales.

## 5.5 Couplage des modèles DDRX et PDRX

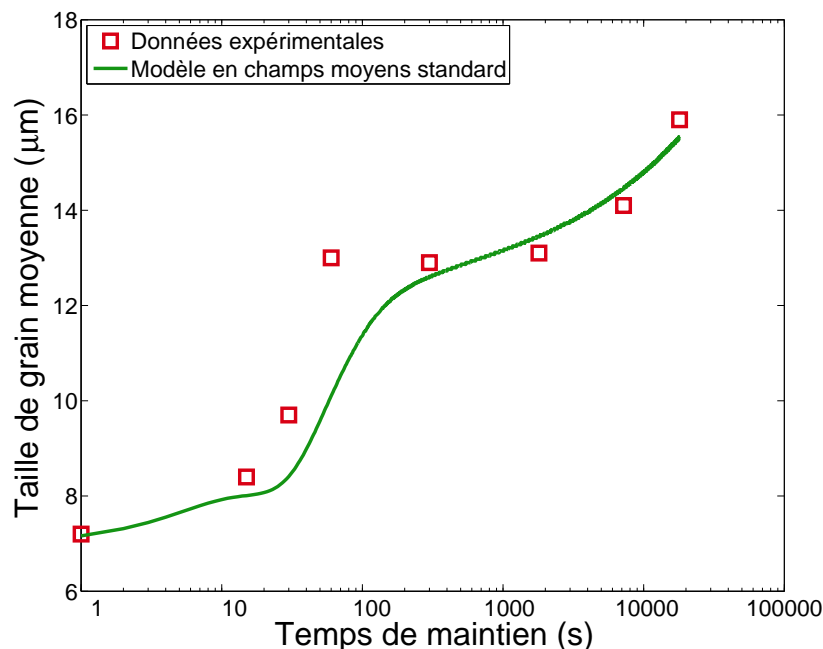
L'évolution de la microstructure lors d'un maintien à chaud après déformation résulte de deux mécanismes distincts (*cf.* section 1.5) : la recristallisation post-dynamique et la croissance de grain. Le premier mécanisme possède une cinétique rapide, c'est celui-ci qui contrôle l'évolution de la structure dans les premiers instants



du maintien. Une fois le matériau recristallisé, la croissance de grain intervient avec une cinétique beaucoup plus lente. Or, il est évident que la microstructure est sous contrôle de la PDRX et la croissance de grain pendant les phases de réchauffage de la pièce qui peuvent durer plusieurs heures, celle-ci intervient également pendant le laps de temps, de quelques secondes à quelques minutes, qui s'écoule entre les moments où la presse déforme la même zone du matériau. La modélisation d'un procédé multipasses tel que le forgeage à chaud nécessite donc une modélisation assez fine des mécanismes de la PDRX sur l'ensemble des durées de maintien, enchaînée à celle de la DDRX. L'état du matériau en fin de déformation influence également les mécanismes de la PDRX et donc l'évolution de la microstructure. Le chaînage direct des modèles de DDRX et de PDRX est ainsi indispensable pour modéliser les évolutions microstructurales induites par le procédé de forgeage à chaud dans son ensemble.

### 5.5.1 Couplage des modèles en champs moyens standard

La figure 5.11 présente l'évolution de la taille de grain en fonction du temps de maintien dans le cadre d'un couplage des modèles DDRX et PDRX standard. Ces résultats issus de la modélisation sont comparés avec les tailles de grain expérimentales.



**Figure 5.11** – Évolution de la taille de grain moyenne en fonction du temps de maintien en PDRX après un couplage des modèles en champs moyens standard.

Dans un premier temps, la prévision de la taille de grain se stabilise rapidement sur un palier correspondant à l'état recristallisé du matériau suite à la recristallisation

## 5.5 Couplage des modèles DDRX et PDRX

---

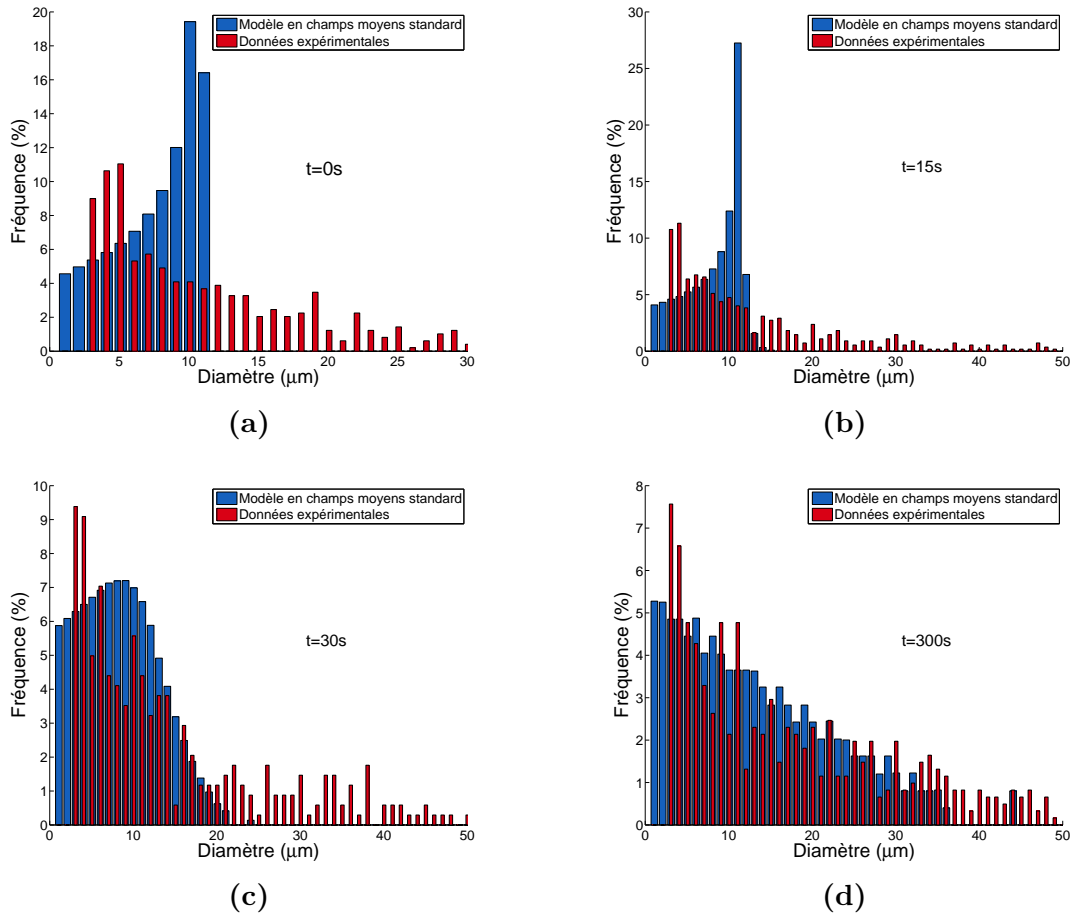
post-dynamique. Puis, cette croissance rapide est suivie d'une étape de croissance de grain dont la cinétique est beaucoup plus lente, ce qui est également observé expérimentalement. Le modèle standard permet donc de prévoir l'évolution de la taille de grain avec la durée du maintien. Cependant, on distingue plusieurs différences entre le modèle et les données expérimentales :

- le modèle prévoit un premier palier aux alentours de 10 s de maintien, ce qui n'est pas observé expérimentalement;
- le palier de transition entre les mécanismes de PDRX et de croissance de grain est atteint aux alentours de 300 s de maintien pour le modèle au lieu de 30 s expérimentalement;
- la cinétique de la croissance de grain est sous-évaluée par le modèle.

La figure 5.12 présente les distributions expérimentales ainsi que celles issues du modèle en champs moyens standard pour différents temps de maintien. À l'état initial, on retrouve la distribution de taille de grain non réaliste obtenue à l'issue de la DDRX. Cette forme de distribution est maintenue à  $t = 15$  s et c'est seulement à partir de  $t = 30$  s que l'on obtient une distribution plus cohérente avec les données expérimentales. Un certain temps est donc nécessaire pour faire évoluer la distribution de la taille de grain issue du modèle DDRX, temps pendant lequel la taille de grain moyenne n'augmente pas. En effet, en comparant cette observation avec l'évolution de la taille de grain moyenne (figure 5.11), on remarque que ce laps de temps correspond au palier observé entre 10 s et 30 s.

L'augmentation de la taille de grain ne débutant qu'à partir de l'inversion de la distribution, c'est-à-dire à  $t = 30$  s, le palier de transition est atteint avec un décalage temporel par rapport aux données expérimentales. Même si le modèle PDRX permet d'inverser la forme des distributions non réalistes, le retard observé à la croissance de grain a pour conséquence une sous-évaluation de la proportion des gros grains pour les temps de maintien plus longs.

La forme des distributions obtenues par le modèle DDRX standard influence donc fortement les cinétiques des mécanismes de la PDRX. La prévision de l'évolution de la taille de grain moyenne lors d'un procédé multipasses, comme le forgeage, par le couplage de modèles DDRX et PDRX standard est donc peu précise en particulier pour les temps courts. Il est possible de résoudre ce problème en introduisant la distribution expérimentale au début du calcul PDRX, ce qui reste difficile à évaluer lors d'un procédé industriel, ou en utilisant un modèle qui prévoit des distributions réalistes de la taille des grains.



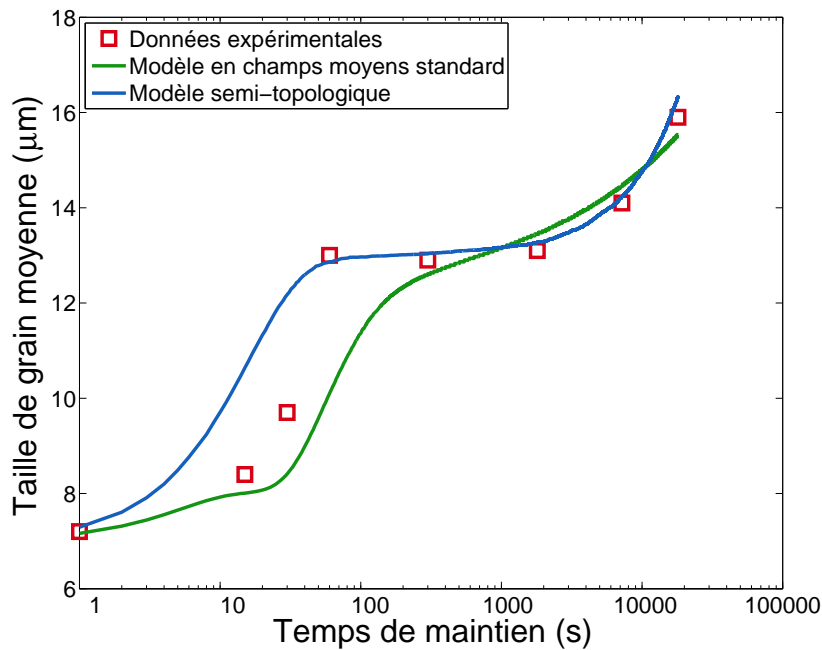
**Figure 5.12** – Comparaisons des distributions de la taille des grains entre le modèle à champs moyens standard et les données expérimentales pour des temps de maintien de (a) 0 s, (b) 15 s, (c) 30 s et (d) 300 s après une déformation  $\varepsilon = 1,5$  à  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $0,01\text{ s}^{-1}$ .

### 5.5.2 Couplage des modèles semi-topologiques

L'évolution de la taille de grain en fonction du temps de maintien dans le cadre d'un enchaînement des modèles semi-topologiques de DDRX et de PDRX est présentée sur la figure 5.13. Ces résultats sont comparés avec les tailles de grain expérimentales ainsi qu'avec celles issues du modèle en champs moyens standard.

À l'instar du modèle en champs moyens standard, le modèle semi-topologique réussit à prévoir précisément l'évolution de la taille de grain en fonction du temps de maintien. Cependant, le modèle semi-topologique parvient, quant à lui, à atteindre le palier de transition avec le même temps de maintien que les données expérimentales. De même, la cinétique expérimentale de croissance de grain est prévue avec encore plus de précision par le modèle semi-topologique que par le modèle en champs moyens standard. Ces améliorations sont une conséquence de la cohérence entre les distributions de la taille de grain expérimentales et simulées, obtenues à l'issue de la DDRX et présentées sur la figure 5.14.a. En effet, dans le cas du modèle

## 5.5 Couplage des modèles DDRX et PDRX



**Figure 5.13** – Évolution de la taille de grain moyenne en fonction du temps de maintien en PDRX après un couplage des modèles semi-topologique.

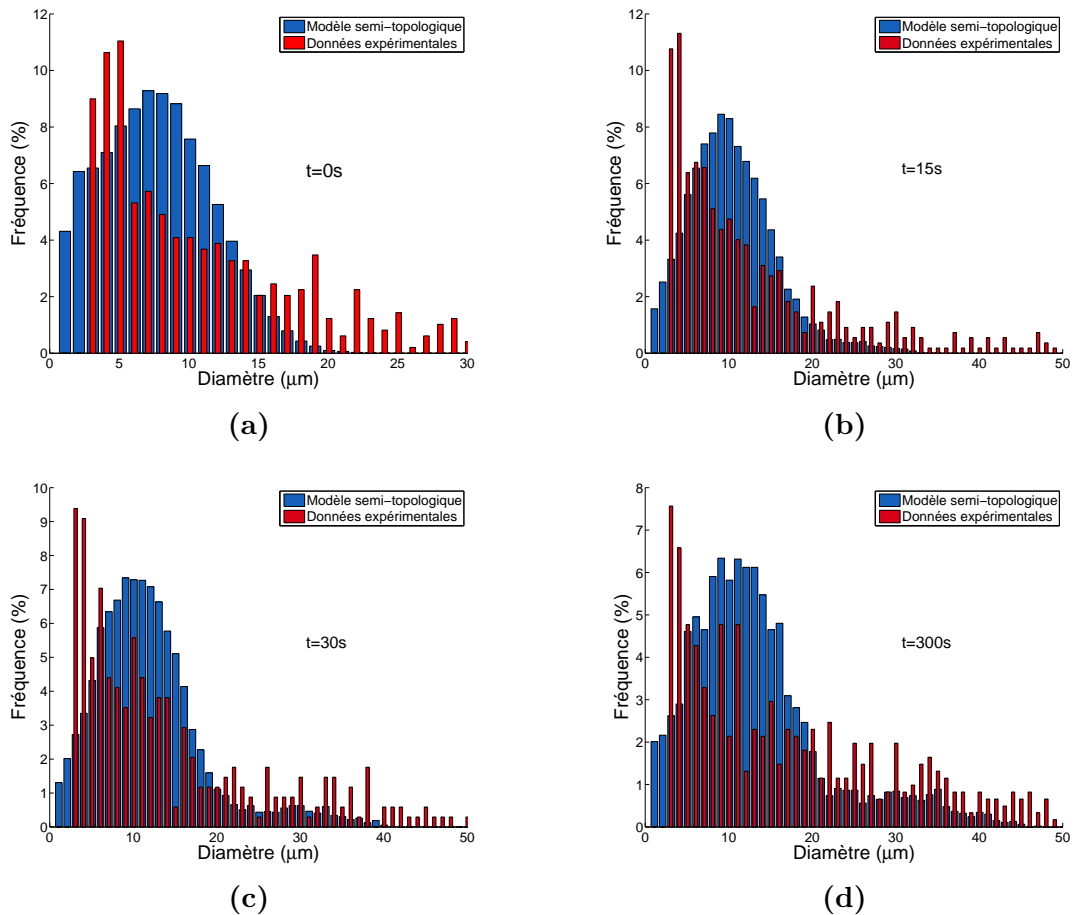
semi-topologique, aucune inversion de la distribution n'est nécessaire en PDRX, l'augmentation de la taille de grain s'effectue donc directement, dès le début du maintien en température.

Si la cinétique d'évolution de la taille de grain est mieux prise en compte dans le modèle semi-topologique, c'est que celui-ci parvient également à bien reproduire les évolutions des distributions au cours du temps. Ainsi, la proportion des gros grains dans les distributions modélisées devient de plus en plus importante au cours du maintien tandis que celle des petits grains diminue. Cette tendance, observée sur les distributions expérimentales, est bien prise en compte par le modèle (figures 5.14.b, 5.14.c et 5.14.d).

### 5.5.3 Effet de la connectivité sur le couplage des modèles

Le modèle semi-topologique, par l'intermédiaire des distributions cohérentes avec les données expérimentales, permet de mieux modéliser la recristallisation post-dynamique dans le cas d'un couplage des modèles DDRX et PDRX. Cependant, si la forme de la distribution influence beaucoup la cinétique d'évolution de la taille de grain, ce n'est pas l'unique paramètre à prendre en compte. En effet, si l'ajout d'une connectivité entre les grains permet d'obtenir de meilleures distributions, elle influence également directement les mécanismes de la PDRX comme l'illustre la figure 5.15.

Celle-ci représente l'influence de la connectivité entre les grains sur le mécanisme



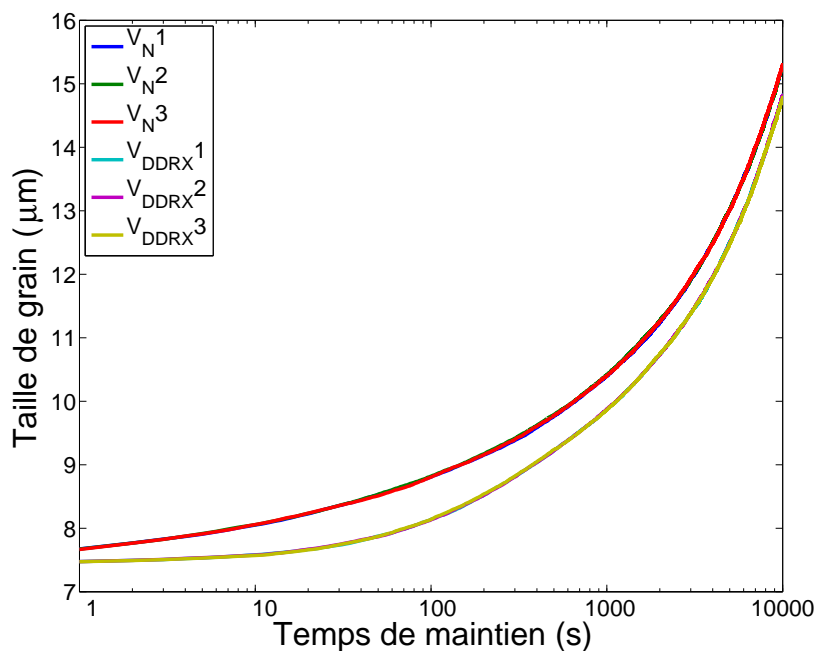
**Figure 5.14** – Comparaisons des distributions de taille de grain entre le modèle semi-topologique et les données expérimentales pour des temps de maintien de (a) 0 s, (b) 15 s, (c) 30 s et (d) 300 s après une déformation de  $\varepsilon = 1,5$  à  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $0,01\text{ s}^{-1}$ .

de croissance de ceux-ci. Pour étudier ce phénomène, plusieurs simulations de croissance de grain ont été effectuées. Les simulations intitulées  $V_{DDR\!X}$  correspondent à des calculs en croissance de grain faits à partir de structures initiales différentes (diamètres et connectivités entre les grains différents) car issues de trois simulations de DDRX différentes (mêmes paramètres mais tirage aléatoire de la connectivité différent). Les simulations intitulées  $V_N$  correspondent à des calculs faits à partir d'une structure initiale identique (issue de la simulation de DDRX 1) mais dont la connectivité entre les grains a été réinitialisée à chaque fois à la première itération du calcul de croissance de grain.

Les résultats présentés sur la figure 5.15 mettent en valeur plusieurs aspects des modèles semi-topologiques DDRX et PDRX :

- Le modèle semi-topologique de croissance de grain est indépendant du tirage aléatoire des relations de voisinage. En effet, les trois courbes  $V_N$ , qui correspondent aux mêmes grains mais dont la connectivité est différente pour chaque calcul, se superposent parfaitement. De même, les trois courbes  $V_{DDR\!X}$  qui

## 5.6 Comparaison avec un modèle en champs complets



**Figure 5.15** – Évolutions de la taille de grain moyenne en fonction du temps de maintien pour différentes connectivités entre les grains dans le modèle semi-topologique.

correspondent également à trois connectivités différentes se superposent également parfaitement.

- Les résultats du modèle DDRX sont également indépendants du tirage aléatoire de la connectivité. En effet, même si les trois structures issues des simulations DDRX 1, 2 et 3 sont différentes, elles sont suffisamment similaires pour ne pas modifier la cinétique de la croissance de grain.
- La connectivité obtenue à l'issue de la simulation de DDRX n'est pas équivalente à un tirage aléatoire. En effet, la cinétique de croissance de grain est différente dans le cas des simulations  $V_N$  et  $V_{DDRX}$ . Des relations particulières s'établissent donc entre les grains pendant le calcul de DDRX et celles-ci ont une influence significative sur la cinétique du régime de croissance de grain.

## 5.6 Comparaison avec un modèle en champs complets

### 5.6.1 Introduction

Les modèles en champs moyens permettent, avec un faible temps de calcul, de prévoir les évolutions des grandeurs macroscopiques lors de la DDRX et de la PDRX. Cependant comme ils reposent sur une hypothèse à champs moyens (évolution des grains par rapport à une matrice homogène équivalente), ils ne sont pas capables de bien représenter des phénomènes dépendants de la topologie. À l'inverse, ces

phénomènes sont explicitement pris en compte dans les modèles en champs complets qui se basent sur une description fine de la microstructure.

Ainsi, de nombreux auteurs [106–110] ont mis en évidence les limites de certains modèles en champs moyens en comparant les évolutions de la taille de grain ou les distributions obtenues en croissance de grain avec celles issues des modèles en champs complets. La plupart de ces comparaisons s’effectuent avec les modèles proposés d’une part, par Burke et Turnbull [23] et d’autre part, par Hillert [111]. Le premier considère une cinétique de croissance de grain uniquement caractérisée par la taille de grain moyenne en supposant que la distribution de taille se conserve en forme :

$$\overline{R}^2 - \overline{R}_0^2 = \frac{1}{2}M\gamma t \quad (5.10)$$

où  $\overline{R}$  est le rayon moyen des grains,  $\overline{R}_0$  le rayon moyen des grains à  $t = 0$ ,  $M$  la mobilité des joints de grains et  $\gamma$  l’énergie de surface des joints de grains.

Le modèle de Hillert repose sur une approche en champs moyens, et permet de calculer l’évolution de la taille de chaque grain, considéré ici comme sphérique, en fonction du temps :

$$\frac{dR_i}{dt} = \beta M\gamma \left( \frac{1}{\overline{R}} - \frac{1}{R_i} \right) \quad (5.11)$$

où  $\beta$  est une constante imposée par la forme sphérique (donc croissance 3D).

Ces études ont montré que le modèle de Burke et Turnbull est capable de prédire des comportements similaires aux modèles en champs complets. Cependant l’adéquation des résultats entre les deux modèles est très dépendante de la distribution initiale de la taille des grains. Ce résultat est prévisible car Burke et Turnbull supposent que la distribution peut évoluer en gardant la même forme, ce qui n’est pas le cas d’une distribution log-normale [112,113]. Le modèle de Hillert, quant à lui, est capable de prédire des distributions et des évolutions de taille de grain similaires à celles obtenues à l’aide d’un modèle en champs complets, quelle que soit la distribution initiale. Cependant, ces résultats nécessitent l’ajustement du paramètre  $\beta$  selon la forme des particules. S’il est admis que, en théorie,  $\beta = 1$  en 3D, certains auteurs ont déterminé que  $\beta$  pouvait prendre différentes valeurs, ainsi  $\beta = 1,25$  [108] ou encore  $\beta = 1,1$  [107]. Récemment Maire *et al.* [110] ont déterminé que lorsque  $\beta = 1,4$ , on obtenait le meilleur agrément entre les résultats quelle que soit la distribution initiale.

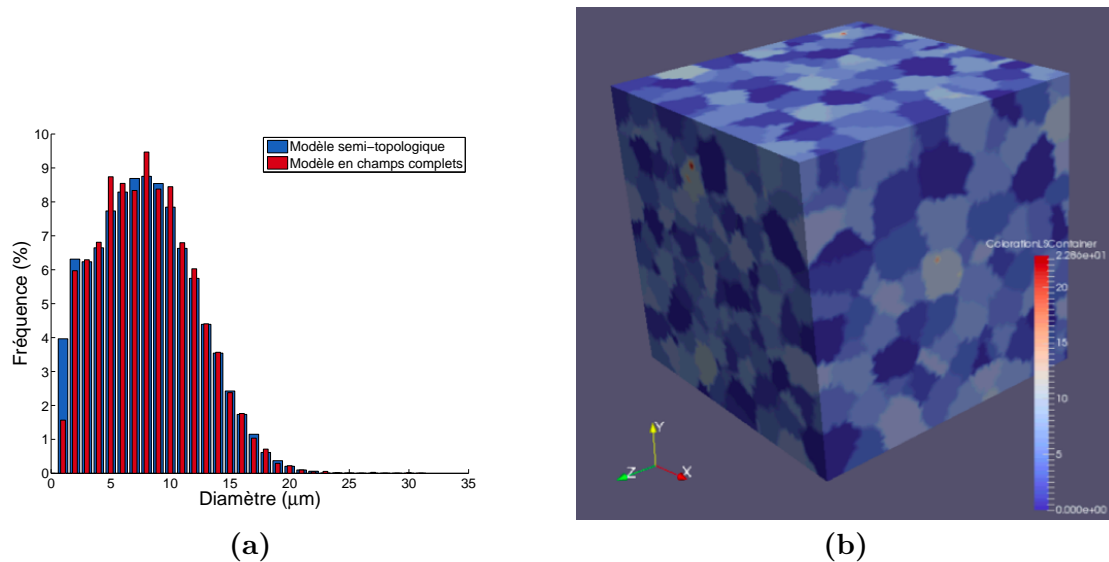
Précédemment, il a été montré que l’ajout d’une connectivité simple entre les grains permet au modèle semi-topologique de prédire des distributions de taille de grains cohérentes avec les données expérimentales. Le modèle est donc capable, à l’instar des modèles en champs complets, de reproduire correctement des mécanismes dépendant de la topologie. Afin de valider cette affirmation, et par la même occasion

## 5.6 Comparaison avec un modèle en champs complets

la forme de connectivité introduite dans le modèle semi-topologique, une comparaison en croissance de grain est présentée dans la section suivante entre un modèle en champs moyens standard, un modèle en champs complets (*cf.* section 4.3.3.2) et le modèle semi-topologique.

### 5.6.2 Comparaison des modèles en croissance de grain

Des simulations en croissance de grain ont donc été réalisées à l'aide de plusieurs modèles avec les mêmes paramètres de mobilité et d'énergie des joints de grains. La distribution de la taille des grains obtenue à l'issue du calcul DDRX du modèle semi-topologique est utilisée pour générer la structure 3D dans le modèle en champs complets (figure 5.16). Afin que tous les modèles utilisent la même distribution d'entrée pour la comparaison, c'est la distribution 3D (en rouge) générée dans le modèle en champs complets qui est utilisée par tous les modèles.

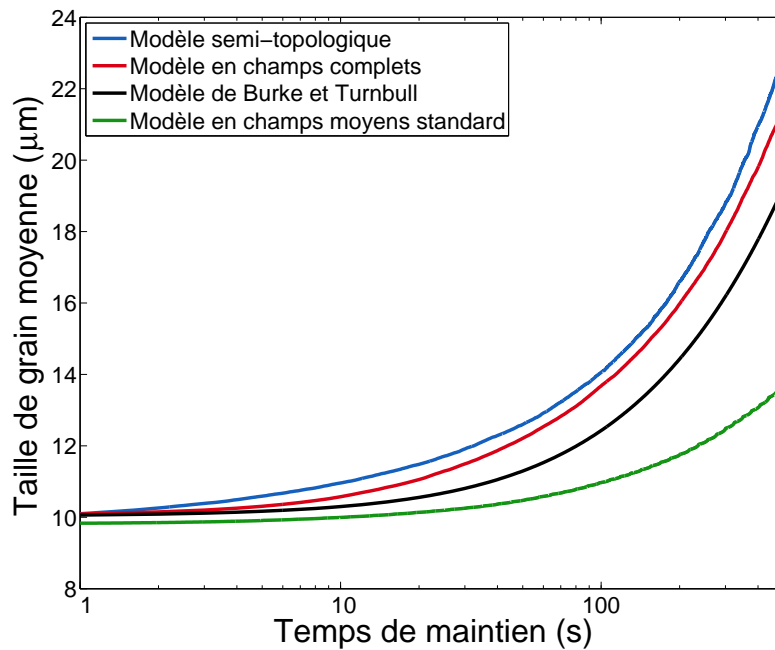


**Figure 5.16** – *Distribution de la taille des grains utilisée pour la comparaison entre les modèles. (a) Comparaison entre la distribution en entrée (en bleu) et celle obtenue (en rouge) en sortie du modèle en champs complets (b) Visualisation 3D de la distribution utilisée.*

La figure 5.17 présente la comparaison des cinétiques de croissance de grain pour les différents modèles utilisant les mêmes paramètres matériau.

On remarque que le modèle de Burke et Turnbull, malgré sa simplicité, réussit à prédire une évolution de la taille de grain selon une cinétique proche de celle du modèle en champs complets. À l'inverse, le modèle en champs moyens standard, malgré une description plus complexe de la microstructure, sous-évalue la vitesse de croissance de grain. Le modèle semi-topologique, quant à lui, permet d'obtenir une cinétique de croissance de grain pratiquement similaire à celle du modèle en champs complets. Il est intéressant de remarquer que le modèle semi-topologique est issu





**Figure 5.17** – Comparaison des cinétiques de croissance de grain des différents modèles pour les mêmes paramètres matériau.

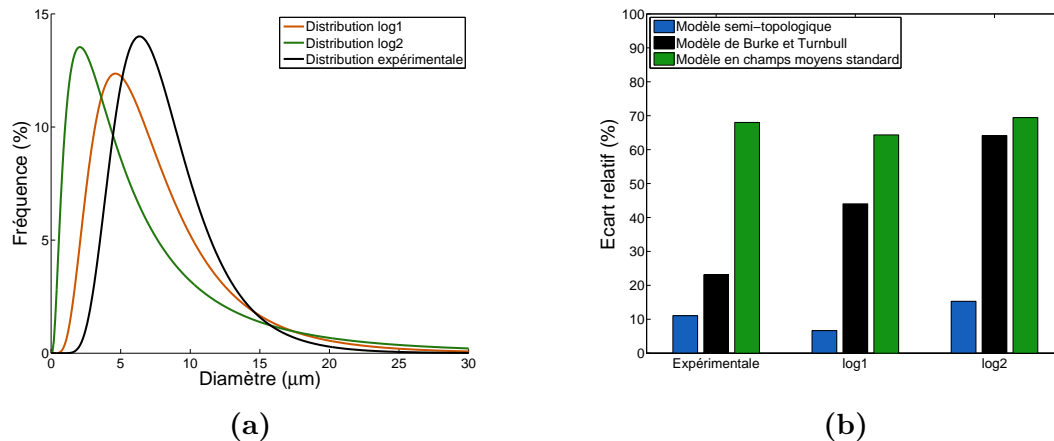
du modèle en champs moyens standard et pourtant ce sont les deux modèles qui donnent les résultats les plus opposés. L'ajout de la connectivité entre les grains permet donc à un modèle dérivé des modèles en champs moyens de simuler des cinétiques de croissance de grain similaires à celles d'un modèle en champs complets reposant sur l'évolution explicite de la microstructure et ceci pour des temps de calculs beaucoup plus faibles.

La pertinence de ces premières observations est confirmée à l'aide de plusieurs comparaisons faites à partir de trois distributions de tailles de grains différentes (figure 5.18.a). La figure 5.18.b présente l'écart relatif entre les cinétiques de croissance de grain des différents modèles pour les trois distributions d'entrée. Cette écart représente la différence d'aire sous la courbe entre le modèle en champs complets et les autres modèles.

Comme observé dans les précédentes études [109,110], le modèle de Burke et Turnbull est bien capable de reproduire des cinétiques similaires au modèle en champs complets mais l'adéquation entre les résultats dépend de la distribution initiale de la taille des grains. Ainsi, si l'écart relatif (histogrammes noirs) n'est que de 20 % pour la distribution expérimentale, celui-ci est d'un peu moins de 70 % dans le cas de la distribution appelée log2.

Toujours en accord avec les précédentes observations, le modèle en champs moyens standard possède un écart relatif (histogrammes verts) similaire quelle que soit la distribution initiale (écart compris entre 65 % et 72 % dans les exemples traités ici). Le modèle en champs moyens standard est donc capable de reproduire des cinétiques

## 5.7 Conclusion



**Figure 5.18** – Comparaison des cinétiques de croissance de grain entre les différents modèles avec les mêmes paramètres matériau pour différentes distributions initiales de la taille de grain. (a) Les distributions initiales de taille de grain (b) Écart relatif entre les courbes d'évolution de la taille de grain moyenne.

similaires au modèle en champs complets pour tous les types de distribution initiale mais nécessite l'ajustement d'un paramètre.

En revanche, le modèle semi-topologique est celui qui possède le moins d'écart (histogrammes bleus) avec le modèle en champs complets. En effet, en fonction de la distribution initiale, l'écart relatif est compris entre 7 % et 15 % dans notre exemple. Le modèle est donc capable de simuler des cinétiques de croissance de grain très similaires à celles d'un modèle en champs complets sans ajout d'un paramètre ajustable et sans devoir gérer une microstructure explicite. Ces résultats démontrent que la connectivité simple entre les grains introduite dans le modèle semi-topologique est suffisamment pertinente pour représenter des phénomènes qui dépendent de la topologie de la structure.

## 5.7 Conclusion

Dans ce chapitre, un nouveau modèle de recristallisation dynamique discontinue et de recristallisation post-dynamique a été présenté. Ce modèle développé à partir du celui de Montheillet *et al.* est capable de prédire avec succès les valeurs des paramètres macroscopiques tels que la taille de grain moyenne ou la contrainte d'écoulement. La principale innovation de ce modèle est l'incorporation d'une connectivité simple entre les grains permettant d'intégrer les effets topologiques de la microstructure. Cette nouvelle description topologique définit une nouvelle classe de modèles qui cumule à la fois les aspects positifs des modèles en champs moyens et champs complets. En effet, celle-ci permet : (i) de sortir du cadre déterministe des modèles en champs moyens et donc de prédire des valeurs distribuées comme la taille des grains, (ii) d'éviter de devoir gérer une microstructure explicite comme les modèles

en champs complets, ce qui permet de maintenir des temps de calculs rapides. La pertinence du modèle pour la prise en compte des phénomènes physiques liés à la topologie de la structure a été validée par comparaison avec un modèle en champs complets. Le modèle topologique est capable de prédire des cinétiques en PDRX similaires à celles du modèle en champs complets, quelle que soit la distribution initiale, et ceci sans variable ajustable, là où les modèles en champs moyens standard nécessitent l'ajustement d'un paramètre supplémentaire.

Ce modèle a été également appliqué avec succès à l'acier austénitique 304L. Les résultats issus du calcul numérique sont en accord avec les résultats expérimentaux pour l'ensemble des conditions expérimentales étudiées (température et vitesse de déformation). Ainsi le modèle prédit correctement les observations expérimentales des évolutions de la contrainte d'écoulement et de la taille de grain moyenne en fonction de la déformation ainsi que les distributions de taille de grains. Ces distributions cohérentes permettent également au modèle topologique de prédire avec précision les mécanismes de la PDRX qui dépendent de la structure initiale issue de la DDRX. Un couplage direct des modèles DDRX et PDRX est donc possible dans le cas du modèle topologique ce qui permet de modéliser des procédés multipasses comme le forgeage à chaud. La principale limitation du modèle concerne le suivi fin des données expérimentales au régime transitoire. Cette limitation est une conséquence de la forme actuelle de la loi de germination, qui ne prend pas en compte l'ensemble des phénomènes physiques, car celle-ci a été élaborée pour le régime stationnaire. Une première solution a été proposée qui consiste à introduire un paramètre de germination dépendant de la déformation. Les résultats montrent que cette approche permet de corriger de façon efficace le modèle mais reste une solution temporaire du fait de son caractère simpliste. L'amélioration de la loi de germination constitue sans aucun doute l'axe de développement à venir du modèle.

# Conclusion générale

La sûreté des installations nucléaires est garantie, entre autres, par des mesures de contrôle tout au long du processus de fabrication des pièces du circuit primaire, dont la plupart sont élaborées par forgeage à chaud. L'absence de défauts de taille supérieure à celle définie par la réglementation est vérifiée, en partie, par un contrôle non destructif aux ultrasons. Les spécificités de cette méthode imposent que la taille des grains soit négligeable devant la longueur d'onde des ultrasons utilisés afin de limiter le bruit de mesure.

Lors du forgeage à chaud des aciers inoxydables austénitiques, tel que l'acier 304L, les évolutions de la microstructure sont sous contrôle, d'une part, de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) lors des phases de déformation et d'autre part, de la recristallisation post-dynamique (PDRX) lors des phases de maintien en température et de réchauffage. L'étude bibliographique présentée dans le chapitre 1 a montré que les cinétiques de la plupart des mécanismes physiques qui interviennent lors de la recristallisation peuvent dépendre des conditions de déformation et de la composition chimique du matériau.

À ce titre, l'objectif des travaux menés au cours de cette thèse était de comprendre les mécanismes physiques impliqués dans les transformations microstructurales en fonction des conditions de déformation rencontrées lors du forgeage à chaud de l'acier 304L. L'influence d'un ajout de niobium sur ces mécanismes a également été étudiée à l'aide de matériaux modèles contenant différentes teneurs en niobium. Enfin, un modèle de ces mécanismes a été développé, celui-ci est capable sur des bases physiques de prévoir, entre autres, les caractéristiques de la microstructure (moyenne et distribution) à l'issue d'un procédé multipasses.

Les résultats de ce travail peuvent se résumer en deux parties. La première concerne la caractérisation expérimentale du comportement de l'acier 304L en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la teneur en niobium. La seconde partie est dédiée à la modélisation de la DDRX et de la PDRX.

## Résultats expérimentaux :

Dans le chapitre 2, les techniques de caractérisation et les outils d'analyse utilisés

ont été spécifiés. Les conditions de déformation du procédé de forgeage à chaud ont été reproduites à l'aide de l'essai de torsion. Cet essai a été privilégié à l'essai de compression, dont le chemin de déformation est plus proche du procédé de forgeage, car il permet de déformer suffisamment le matériau pour atteindre le régime stationnaire. Pour l'étude de la DDRX, ces essais ont été réalisés sur l'ensemble des nuances modèles pour des températures allant de 950 °C à 1150 °C et pour des vitesses de déformation allant de 0,003 s<sup>-1</sup> à 0,1 s<sup>-1</sup>, ce qui permet de quadriller les conditions de déformation rencontrées dans la gamme de forgeage étudiée. L'étude de la PDRX s'est focalisée, quant à elle, sur les effets de deux variables. Le premier paramètre est l'influence de la déformation ( $\varepsilon=0,3$  ou  $\varepsilon=1,5$ ) qui détermine l'état initial de la microstructure au début du maintien. Le second paramètre concerne l'influence de la teneur en niobium (< 5 ppm, 500 ppm et 1500 ppm) après une déformation de 1,5. Pour l'ensemble de ces essais, chaque éprouvette a été préalablement déformée dans les conditions moyennes de la gamme de forgeage (1050 °C – 0,01 s<sup>-1</sup>).

Les principaux résultats expérimentaux sur l'étude de la recristallisation sont les suivants :

- **effet des conditions de déformation sur la DDRX** : Comme attendu, une microstructure plus fine et plus homogène est obtenue aux températures basses et aux grandes vitesses de déformation. Cependant ce type de structure n'est atteinte qu'après une déformation plus grande du matériau. En effet, la mobilité des joints de grains et des dislocations varient avec la température et la vitesse de déformation. Cela se traduit, quand la température augmente ou la vitesse de déformation diminue, par : (i) une diminution des contraintes d'écoulement maximales et stationnaires car l'écroutissage global du matériau est d'avantage contrebalancé par les mécanismes de restauration dynamique thermiquement activés; (ii) la formation des premiers germes pour des déformations plus petites et (iii) une croissance facilitée des germes vers une taille de grain stationnaire plus grande.
- **effet de la teneur en niobium** : Les essais de torsion sur les alliages modèles ont montré que, contrairement aux résultats escomptés, l'effet d'un ajout de niobium sur les mécanismes de la DDRX reste peu significatif dans les conditions de déformation étudiées. En effet, pour une teneur proche de celle des alliages industriels, c'est-à-dire pour un ajout de 500 ppm de niobium, l'augmentation moyenne de la contrainte stationnaire n'est que de 3 %. De même, la diminution de la taille de grain moyenne observée n'est que 6 % par rapport à la nuance sans niobium. Seul un ajout dans des proportions bien supérieures (1500 ppm et 3000 ppm) permet d'obtenir une augmentation de la contrainte et une diminution de la taille grain moyenne proche de 10 % sur l'ensemble des conditions expérimentales. À l'inverse, les recuits réalisés sur les alliages

## Conclusion générale

---

modèles ont montré que le niobium influence significativement les mécanismes de la PDRX. En effet, un ajout de 1500 ppm de niobium conduit à un ralentissement conséquent de la cinétique des mécanismes de recristallisation post-dynamique et de croissance de grain. Ce ralentissement est une conséquence de la diminution de la mobilité des joints de grains induite par le traînage des atomes de niobium en solution solide. Ce mécanisme est privilégié à l'épinglage de Zener car d'une part, les simulations réalisées sur Thermocalc ne prévoient pas la formation de carbure de niobium dans ces conditions et d'autre part, ce mécanisme est à même d'expliquer les différences de comportement observées entre la DDRX et la PDRX.

- **effet du taux de déformation en PDRX** : La déformation réalisée préalablement au maintien détermine l'état de la microstructure, ce qui oriente les mécanismes de la PDRX. En effet, lorsque la déformation est grande, le matériau se trouve dans un état de recristallisation déjà avancé; et l'écrouissage de la microstructure résultante est fortement hétérogène (grains plus ou moins écrouis et germes). Dans ce cas, la croissance des germes au détriment des autres grains écrouis est immédiate, un état entièrement recristallisé est donc atteint rapidement. À l'inverse, lorsque la déformation est faible, les grains du système sont écrouis de manière plutôt homogène. Un réarrangement des dislocations est alors nécessaire pour permettre la formation de nouveaux germes. La croissance des grains intervient ainsi après un temps d'incubation.

## Modélisation :

Les modèles capables de reproduire les mécanismes de la DDRX et de la PDRX lors d'un procédé de déformation à chaud constituent un outil de choix pour l'industrie. En effet, ces modèles viennent en complément, voire en remplacement, des campagnes expérimentales pour l'optimisation des procédés industriels. De nombreux modèles de recristallisation ont été développés aux cours de ces dernières années dont une partie est présentée dans le chapitre 4. Ces modèles se divisent en plusieurs catégories selon le niveau de description physique qu'ils proposent. Parmi ces catégories, les modèles en champs moyens sont particulièrement intéressants pour une utilisation à l'échelle industrielle car ils offrent une description locale des phénomènes physiques, mais sans devoir gérer explicitement la microstructure, ce qui permet de maintenir des temps de calculs rapides. Cependant, ces modèles ne parviennent pas à prédire correctement des valeurs distribuées comme la distribution de la taille des grains. Cette limitation est une conséquence structurelle de l'hypothèse en champs moyens et provient de la nature déterministe de l'équation de migration des joints de grains. Le chapitre 5 a présenté un nouveau type de modèle de recristal-

lisation, dénommé semi-topologique, et développé à partir d'un modèle en champs moyens mais de manière à intégrer simplement l'essentiel des effets topologiques.

Les principaux résultats du modèle semi-topologique de recristallisation dynamique et post-dynamique sont les suivants :

- **distributions de la taille des grains** : La principale innovation du modèle semi-topologique réside dans l'incorporation d'une connectivité simple entre les grains. Chaque grain n'interagit donc plus avec une matrice homogène équivalente mais avec son grain voisin. La croissance d'un grain ne dépend donc plus de la différence de densité de dislocations entre le grain et la matrice homogène mais de celle avec son voisin permanent. L'évolution au cours du temps de la taille des grains du système diffère d'un grain à l'autre à l'inverse de ce qui se passe dans un modèle en champs moyens standard. De plus, la croissance en DDRX n'est plus bornée par une taille de grain maximale identique pour tous les grains. Cette innovation permet au modèle semi-topologique de prédire des distributions de la taille des grains cohérentes avec les résultats expérimentaux, et ce, sans ajout de paramètres ajustables.
- **enchaînement des modèles de DDRX et de PDRX** : La distribution initiale de la taille de grain influence la cinétique des mécanismes de la PDRX. En effet, l'inversion nécessaire de la distribution non réaliste, obtenue dans les modèles en champs moyens standard, provoque un retard dans la croissance de la taille de grain moyenne, ce qui n'est pas observé avec le modèle semi-topologique. De plus, il a été montré que des relations particulières s'établissent entre les grains à l'issue du calcul de DDRX et que celles-ci influencent également la cinétique de la PDRX. Le modèle semi-topologique permet donc un suivi plus fin des mécanismes de la PDRX et autorise un enchaînement direct des modèles de DDRX et de PDRX ce qui est une condition nécessaire à la modélisation d'un procédé multipasses.
- **représentation plus réaliste de la physique** : La comparaison avec un modèle en champs complets a montré que le modèle semi-topologique est capable de simuler des cinétiques de croissance de grain très similaires à celles prédites par un modèle prenant un compte une description explicite de la microstructure. Ces résultats ne dépendent pas de la forme de la distribution initiale de la taille des grains et sont obtenus sans l'ajout d'un paramètre ajustable [110] ou sans avoir à modifier empiriquement la définition de la mobilité, à l'inverse des autres modèles en champs moyens. La connectivité introduite entre les grains dans le modèle semi-topologique permet donc de représenter des phénomènes physiques qui dépendent de la topologie de la structure.
- **cohérence avec les résultats expérimentaux** : Le modèle a été appliqué avec succès à l'acier 304L et est capable de prévoir correctement les contraintes

d'écoulement et les évolutions de la taille de grain moyenne en fonction de la température, de la vitesse de déformation et indépendamment de la taille de grain initiale. De plus, comme le modèle semi-topologique est basé sur un modèle en champs moyens stationnaire analytique [60], les relations, qui permettent de déterminer facilement les paramètres matériaux de ce modèle, offrent une première approximation des valeurs respectives de la mobilité et du paramètre de germination pour chaque condition expérimentale.

## Perspectives

Les résultats présentés dans ce manuscrit ainsi que les discussions abordées permettent d'envisager plusieurs perspectives pour approfondir, d'une part, l'interprétation physique de certains phénomènes et pour améliorer, d'autre part, la précision des modèles ainsi que leur intégration dans un processus industriel :

- **effet du niobium en PDRX, traînage des solutés ou épinglage de Zener** : Il serait intéressant d'évaluer la contribution de l'épinglage de Zener des carbures de niobium sur les mécanismes de la recristallisation [114]. En effet, les conditions de déformation étudiées dans ce projet ont permis d'isoler l'effet des atomes en solution solide. Cependant, pour les températures les plus basses de gamme de forgeage, les simulations thermodynamiques prévoient la formation de carbures. Les deux mécanismes peuvent donc opérer de conserve dans le matériau ou en compétition en fonction des proportions de carbone et de niobium. En effet la précipitation devenue grossière capte une grande partie du niobium qui ne se trouve plus en solution solide et ne peut donc plus ralentir la migration des joints de grains.
- **influence des autres éléments d'addition** : Les matériaux modèles permettent d'étudier avec précision les effets séparés ou synergiques des éléments d'additions. Ce travail s'est focalisé sur les effets d'un ajout de niobium sur les mécanismes de la DDRX et de la PDRX. Or les alliages industriels possèdent de nombreux éléments d'additions susceptibles d'affecter les mécanismes de la recristallisation. Ainsi on peut envisager que l'étude des effets du carbone ou de l'azote en solution solide, ainsi que des carbonitrures de niobium ou d'un ajout de molybdène serait particulièrement pertinente dans le cas de notre problématique.
- **amélioration de la loi de germination** : L'incorporation d'une connectivité entre les grains permet aux modèles en champs moyens de prédire aussi bien les valeurs distribuées que les grandeurs macroscopiques tels que la contrainte d'écoulement ou la taille de grain moyenne au régime stationnaire. Le suivi fin de ces paramètres au régime transitoire constitue maintenant la prochaine



étape de développement de ces modèles. Il a été identifié que l'amélioration des lois de germination actuelles reste nécessaire pour y parvenir. En effet, les évolutions des taux de germination empiriques au cours de la déformation suggèrent que la germination dépend de plusieurs mécanismes physiques qui opèrent successivement de manière prépondérante, comme par exemple, la germination par maclage.

- **couplage des modèles de DDRX et de CDRX** : Le développement d'un modèle qui fédère les recristallisations dynamiques discontinue et continue serait intéressant [115]. En effet de nombreux mécanismes sont communs aux deux types de recristallisation et certains matériaux, tel que le cuivre, possèdent un comportement intermédiaire. La transition entre ces deux mécanismes imposerait d'inclure l'énergie de défaut d'empilement comme paramètre.
- **rapprochement entre les modèles en champs moyens et en champs complets** : La description explicite de la microstructure proposée par les modèles en champs complets permet d'étudier très localement les phénomènes physiques de la DDRX et de la PDRX. Ces modèles pourraient donc constituer un substitut pertinent à l'expérience pour l'étude de la germination ou des effets des éléments d'additions sur la mobilité des joints de grains. Ces résultats permettraient d'établir des lois globales facilement implémentables dans les modèles en champs moyens.
- **application industrielle** : Les dimensions des procédés industriels (lingots de plusieurs tonnes) nécessitent de devoir simuler la recristallisation sur des très grands systèmes pour lesquels les gradients thermiques et de déformation sont importants. La taille des VER actuels permet de supposer que les conditions de déformation sont homogènes sur l'ensemble du VER. Cependant, il faut calculer la recristallisation pour chaque condition, ce qui représente un nombre de calcul important. Pour y parvenir, il est nécessaire de réduire au maximum les temps de calcul en optimisant l'algorithme actuel. Cet aspect est indispensable pour envisager une implémentation dans un code de calcul éléments finis de type FORGE.

# Annexe A

Pour rappel dans la géométrie d'un éprouvette cylindrique, les expressions de la déformation et de la vitesse de déformation sont respectivement égales à :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{Nr}{L} \quad (1)$$

et

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{\dot{N}r}{L} \quad (2)$$

Si  $\tau_0(r) = \sigma_{\theta_z}(r)$  désigne la cission au rayon  $r$  ( $0 \leq r \leq R$ ) et  $\tau_R = \tau(R)$  la cission à la périphérie, le couple de torsion  $\Gamma$  est donné par l'intégrale :

$$\Gamma = \int_0^R \tau(r) 2\pi r^2 dr \quad (3)$$

L'équation 3 peut s'intégrer par parties :

$$\Gamma = \frac{2\pi R^3}{3} \tau_R - \frac{2\pi}{3} \int_0^R \frac{d\tau}{dr} r^3 dr \quad (4)$$

Si le comportement du matériau est régi par le critère de von Mises,  $\tau$  se déduit de la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  par la relation  $\tau = \sigma_0/\sqrt{3}$ , où la contrainte d'écoulement  $\sigma_0$  est une fonction (à priori quelconque) de la déformation équivalente  $\bar{\varepsilon}$  et de la vitesse de déformation équivalente  $\dot{\bar{\varepsilon}}$ . Ainsi la cission ne dépend, elle-même, que de  $\bar{\varepsilon}$  et de  $\dot{\bar{\varepsilon}}$  :

$$\frac{d\tau}{dr} = \frac{\partial\tau}{\partial\bar{\varepsilon}} \frac{\partial\bar{\varepsilon}}{dr} + \frac{\partial\tau}{\partial\dot{\bar{\varepsilon}}} \frac{\partial\dot{\bar{\varepsilon}}}{dr} \quad (5)$$

Ainsi :

$$\frac{d\tau}{dr} = \frac{2\pi}{\sqrt{3}L} \left( N \frac{\partial\tau}{\partial\bar{\varepsilon}} + \dot{N} \frac{\partial\tau}{\partial\dot{\bar{\varepsilon}}} \right) \quad (6)$$

La relation 4 devient donc :

$$\Gamma = \frac{2\pi R^3}{3} \tau_R - \frac{2\pi}{3} \frac{2\pi}{\sqrt{3}L} \int_0^R r^3 \left( N \frac{\partial\tau}{\partial\bar{\varepsilon}} + \dot{N} \frac{\partial\tau}{\partial\dot{\bar{\varepsilon}}} \right) dr \quad (7)$$

En dérivant la relation 3, on obtient :

$$\frac{\partial \Gamma}{\partial N} = 2\pi \int_0^R r^2 \frac{\partial \tau}{\partial \bar{\varepsilon}} \frac{\partial \bar{\varepsilon}}{\partial N} dr = 2\pi \int_0^R \frac{2\pi r^3}{\sqrt{3}L} \frac{\partial \tau}{\partial \bar{\varepsilon}} dr \quad (8)$$

$$\frac{\partial \Gamma}{\partial \dot{N}} = 2\pi \int_0^R \frac{2\pi r^3}{\sqrt{3}L} \frac{\partial \tau}{\partial \bar{\varepsilon}} dr \quad (9)$$

En reportant les expressions précédentes dans l'équation 7 :

$$\Gamma = \frac{2\pi R^3}{3} \tau_R - \frac{1}{3} \left( N \frac{\partial \Gamma}{\partial N} + \dot{N} \frac{\partial \Gamma}{\partial \dot{N}} \right) \quad (10)$$

En posant :

$$\tilde{m} = \frac{\dot{N}}{\Gamma} \frac{\partial \Gamma}{\partial \dot{N}} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \quad (11)$$

$$\tilde{n} = \frac{N}{\Gamma} \frac{\partial \Gamma}{\partial N} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \quad (12)$$

On en remplaçant  $\tau_R = \sigma_0/\sqrt{3}$  dans l'équation 10, on retrouve l'expression de la relation de Fields et Backofen :

$$\sigma_0(R) = \frac{\sqrt{3}}{2\pi R^3} \Gamma (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \quad (13)$$

# Annexe B

Le tableau 1 présente les paramètres du modèle de semi-topologique de DDRX en fonction des conditions de déformation. Ces paramètres sont utilisés pour les simulations dont les résultats sont présentés sur les figures 5.2, 5.3, 5.4, 5.5 et 5.6.

**Tableau 1** – Paramètres du modèle semi-topologique.

Température	Vitesse de déformation	$M\tau$ ( $\mu m^3 s^{-1}$ )	$k_n$ ( $\mu m^4 s^{-1}$ )	$\nu$	$H$ ( $\mu m^{-2}$ )
950 °C	0,01 s <sup>-1</sup>	0,024	$5,05 \times 10^{-9}$	1,81	83,22
1050 °C	0,1 s <sup>-1</sup>	0,22	$8,00 \times 10^{-8}$	1,47	94,24
	0,01 s <sup>-1</sup>	0,06	$7,00 \times 10^{-8}$	1,18	50,87
	0,003 s <sup>-1</sup>	0,014	$3,00 \times 10^{-8}$	1,92	30,49
1150 °C	0,01 s <sup>-1</sup>	0,1	$1,50 \times 10^{-7}$	2,14	22,2



# Bibliographie

- [1] F. MONTHEILLET : Métallurgie en mise en forme à chaud. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : M3031), 2009.
- [2] J. B. RAMBAUD : Forgeage libre de l'acier. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : M620), 1988.
- [3] A. AUTHIER : Cristallographie géométrique. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : A1305), 1993.
- [4] G. MURRY : Transformations dans les aciers. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : M1115), 1998.
- [5] B. THOMAS et J. H. SCHMITT : Durcissement des aciers : Mécanismes. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : M4340), 2002.
- [6] P. J. CUNAT : Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : M4540), 2000.
- [7] P. LACOMBE, B. BAROUX et G. BERANGER : *Les aciers inoxydables*. 1990.
- [8] D. R. HARRIES : Physical metallurgy of Fe-Cr-Ni austenitic steels. *Int. Conf. on Mechanical behaviour and nuclear applications of stainless steel at elevated temperatures*, 1982.
- [9] K. C. MILLS : *Recommended values of thermophysical properties for selected commercial alloys*. Woodhead Publishing, 2002.
- [10] J. A. SPITZNAGEL et R. STICKLER : Correlation between precipitation reactions and bulk density changes in type 18-12 austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions*, 5(6):1363–1371, 1974.
- [11] H. J. FROST et M. F. ASHBY : Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics. 1982.
- [12] ASM : *Materials and process engineering bookshelf: selection of stainless steels*. 1982.
- [13] W. T. READ : *Les dislocations dans les cristaux*. 1957.
- [14] F. C. FRANK et W. T. READ JR. : Multiplication processes for slow moving dislocations. *Physical Review*, 79(4):722–723, 1950.

- 
- [15] G. I. TAYLOR : The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I : Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 145(855):362–387, 1934.
- [16] F. J. HUMPHREYS et M. HATHERLY : *Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition*. 2004.
- [17] T. SAKAI et J. J. JONAS : Overview no. 35 dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations. *Acta Metallurgica*, 32(2):189–209, 1984.
- [18] K. LUCKE et K. DETERT : A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities. *Acta Metallurgica*, 5(11):628–637, 1957.
- [19] J. W. CAHN : The impurity-drag effect in grain boundary motion. *Acta Metallurgica*, 10(9):789–798, 1962.
- [20] M. HILLERT et B. SUNDMAN : A treatment of the solute drag on moving grain boundaries and phase interfaces in binary alloys. *Acta Metallurgica*, 24(8):731–743, 1976.
- [21] C. W. SINCLAIR, C. R. HUTCHINSON et Y. J. M. BRECHET : The effect of Nb on the recrystallization and grain growth of ultra-high-purity  $\alpha$ -Fe: A combinatorial approach. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 38(4):821–830, 2007.
- [22] C. S. SMITH et C. ZENER : Grain, phases and interfaces: an interpretation of microstructure. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 175:15–51, 1948.
- [23] J. E. BURKE et D. TURNBULL : Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics*, 3(C):220–244, IN11–IN12, 245–266, IN13–IN14, 267–274, IN15, 275–292, 1952.
- [24] J. E. BAILEY et P. B. HIRSCH : The recrystallization process in some polycrystalline metals. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 267(1328):11–30, 1962.
- [25] P. A. BECK et P. R. SPERRY : Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. *Journal of Applied Physics*, 21(2):150–152, 1950.
- [26] P. R. RIOS, F. SICILIANO JR., H. R. Z. SANDIM, R. L. PLAUT et A. F. PADILHA : Nucleation and growth during recrystallization. *Materials Research*, 8(3):225–238, 2005.
- [27] E. BRUNGER, X. WANG et G. GOTTSTEIN : Nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in austenitic steel alloy 800H. *Scripta Materialia*, 38(12):1843–1849, 1998.

## Bibliographie

---

- [28] D. PONGE et G. GOTTSTEIN : Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior. *Acta Materialia*, 46(1):69 – 80, 1998.
- [29] P. BOCHER, J. AZAR, B. L. ADAMS et J. J. JONAS : Using OIM to interpret the dynamically recrystallized texture of a low stacking fault energy FCC material. *Materials Science Forum*, 273-275:249–254, 1998.
- [30] X. WANG, E. BRUNGER et G. GOTTSTEIN : The role of twinning during dynamic recrystallization in alloy 800 H. *Scripta Materialia*, 46(12):875–880, 2002.
- [31] H. BELADI, P. CIZEK et P. D. HODGSON : Dynamic recrystallization of austenite in Ni-30 pct Fe model alloy: Microstructure and texture evolution. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 40(5):1175–1189, 2009.
- [32] S. GOURDET et F. MONTHEILLET : An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium. *Materials Science and Engineering A*, 283(1-2):274–288, 2000.
- [33] C. CHOVET : *Evolution des microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'un alliage Al-Mg-Si. Caractérisation du mécanisme de recristallisation dynamique continue*. Thèse de doctorat, École des Mines de Saint-Étienne, 2000.
- [34] H. J. MCQUEEN, J. K. SOLBERG, N. RYUM et E. NES : Evolution of flow stress in aluminium during ultra-high straining at elevated temperatures. Part II. *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, 60(4):473–485, 1989.
- [35] R. A. PETKOVIC, M. J. LUTON et J. J. JONAS : Recovery and recrystallization of carbon steel between intervals of hot working. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 14(2):137–145, 1975.
- [36] R. A. P. DJAIC et J. J. JONAS : Recrystallization of high carbon steel between intervals of high temperature deformation. *Metallurgical Transactions*, 4(2): 621–624, 1973.
- [37] Z. XU et T. SAKAI : Static recovery and recrystallization of hot-worked austenite in a carbon steel. *Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 77(3):462–469, 1991.
- [38] H. BELADI, P. CIZEK et P. D. HODGSON : The mechanism of metadynamic softening in austenite after complete dynamic recrystallization. *Scripta Materialia*, 62(4):191–194, 2010.
- [39] F. L. M. ROCH : *Acier inoxydable pour forgeage à chaud et procédé de forgeage à chaud utilisant cet acier*, btitle, 2014. WO 2014139890 A1.



- 
- [40] D. S. FIELDS et W. A. BACKOFEN : Determination of strain hardening characteristics by torsion testing. *Proceedings of ASTM*, 57:1259–1271, 1957.
- [41] P. BAQUÉ, E. FELDER, J. HYAFIL et Y. D’ESCATHA : *Mise en forme des métaux : calculs par plasticité, tome 2*. 1973.
- [42] J. P. THOMAS : *Étude expérimentale et modélisation de l’évolution microstructurale du superalliage 718 en déformation à chaud*. Thèse de doctorat, École des Mines de Saint-Étienne, 2005.
- [43] G. ROBLIN : Microscopie. *Techniques de l’ingénieur*, (ref. article : R6710), 1998.
- [44] T. BAUDIN : Analyse EBSD : Principe et cartographies d’orientations. *Techniques de l’ingénieur*, (ref. article : M4138), 2016.
- [45] S. A. SALTYKOV : Stereometric metallography. *Metallurgizdat Moscow*, 1958.
- [46] L. GAVARD : *Recristallisation dynamique d’aciers inoxydables austénitiques de haute pureté*. Thèse de doctorat, École des Mines de Saint-Étienne, 2001.
- [47] A. BELYAKOV, H. MIURA et T. SAKAI : Dynamic recrystallization under warm deformation of a 304 type austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 255(1):139–147, 1998.
- [48] P. KRATOCHVÍL, P. LUKÁČ, P. VOSTRÝ, J. PACÁK et J. TOMEŠ : Dynamic softening and static recrystallization of AISI 321 steel. *Materials Science and Technology*, 7(1):78–82, 1991.
- [49] J. OREND, F. HAGEMANN, F. B. KLOSE, B. MAAS et H. PALKOWSKI : A new unified approach for modeling recrystallization during hot rolling of steel. *Materials Science and Engineering: A*, 647:191 – 200, 2015.
- [50] M. BERNACKI, R. E. LOGÉ et T. COUPEZ : Level set framework for the finite-element modeling of recrystallization and grain growth in polycrystalline materials. *Scripta Materialia*, 64(6):525 – 528, 2011.
- [51] N. MOELANS, F. WENDLER et B. NESTLER : Comparative study of two phase-field models for grain growth. *Computational Materials Science*, 46(2):479–490, 2009.
- [52] C. MAURICE et F. J. HUMPHREYS : 2D and 3D curvature driven vertex simulations of grain growth. *Grain Growth in Polycrystalline Materials III*, pp. 81–90, 1998.
- [53] A. D. ROLLETT : Overview of modeling and simulation of recrystallization. *Progress in Materials Science*, 42(1–4):79 – 99, 1997.
- [54] A. D. ROLLETT, M. J. LUTON et D. J. SROLOVITZ : Microstructural simulation of dynamic recrystallization. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(1):43–55, 1992.

## Bibliographie

---

- [55] S. I. KIM et Y. C. YOO : Dynamic recrystallization behavior of AISI 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering*, A311(1-2):108–113, 2001.
- [56] P. URANGA, A. I. FERNANDEZ, B. LOPEZ et J. M. RODRIGUEZ-IBABE : Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite. *Materials Science and Engineering*, A345(1-2):319–327, 2003.
- [57] A. DEGHAN-MANSHADI, M. R. BARNETT et P. D. HODGSON : Hot deformation and recrystallization of austenitic stainless steel: Part I: dynamic recrystallization. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 39 A(6):1359–1370, 2008.
- [58] J. J. JONAS, X. QUELENNEC, L. JIANG et E. MARTIN : The Avrami kinetics of dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 57(9):2748–2756, 2009.
- [59] M. AVRAMI : Kinetics of phase change. Part I: General theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12):1103–1112, 1939.
- [60] F. MONTHEILLET, O. LURDOS et G. DAMAMME : A grain scale approach for modeling steady-state discontinuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 57(5):1602–1612, 2009.
- [61] U. F. KOCKS : Laws for work-hardening and low-temperature creep. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 98 Ser H(1):76–85, 1976.
- [62] R. SANDSTRÖM et R. LAGNEBORG : A model for hot working occurring by recrystallization. *Acta Metallurgica*, 23(3):387 – 398, 1975.
- [63] Y. ESTRIN et H. MECKING : A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica*, 32(1):57–70, 1984.
- [64] A. YOSHIE, H. MORIKAWA, Y. ONOE et K. ITOH : Formulation of static recrystallization of austenite in hot rolling process of steel plate. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 27(6):425–431, 1987.
- [65] Y. BERGSTRÖM : A dislocation model for the stress-strain behavior of polycrystalline Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations. *Materials Science and Engineering*, 5(4):193–200, 1970.
- [66] A. LAASRAOUI et J. J. JONAS : Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. *Metallurgical Transactions A*, 22(7):1545–1558, 1991.
- [67] F. MONTHEILLET, D. PIOT, N. MATOUGUI et M. L. FARES : A critical assessment of three usual equations for strain hardening and dynamic recovery.

- 
- Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 45(10):4324–4332, 2014.
- [68] Y. ESTRIN : Unified constitutive laws of plastic deformation - chapter 2. *Academic Press, San Diego*, pp. 69 – 106, 1996.
- [69] F. MONTHEILLET et J. J. JONAS : Models of recrystallization. *ASM Handbook*, 22A:220–231, 2009.
- [70] P. BERNARD, S. BAG, K. HUANG et R. E. LOGÉ : A two-site mean field model of discontinuous dynamic recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, 528(24):7357–7367, 2011.
- [71] O. BELTRAN, K. HUANG et R. E. LOGÉ : A mean field model of dynamic and post-dynamic recrystallization predicting kinetics, grain size and flow stress. *Computational Materials Science*, 102:293 – 303, 2015.
- [72] D. G. CRAM, H. S. ZUROB, Y. J. M. BRECHET et C. R. HUTCHINSON : Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model for nucleation. *Acta Materialia*, 57(17):5218 – 5228, 2009.
- [73] O. BOUAZIZ et P. BUSSLER : Iso-work increment assumption for heterogeneous material behaviour modelling. *Advanced Engineering Materials*, 6(1-2):79–83, 2004.
- [74] J. E. BAILEY et P. B. HIRSCH : The dislocation distribution, flow stress, and stored energy in cold-worked polycrystalline silver. *Philosophical Magazine*, 5(53):485–497, 1960.
- [75] M. R. STAKER et D. L. HOLT : The dislocation cell size and dislocation density in copper deformed at temperatures between 25 and 700°C. *Acta Metallurgica*, 20(4):569–579, 1972.
- [76] S. V. RAJ et G. M. PHARR : A compilation and analysis of data for the stress dependence of the subgrain size. *Materials Science and Engineering*, 81(C):217–237, 1986.
- [77] J. FAVRE, D. FABRÈGUE, D. PIOT, N. TANG, Y. KOIZUMI, E. MAIRE et A. CHIBA : Modeling grain boundary motion and dynamic recrystallization in pure metals. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 44(13):5861–5875, 2013.
- [78] D. TURNBULL : Theory of grain boundary migration rates. *Trans AIME*, 191:661–665, 1951.
- [79] U. F. KOCKS et H. MECKING : Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science*, 48(3):171 – 273, 2003.
- [80] D. PIOT, G. DAMAMME et F. MONTHEILLET : Mesoscopic modeling of discontinuous dynamic recrystallization: Steady-state grain size distributions. *Materials Science Forum*, 706-709:234–239, 2012.

## Bibliographie

---

- [81] F. MONTHEILLET, J. P. THOMAS et G. DAMAMME : Distribution de la taille des grains recristallisés dynamiquement dans les matériaux métalliques. *Congrès Matériaux Tours*, 2002.
- [82] S. H. CHO et Y. C. YOO : Metadynamic recrystallization of austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 36(17):4279–4284, 2001.
- [83] A. DEGHAN-MANSHADI, M. R. BARNETT et P. D. HODGSON : Recrystallization in AISI 304 austenitic stainless steel during and after hot deformation. *Materials Science and Engineering A*, 485(1-2):664–672, 2008.
- [84] F. MONTHEILLET, D. PIOT et G. DAMAMME : Modeling of the thermomechanical processing of superalloys. *UTC subcontract 08-S587-002-C1*, 2009.
- [85] G. SMAGGHE, D. PIOT, F. MONTHEILLET, G. PERRIN, A. MONTOUCHET et G. KERMOUCHE : The issue of grain size distribution using mean field models for dynamic and post-dynamic recrystallization. *Materials Science Forum*, 879:1794–1799, 2017.
- [86] C. KRILL et L.-Q. CHEN : Computer simulation of 3D grain growth using a phase-field model. *Acta materialia*, 50(12):3059–3075, 2002.
- [87] R. KAMACHALI et I. STEINBACH : 3D phase-field simulation of grain growth: topological analysis versus mean-field approximations. *Acta Materialia*, 60(6): 2719–2728, 2012.
- [88] H. W. HESSELBARTH et I. R. GÖBEL : Simulation of recrystallization by cellular automata. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(9):2135–2143, 1991.
- [89] K. G. F. JANSSENS : Random grid, three-dimensional, space-time coupled cellular automata for the simulation of recrystallization and grain growth. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 11(2):157, 2003.
- [90] Y. LIU, T. BAUDIN et R. PENELLE : Simulation of normal grain growth by cellular automata. *Scripta Materialia*, 34(11):1679–1683, 1996.
- [91] A. D. ROLLETT et D. RAABE : A hybrid model for mesoscopic simulation of recrystallization. *Computational Materials Science*, 21(1):69–78, 2001.
- [92] K. PIEKOS, J. TARASIUK, K. WIERZBANOWSKI et B. BACROIX : Generalized vertex model of recrystallization : Application to polycrystalline copper. *Computational materials science*, 42(4):584–594, 2008.
- [93] L. A. BARRALES MORA : 2D vertex modeling for the simulation of grain growth and related phenomena. *Mathematics and Computers in Simulation*, 80(7):1411–1427, 2010.
- [94] H. HALLBERG : Influence of anisotropic grain boundary properties on the evolution of grain boundary character distribution during grain growth—a 2D

- level set study. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 22(8):085005, 2014.
- [95] C. MIESSEN, M. LIESENJOHANN, L. BARRALES-MORA, L. SHVINDLERMAN et G. GOTTSTEIN : An advanced level set approach to grain growth—accounting for grain boundary anisotropy and finite triple junction mobility. *Acta Materialia*, 99:39–48, 2015.
- [96] M. ELSEY, S. ESEDOGLU et P. SMEREKA : Diffusion generated motion for grain growth in two and three dimensions. *Journal of Computational Physics*, 228(21):8015 – 8033, 2009.
- [97] K. HITTI, P. LAURE, T. COUPEZ, L. SILVA et M. BERNACKI : Precise generation of complex statistical representative volume elements (RVEs) in a finite element context. *Computational Materials Science*, 61:224 – 238, 2012.
- [98] A. D. ROLLET, D. SAYLOR, J. FRID, B. S. EL-DASHER, A. BARHME, C. LEE, S B. Cornwell et R. NOACK : Modelling polycrystalline microstructures in 3D. *Proc. Conf. Numiform, Columbus*, pp. 71 – 77, 2004.
- [99] M. BERNACKI, Y. CHASTEL, T. COUPEZ et R. E. LOGÉ : Level set framework for the numerical modelling of primary recrystallization in polycrystalline materials. *Scripta Materialia*, 58(12):1129 – 1132, 2008.
- [100] M. KUBALE : *Graph Colorings*, vol. 352. 2004.
- [101] B. SCHOLTES, R. BOULAIS-SINOÛ, A. SETTEFRATI, D. P. MUÑOZ, I. POITRAULT, A. MONTOUCHET, N. BOZZOLO et M. BERNACKI : 3D level set modeling of static recrystallization considering stored energy fields. *Computational Materials Science*, 122:57 – 71, 2016.
- [102] F. HAESSNER : *Recrystallization of Metallic Materials*. 1978.
- [103] C. GHOSH, V. V. BASABE et J. J. JONAS : Determination of the critical strains for the initiation of dynamic transformation and dynamic recrystallization in four steels of increasing carbon contents. *Steel Research International*, 84(5): 490–494, 2013.
- [104] D. CRAM, X. FANG, H. ZUROB, Y. BRÉCHET et C. HUTCHINSON : The effect of solute on discontinuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 60(18):6390–6404, 2012.
- [105] E. I. POLIAK et J. J. JONAS : A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 44(1):127 – 136, 1996.
- [106] P. R. RIOS, T. G. DALPIAN, V. S. BRANDÃO, J. A. CASTRO et A. C. L. OLIVEIRA : Comparison of analytical grain size distributions with three-dimensional computer simulations and experimental data. *Scripta Materialia*, 54(9):1633 – 1637, 2006.

## Bibliographie

---

- [107] Y. SUWA, Y. SAITO et H. ONODERA : Parallel computer simulation of three-dimensional grain growth using the Multi-Phase-Field model. *Materials Transactions*, 49(4):704–709, 2008.
- [108] R. D. KAMACHALI et I. STEINBACH : 3-D phase-field simulation of grain growth: Topological analysis versus mean-field approximations. 60(6–7):2719 – 2728, 2012.
- [109] A. L. CRUZ-FABIANO, R. E. LOGÉ et M. BERNACKI : Assessment of simplified 2D grain growth models from numerical experiments based on a level set framework. *Computational Materials Science*, 92:305–312, 2014.
- [110] L. MAIRE, B. SCHOLTES, C. MOUSSA, N. BOZZOLO, D. PINO MUÑOZ et M. BERNACKI : Improvement of 3D mean field models for capillarity-driven grain growth based on full field simulations. *Journal of Materials Science*, 51(24):10970–10981, 2016.
- [111] M. HILLERT : On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta Metallurgica*, 13(3):227 – 238, 1965.
- [112] I. M. LIFSHITZ et V. V. SLYOZOV : The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19(1):35 – 50, 1961.
- [113] C. WAGNER : Theorie der alterung von niederschlägen durch umlösen (ostwald-reifung). *Elektrochem*, 65:581, 1961.
- [114] C. R. HUTCHINSON, H. S. ZUROB, C. W. SINCLAIR et Y. J. M. BRECHET : The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels. *Scripta Materialia*, 59(6):635–637, 2008.
- [115] C. CASTAN : *Étude de la recristallisation au cours du laminage à chaud d’aciers à basse densité fer-aluminium*. Thèse de doctorat, École des Mines de Saint-Étienne, 2011.



NNT : 2017LYSEM003

Guillaume SMAGGHE

## Modeling of recrystallization during hot forging process of 304L stainless steel - A topological approach for mean-field models

Speciality : Material Science and Engineering

Keywords : Discontinuous dynamic and post-dynamic recrystallization, 304L austenitic stainless steel, Effect of niobium, Mean-field modeling, Hot forging process.

Abstract :

Cooling system of nuclear power plants is constituted of metallic parts obtained by hot forging. Thus during the manufacturing process, the microstructural transformations induced by the deformation and annealing process define partially the mechanical properties of the final products. A sharp knowledge of the physical mechanisms generated within the material is required to handle the microstructure. In the case of hot deformation of 304L austenitic stainless steel, the microstructural modifications depend on the discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) and the post-dynamic recrystallization (PDRX).

The aim of this project is: (i) the study of the DDRX and the PDRX under the conditions of deformation inherent in the forging process, (ii) the study of the influence of niobium addition on these mechanisms, (iii) the modeling of these mechanisms in order to predict the microstructure characteristics (mean grain size and distribution) following a multipass process.

As part of the research, the deformation conditions experienced during the hot forging process are replicated through torsion tests with model materials containing various niobium concentrations. Characterization and modeling of microstructures enable to understand the respective effects of temperature, strain rate as well as niobium addition on the DDRX and PDRX mechanisms. In this study, a new topological approach of mean-field hypothesis is developed in order to allow the prediction of realistic grain size distributions.



NNT : 2017LYSEM003

Guillaume SMAGGHE

## Modélisation de la recristallisation lors du forgeage à chaud de l'acier 304L – Une approche semi-topologique pour les modèles en champs moyens

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

Mots clefs : Recristallisation dynamique discontinue et post-dynamique, Acier austénitique inoxydable 304L, Effet du niobium, Modélisation en champs moyens, Forgeage à chaud.

Résumé :

Les pièces métalliques constituant le circuit primaire des installations nucléaires sont élaborées par forgeage à chaud. Pendant ce procédé, les transformations microstructurales induites par la déformation et les recuits déterminent une partie des propriétés mécaniques des produits finaux. L'orientation de la microstructure lors du processus de fabrication nécessite une connaissance précise des mécanismes physiques qui opèrent dans le matériau. Dans le cas de la déformation à chaud de l'acier austénitique 304L, ces modifications microstructurales dépendent de la recristallisation dynamique discontinue (DDRX) et de la recristallisation post-dynamique (PDRX).

L'objet de ce projet est : (i) l'étude de la DDRX et de la PDRX dans les conditions de déformation du procédé de forgeage, (ii) l'étude de l'influence d'un ajout de niobium sur ces mécanismes, (iii) la modélisation de ces mécanismes afin de prédire les caractéristiques de la microstructure (moyenne et distribution de la taille des grains) à l'issue d'un procédé multipasses.

Dans le cadre de l'étude, les conditions de déformation rencontrées lors du forgeage à chaud sont reproduites à l'aide d'essais de torsion sur des matériaux modèles contenant des teneurs en niobium différentes. La caractérisation et la modélisation des microstructures a permis de comprendre les effets respectifs de la température, de la vitesse de déformation ainsi que de l'ajout de niobium sur les mécanismes de la DDRX et de la PDRX. Dans cette étude, une nouvelle approche semi-topologique de l'hypothèse champs moyens est développée afin de permettre la prédiction de distributions de la taille de grain cohérentes avec les données expérimentales.