

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITÉ FRÈRES MENTOURI CONSTANTINE 1  
FACULTÉ DES SCIENCES EXACTES  
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE**

*N° d'ordre :49/D3C/2022*

*Série :02/Phy/2022*

**THÈSE PRÉSENTÉE POUR OBTENIR LE DIPLÔME DE DOCTORAT  
3<sup>ème</sup> CYCLE EN PHYSIQUE**

**SPÉCIALITÉ : SCIENCES DES MATÉRIAUX**

**THÈME**

**Contribution à la modélisation  
de la recristallisation primaire des aciers IF.  
Etude expérimentale et simulation**

*Par :*

**RAMOUL Meriem**

Soutenue le :    /    / 2022

*Devant le jury :*

<b>Président :</b>	ROUSTILA Atika	Prof.	Université Frères Mentouri Constantine 1.
<b>Rapporteur :</b>	AYAD Abdelhak	M.C.A	Université Salah Boubnider Constantine 3.
<b>Examineurs :</b>	BOUMAIZA Ahcène	Prof.	Université Mohamed Seddik Benyahia Jijel.
	MAAZI Nouredine	Prof.	Université Frères Mentouri Constantine 1.
	BELAMRI Zehira	M.C.A	Université Frères Mentouri Constantine 1.

# Remerciements

*Le travail présenté ici s'est déroulé au Laboratoire de Microstructures et Défauts dans les Matériaux (LMDM) de l'Université Frères Mentouri Constantine 1 sous la direction du Dr. Abdelhak AYAD, Il a été mené en étroite collaboration avec le laboratoire de Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), de l'Université de Lorraine (Metz), Je tiens à lui exprimer toute ma profonde gratitude de m'avoir encadrée, de me diriger et d'avoir été disponible pour satisfaire ma curiosité.*

*Je le remercie pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons eues, son esprit critique et surtout sa patience, m'ont largement aidé à réaliser ce travail.*

*Je remercie les responsables du LEM3 de m'avoir accueilli dans leur laboratoire, en particulier Pr Francis WAGNER, grâce à ses compétences, sa disponibilité et ses conseils avisés, il m'a permis de réaliser ce travail dans les meilleures conditions.*

*Je remercie chaleureusement et plus particulièrement Pr. Nadjat ROUAG d'avoir initié ce travail. Je lui dis merci pour sa compétence, ses encouragements, ses remarques, ses conseils et les nombreuses discussions fructueuses qui sont la cause de mon choix de ce domaine.*

*Je remercie Pr ROUSTILA Atika pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant de présider mon jury de thèse. J'adresse mes sincères remerciements aux examinateurs de cette thèse : Mr BOUMAIZA Ahcène Professeur à l'université Mohamed Seddik Benyahia Jijel, Mr MAAZI Nouredine professeur à l'université F. M. Constantine1 et Mme BELAMRI Zehira Maître de Conférences à l'université F. M. de Constantine1*

*Mes sincères remerciements vont également à l'ensemble des membres du laboratoire (LMDM) : à Pr. A. Roustila, Pr N. Keghouche et Pr. B. Lezzar, pour le dévouement et la disponibilité avec lesquels ils m'ont suivi le long de ce travail. Cette disponibilité m'a permis de bénéficier pleinement de leurs connaissances, de leur rigueur et de leur gentillesse. Qu'ils soient assurés de toute ma reconnaissance.*

*La très bonne ambiance générale au sein du LMDM a beaucoup contribué au plaisir que j'ai eu à faire ce travail, et je tiens à en remercier tous mes collègues sans exceptions.*

*Ainsi, mes remerciements les plus sincères vont à mes chers parents, mon frère, ma sœur, mon mari et ma petite princesse Ilyne pour leurs soutiens et encouragements.*

*Enfin, j'adresse mes remerciements à tous ceux qui ont participé de loin ou de près à l'élaboration de ce travail.*

# **Introduction générale**

L'étude de l'évolution de la microstructure des matériaux polycristallins est très importante dans le domaine des sciences des matériaux. Le terme microstructure recouvre un grand nombre de paramètres ; la taille et la forme des grains, la distribution du type des joints de grains, la répartition des phases en présence et les orientations préférentielles des grains ou texture cristallographique.

Les propriétés mécaniques des tôles d'aciers IF (Interstitial Free) qui sont très répandues dans l'industrie automobile, dépendent en grande partie des textures cristallographiques qui se développent lors du recuit de recristallisation. La recristallisation primaire constitue l'une des transformations structurales les plus importantes sur le plan technologique et scientifique, notamment pour l'amélioration de la qualité métallurgique des tôles laminées. Elle comporte deux stades : la germination et la croissance des germes (ou grains recristallisés) jusqu'à la consommation de toute la matrice déformée.

La simulation occupe, aujourd'hui, une place importante que la théorie et l'expérience. Elle permet de tester la validité des approximations théoriques et de proposer des mécanismes qui permettent de reproduire et d'améliorer les évolutions expérimentales. Parmi les techniques utilisées pour simuler la recristallisation primaire, la technique de Monte Carlo. Cette technique est une adaptation d'un modèle classique utilisé en physique statistique, connu sous le nom du modèle de Potts. Elle possède un caractère purement statistique où l'évolution d'un système est basée sur le principe de minimisation de l'énergie globale. En recristallisation, des lois énergétiques sont définies pour gouverner la migration des joints de grains et le passage d'une configuration à un autre est lié à des probabilités de transition. La simulation de ce processus se fait classiquement à partir d'une microstructure synthétique construite numériquement par ordinateur.

Le travail de cette thèse constitue une contribution dans la compréhension et la modélisation des mécanismes physiques gérant les changements de texture cristallographique au cours de la recristallisation primaire d'aciers IF destinés à la mise en forme par emboutissage. Il s'agit d'abord de pouvoir identifier les caractéristiques qui permettent une meilleure compréhension des mécanismes fondamentaux, qui contrôlent l'évolution de la microstructure et de la texture, puis de modéliser cette évolution. Deux approches parallèles et complémentaires constituent la base de ce travail :

- d'une part, nous avons effectué une étude détaillée de l'évolution de la microstructure et de la texture, depuis l'état déformé à froid jusqu'à la fin de la recristallisation primaire. Plusieurs

échantillons d'un acier IF, partiellement recristallisés à plusieurs stades de recristallisation ont été caractérisés principalement par la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back Scattered Diffraction). Cette technique permet d'accéder à la fois à la microstructure et à la texture locale, ce qui constitue un outil particulièrement pertinent pour une étude de mécanismes métallurgiques. Les cartographies EBSD résultantes ont été exploitées afin de quantifier la recristallisation primaire et obtenir le maximum d'informations sur ce processus (énergie stockée, densité et orientation des germes, tailles et orientations de grains et mobilités des joints de grains...), qui sont nécessaires pour la conception et la validation de la simulation. Afin de comprendre comment la recristallisation évolue, il est indispensable de détecter, parmi tous les grains, ceux qui sont déjà recristallisés. Pour cela, nous avons développé un critère original, basé sur une combinaison de deux paramètres GOS (Grain Orientation Spread) et GOS normalisé par la taille de grain (GOS/D). L'évolution de la texture et de la microstructure sont discutées en termes d'équilibre entre les principaux mécanismes de recristallisation, à savoir ; la croissance des nouveaux grains à l'intérieur de la matrice déformée et la compétition de croissance entre grains recristallisés.

- d'autre part, nous avons considéré en simulation Monte Carlo l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la recristallisation primaire à partir des données expérimentales de l'échantillon déformé. Le principal défi pour la simulation est la modélisation de l'étape de germination, c.à.d. l'implantation des germes (positions, orientations et nombre de germes) et les conditions de leur croissance. Il est bien connu que les germes apparaissent dans les régions qui ont une énergie stockée de déformation plus élevée puis progresse vers les zones de moins d'énergie. Sur la base de l'étude expérimentale, un mode de germination a été proposé, en utilisant un critère de désorientation interne, le KAM (Kernel Average Misorientation), qu'on a montré que c'est un bon indicateur de l'énergie stockée de déformation.

Les résultats de simulations seront comparés au comportement expérimental, en termes de cinétiques de recristallisation, évolution de la microstructure (taille de grains et distribution de taille de grains) et l'évolution de la texture.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

**Le premier chapitre** constitue une étude bibliographique sur le phénomène de recristallisation avec une description des paramètres et des forces qui contrôlent ses différentes étapes.

**Le deuxième chapitre** est consacré à l'étude de l'influence de l'anisotropie (texture) sur la déformation et sur le phénomène de recristallisation dans les aciers doux, en particulier, dans les aciers IF, les diverses techniques utilisées pour la caractérisation de la texture et les différents paramètres de caractérisation de l'état métallurgique des matériaux.

**Le troisième chapitre** est consacré à la présentation du matériau et les différents traitements thermiques et échantillons utilisés pour le suivi de la recristallisation. Il présente également les différents critères d'estimation de la fraction recristallisée et notre méthode originale de détection des grains recristallisés. Il regroupe les résultats de l'ensemble de l'étude expérimentale, notamment ceux de l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique au cours de la recristallisation et leurs discussions.

**Le quatrième chapitre** décrit les techniques de simulation de la recristallisation primaire. Une attention particulière est donnée à la technique de Monte Carlo et aux paramètres de l'algorithme utilisé dans notre simulation. Il regroupe les résultats de la simulation et la discussion de leur accord avec le comportement expérimental.

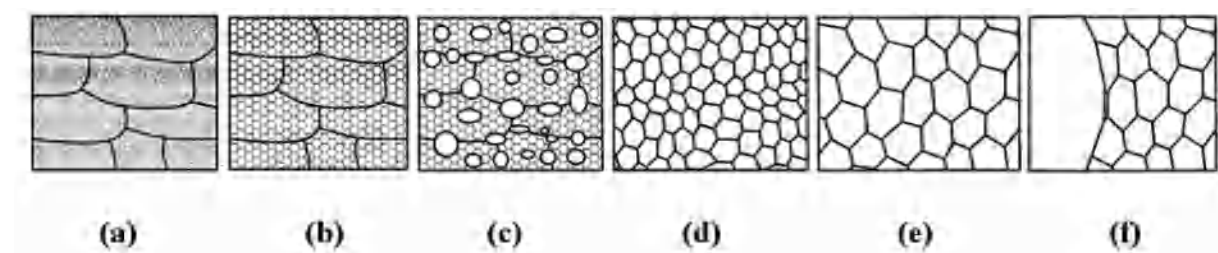
Dans la conclusion de ce mémoire, nous rappelons les principaux résultats obtenus, leurs discussions et les perspectives issues du travail de cette thèse.

# **Chapitre I : Phénomène de recristallisation**

## I.1. Introduction

Un métal est dit écroui, lorsqu'il subit une déformation plastique à froid ; sa microstructure est modifiée, ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Une certaine quantité de l'énergie est emmagasinée car la plus grande partie du travail absorbé par la déformation du métal se transforme en chaleur [1], alors la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle est conduit à l'augmentation des défauts structuraux tels que les défauts : ponctuels (lacunes et interstitiels), linéaires (dislocations) et de surface (défauts d'empilement, macles et sous grains).

Les défauts de structure formés lors de la déformation ne se trouvent pas généralement en équilibre thermodynamique [2] ; ceci fait que l'état d'un métal écroui est thermodynamiquement instable. Pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie est nécessaire, c.à.d. qu'il faut le réchauffer. Le recuit d'un tel métal provoque de différents processus de minimisation de l'énergie libre du système, tels que, la restauration et la recristallisation, qui ont pour but d'enlever totalement l'écrouissage et de recréer une structure adaptée à l'usage industriel. La figure (I.1) illustre schématiquement les principaux processus du phénomène de la recristallisation (restauration, recristallisation primaire, croissance normale et anormale des grains).



**Fig. I.1. Schéma des principaux processus de recuit, comprenant les états: (a) déformé, (b) restauré, (c) partiellement recristallisé, (d) Entièrement recristallisé, (e) en croissance normale, (f) en croissance anormale [3].**

## I.2. Energie emmagasinée

L'énergie emmagasinée est l'énergie retenue dans le matériau après la déformation plastique. Elle intervient dans la plupart des phénomènes spontanés accompagnant l'évolution à hautes températures des matériaux déformés à froid, comme la restauration et le vieillissement. Peu d'études ont été consacrées à la théorie de l'énergie emmagasinée. Une éventuelle approche



générale nécessite une connaissance approfondie des mécanismes de la déformation plastique. La plupart des idées connues ont été proposées dans des travaux réalisés pour la compréhension des phénomènes adjacents, comme la description du comportement mécanique ou l'élargissement des pics de diffraction de rayons X. Cette difficulté sur le plan théorique est accompagnée malheureusement par une dispersion des résultats expérimentaux rencontrés dans la littérature.

Au cours de la déformation, la microstructure d'un métal change de plusieurs façons. Tout d'abord, les grains changent leurs formes et la surface totale des joints de grains augmente considérablement. Cette augmentation est due à l'incorporation de certaines dislocations qui sont continuellement créées pendant le processus de déformation. Une deuxième caractéristique de la microstructure de déformation est l'apparition d'une structure interne à l'intérieur des grains qui résulte de l'accumulation de ces dislocations.

La somme de l'énergie de toutes les dislocations et des nouvelles interfaces représente l'énergie emmagasinée de déformation.

Ainsi et par définition, l'énergie emmagasinée est la différence entre l'énergie interne de l'état déformé relâché, et l'énergie interne de l'état initial, c'est-à-dire avant la déformation ; elle est donc définie par la relation :  $E_s = E_{\text{état déformé}} - E_{\text{état initial}}$ .

Lorsqu'un matériau est travaillé à froid, la plupart de cette énergie emmagasinée est convertie en chaleur. Une petite quantité de cette énergie est stockée dans le matériau, elle représente l'énergie des défauts cristallins. Cette énergie, qui est fortement liée à tous les changements des propriétés du métal déformé, est dérivée des défauts ponctuels et des dislocations générées durant la déformation.

La différence essentielle entre l'état de déformation et l'état de recuit se trouve dans le contenu et l'arrangement de dislocations. Cette énergie emmagasinée est extrêmement importante au regard de la recristallisation ultérieure car sa diminution en constitue la force motrice.

- **L'énergie emmagasinée et la densité de dislocation**

Dans les matériaux où la densité de dislocations est faible, cette densité peut être mesurée directement par microscopie électronique en transmission. Cependant, il est difficile de l'évaluer pour des métaux modérément déformés et pour des structures où il y a une hétérogénéité de distribution de dislocations, telles que les structures cellulaires. L'estimation

de la densité de dislocations est généralement faite à partir des propriétés mécaniques des matériaux. Par exemple, la relation entre la contrainte  $\sigma$  et la densité:

$$\sigma = C_1 G b \rho^{1/2} \quad (\text{I.1})$$

$C_1$  : une constante de  $\approx 0.5$  et  $G$  : le module de cisaillement.

Si on suppose que l'énergie du cœur de dislocation est négligeable et que le comportement élastique est isotrope, l'énergie  $E_{\text{dis}}$  par unité de longueur de la ligne de dislocation est donnée approximativement par :

$$E_{\text{dis}} = \frac{G b^2 f(\nu)}{4\pi} \ln \frac{R}{R_0} \quad (\text{I.2})$$

Pour une densité de dislocations  $\rho$ , l'énergie emmagasinée est donnée par :

$$E_D = \rho E_{\text{dis}} \quad (\text{I.3})$$

Cette relation est correcte si l'arrangement des dislocations est tel que le champ de contraintes des autres dislocations est masqué. L'évaluation des énergies de dislocations dans les matériaux réels n'est toujours possible avec ces simples considérations. La théorie des dislocations montre que l'énergie de dislocations est plus élevée pour l'accumulation de dislocations que pour les configurations de dislocations dans des structures cellulaires ou de sous-grains. Dans la majorité des cas [4], la valeur de l'énergie de dislocation peut être simplifiée à :

$$E_{\text{dis}} = C_2 G b^2 \quad (C_2 \text{ constante } \approx 0.5) \quad (\text{I.4})$$

Et

$$E_D = C_2 \rho G b^2 \quad (\text{I.5})$$

- **L'énergie emmagasinée et la structure de la cellule / sous-grains**

Si la microstructure de déformation consiste des sous-grains équiaxes bien-définis, l'énergie emmagasinée peut être estimée à partir du diamètre du sous-grain ( $D$ ) et l'énergie de surface ( $\gamma_S$ ) des joints de grains à faible angle qui comprennent les murs des sous-grains. La surface des joints à faible angle par unité de volume est  $\sim 3 / D$  et donc l'énergie par unité volume ( $E_D$ ) est donnée approximativement par :

$$E_D \approx \frac{3\gamma_S}{D} \approx \frac{\alpha\gamma_S}{R} \quad (\text{I.6})$$

Où  $\alpha$  est une constante de  $\sim 1.5$  [3].

Et  $\gamma_s$  est l'énergie de surface du sous-joint qui peut s'exprimer par la formule de Read-Shockley [5]. On obtient alors:

$$E_s = \frac{3}{D} \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left( 1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right) \quad (\text{I.7})$$

$\gamma_m$  et  $\theta_m$  représentent respectivement l'énergie de surface et la désorientation lorsque le sous-joint devient un joint à grand angle de désorientation (typiquement,  $\theta > 15^\circ$ ). La diminution de la taille des cellules entraîne une augmentation de l'énergie, cela due à une densité de parois plus grande; de même, une forte désorientation correspond à une énergie élevée et donc l'énergie des sous-joints étant une fonction croissante de la désorientation.

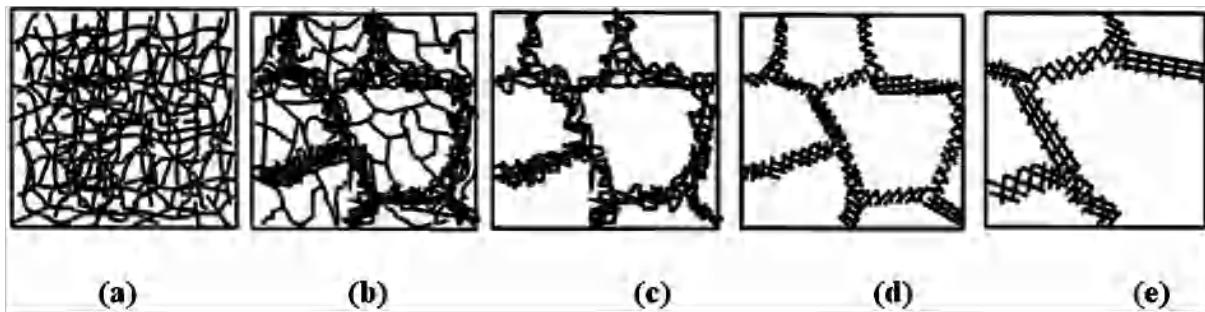
### I.3. Mécanismes généraux de la restauration et de la recristallisation

Lors d'un recuit post-déformation deux phénomènes plus ou moins concurrents se produisent : la restauration et la recristallisation. Ces deux types de modification structurale ont la même force motrice qui est l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid. De nombreux ouvrages et articles offrent une description détaillée de la recristallisation [4, 6].

#### I.3.1. Restauration

Lors de cette première étape, l'écroissage introduit lors de la mise en forme est diminué sans modification profonde de la microstructure. Il y a réarrangement des défauts ponctuels (lacunes, interstitiels) et linéaires (dislocations) comme le montre la figure (I.2). Les dislocations s'organisent en des configurations plus stables par annihilation de toutes les dislocations de signes opposés. Avec le chauffage, l'excès de dislocations s'arrange dans une configuration de faible énergie, en rangées régulières formant ainsi un réseau bidimensionnel; on parle alors de sous-grains, ce processus est appelé polygonisation [7].

Enfin, on observe un accroissement de la taille moyenne de sous-grains par migration des sous-joints ou coalescence des sous-grains et plus la restauration est importante, plus que la force motrice disponible pour la recristallisation est faible.



**Fig. I.2. Différentes étapes de la restauration (a) : dislocations enchevêtrées, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations à l'intérieur des cellules, (d) formation de sous-grains; (e) croissance de sous-grains [4].**

### **I.3.2. Recristallisation primaire**

La recristallisation, appelée aussi recristallisation primaire, est une étape entre la restauration et la croissance normale de grains. Elle implique la germination et la croissance des germes jusqu'à la consommation de toute la matrice déformée. Elle est définie également comme "l'ensemble des processus impliqués dans la formation et la migration des joints de forte désorientation sous l'effet d'une force motrice dérivée de l'énergie emmagasinée au cours de la déformation" (ICOTOM8). De nombreuses études se sont intéressées aux trois thèmes liés à la recristallisation : les cinétiques, les mécanismes mis en jeu et le développement associé des textures cristallographiques.

#### **I.3.2.1. Germination**

Il y a germination lorsqu'il y a formation de cristallites ayant une cinétique de croissance plus rapide par rapport à leurs voisins. Un germe est donc un élément de volume ayant un double avantage de taille et de désorientation par rapport à ses voisins; en effet:

- l'angle de désorientation entre le germe et la matrice environnante (i.e. les sous-grains voisins) doit être supérieur à une valeur critique pour que ses parois soient suffisamment mobiles et que sa croissance soit rapide. La désorientation critique a toutefois été peu étudiée et est mal connue; Viswanathan et Bauer l'ont estimée voisine de  $10^\circ$  [8].
- De plus, ce germe doit avoir une taille critique de telle manière que l'énergie globale diminue. En effet, l'énergie élastique volumique libérée doit être supérieure à l'augmentation de l'énergie surfacique qui est due à la croissance du germe [9]. La valeur de la taille critique, fonction de l'énergie emmagasinée, est de l'ordre du micromètre.

### a) Sites préférentiels de germination

Très souvent, la germination est préférentiellement observée dans des zones caractérisées par un gradient d'orientations des sous-grains plus élevé que dans le reste du matériau. Parmi ces sites, figurent toutes les zones d'hétérogénéité et de localisation de la déformation plastique : les bandes de transition, les bandes de cisaillement, le voisinage des particules de seconde phase. Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination; elles jouent un rôle important dans la formation des textures de recristallisation des aciers à bas carbone.

### b) Mécanismes de germination

Pour les matériaux monophasés, dans la plupart des cas, la germination peut être expliquée par la migration des joints de grains induite par la déformation ou « SIBM » (Strain Induced grain Boundary Migration). Pour les matériaux à faible énergie de défauts d'empilement, le maillage de recuit est souvent un mécanisme de recristallisation complémentaire. Pour les matériaux biphasés (précipités, particules de seconde phase, ...), il existe aussi un autre mécanisme, la germination stimulée par les particules (PSN : Particle Stimulated Nucleation) qui est liée à la formation de germes autour de précipités.

Les mécanismes de germination les plus généralement admis sont les suivants:

- **Modèle des germes préformés**

Ce modèle suppose que le germe est préexistant dans la microstructure sous forme de sous grains, dans les zones fortement déformées (Fig. I.3). La raison pour laquelle ces germes se forment dans les zones de grande déformation est que le réseau y est fortement distordu, ce qui confère aux parois une grande mobilité. Ils acquièrent la désorientation et la taille critiques soit par coalescence (dissolution de parois et rotation de sous-grains) soit par croissance d'un sous-grain aux dépens de ses voisins (par migration des sous-joints) [10,11].

Par l'un de ces mécanismes, on forme donc progressivement un joint de forte désorientation capable de migrer. En général, ce processus est favorisé dans les zones de forts gradients d'orientations comme, par exemple, le voisinage d'un joint de grains.

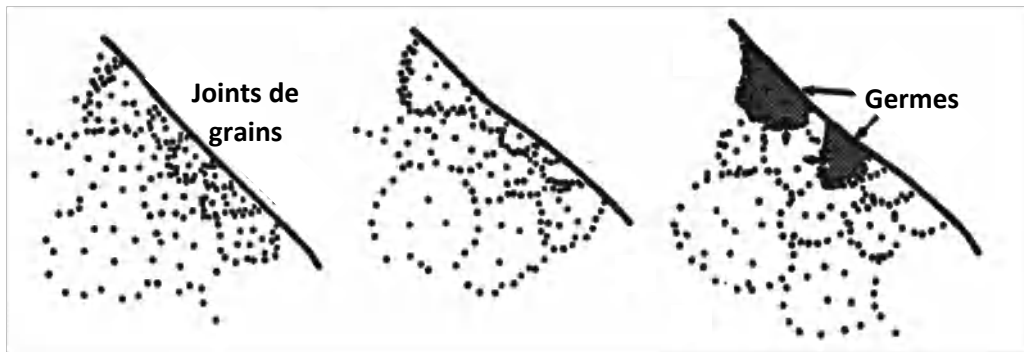


Fig. I.3. Formation d'un germe par le modèle des germes préformés [12].

- Germination par SBIM

Le modèle **SBIM** (Strain Induced Boundary Migration), ou migration de joint induite par la déformation, prévoit la formation d'un germe au voisinage d'un joint de forte désorientation préexistant dans la matrice. Le joint migre à l'intérieur du grain présentant la plus forte densité de déformation élastique. Il se forme ainsi un germe dans la zone balayée par l'ancien joint de grains. Ce mécanisme a initialement été observé dans l'aluminium de haute pureté par Beck et Sperry [13]. Il implique une courbure (ou « bulging » d'une partie d'un joint de grains préexistant ( $>15^\circ$ )). Ce mouvement est lié à la différence d'énergie emmagasinée (induite par la déformation) entre deux grains voisins. Comme le schématise la figure (I.4.a), quand l'énergie emmagasinée  $E_1$  du grain 1 est inférieure à celle du grain 2 ( $E_1 < E_2$ ), le joint peut migrer vers le grain 2, pour minimiser l'énergie totale du système, en laissant une zone de faible énergie emmagasinée  $E_0$  derrière lui. Selon des études sur un bicristal d'aluminium déformé à chaud, la cinétique de SIBM dépend aussi de la mobilité du joint qui est liée à sa nature [14].

Il existe trois types de SIBM qui sont schématisés sur les figures de (I.4b) à (I.4d) :

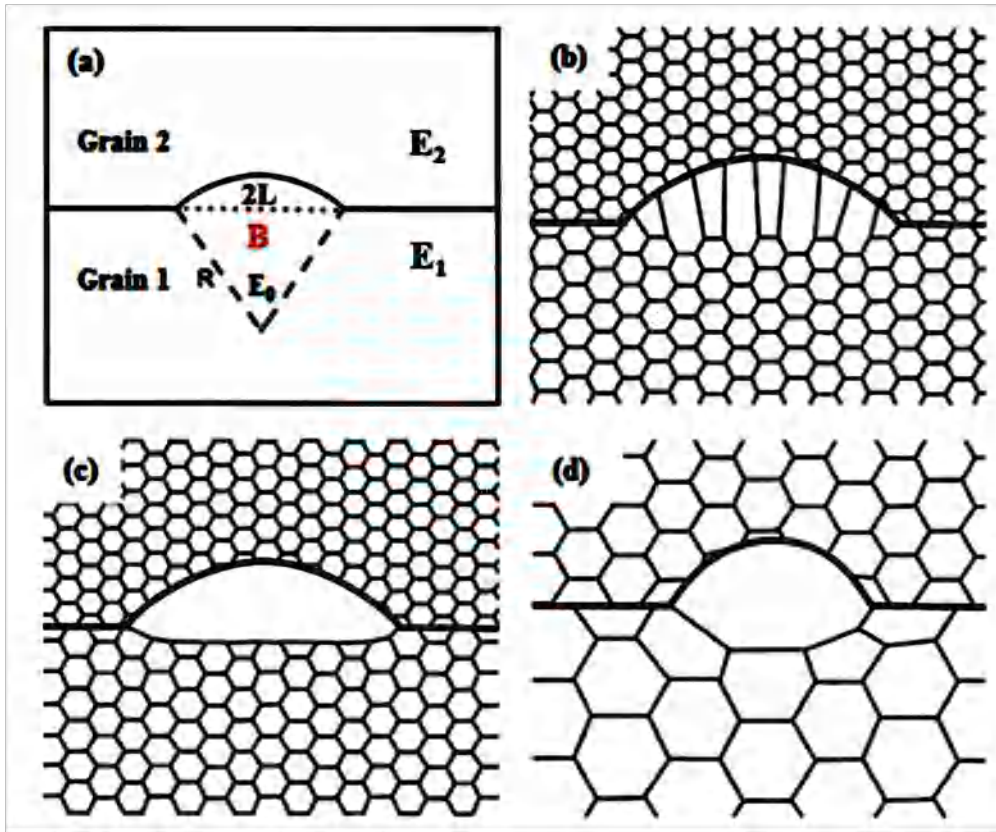
La première situation (Fig. I.4b) montre la courbure d'un joint qui laisse derrière lui une région (B) qui contient encore des dislocations. Cette situation a été observée par Bailey et Hirsch dans le cuivre [15]. Ces auteurs ont aussi étudié la cinétique de SIBM, en introduisant une taille critique  $R_{crit}$  nécessaire à son amorçage (Eq. I.8).

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{\Delta E} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_0} \quad (I.8)$$

Où  $\gamma$  est l'énergie du joint à grand angle.  $\Delta E$  est la différence d'énergie emmagasinée entre la région (B) et le grain 2 (selon la figure I.4a,  $\Delta E = E_2 - E_0$ ). Bailey et Hirsch suppose alors

que l'énergie emmagasinée de la région (B) est égale à celle de son grain parent ( $E_0 = E_1$ ) et qu'elle reste constante pendant la migration du joint, donc  $\Delta E = E_2 - E_1$ . En fait, la présence d' $E_0$ , non nulle en raison de l'existence de dislocations, freine la croissance de la région (B).

$$R_{\text{crit}} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_1} = \frac{2\gamma_g}{E_2(1 - \frac{E_1}{E_2})} \quad (\text{I.9})$$



**Fig. I.4. Schéma du mécanisme SIBM. (a) Principe du SIBM, (b) Courbure d'un joint, la région balayée par le joint contient encore des dislocations (les hexagones schématisent des dislocations et non des cellules), (c) cas idéal ou simplifié à partir de (b), il n'y a pas de dislocations dans la région balayée par le joint et (d) formation d'un germe issu d'un sous grain du grain parent (les hexagones dans la partie inférieure schématisent des sous-grains) [3].**

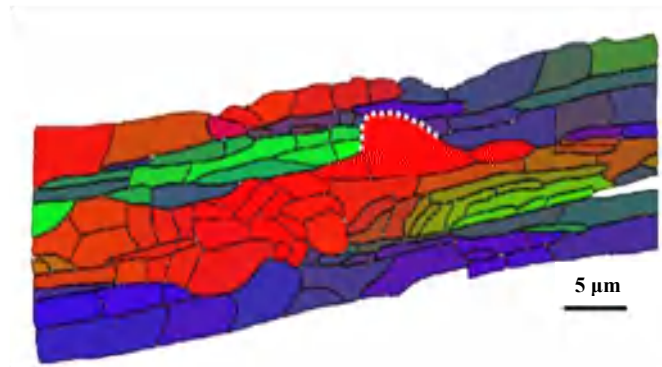
Au contraire, Bate et Hutchinson [16] pensent (sans validation expérimentale) que l'énergie emmagasinée  $E_0$  de la région (B) n'est pas constante pendant la migration du joint. Ils supposent que l'énergie  $E_0$  est initialement égale à celle de son grain parent ( $E_0 = E_1$ ), mais qu'elle diminue à cause de la variation de volume pendant la croissance. Ils ont alors proposé une condition réévaluée pour déterminer la taille critique (Eq. I.9). Cette nouvelle formule

introduit au dénominateur la racine carrée de  $1-(E_1/E_2)$  qui est inférieure à 1, diminuant ainsi la valeur de  $R_{crit}$ . Dans l'aluminium, il apparaît que  $E_0$  est liée à la présence de sous-structures et que cette énergie diminue pendant la migration du joint [17].

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{E_2 \sqrt{1-\frac{E_1}{E_2}}} \quad (I.10)$$

La deuxième situation (Figure I.4c) est un cas particulier de la première situation. Il n'existe pas de dislocations derrière le joint migrant et donc dans le germe. Ainsi, l'énergie  $E_0$  est donc égale à zéro. La troisième situation (Fig. I.4d) montre la formation d'un germe à partir d'un sous-grain. Cette situation est souvent rencontrée dans les matériaux qui ont une forte énergie de défauts d'empilement.

Quand le sous-grain a une taille suffisante, il peut alors croître aux dépens de la zone déformée. La figure I.5 montre un exemple de SIBM dans l'Invar (alliage de fer et nickel). Un sous-grain formé dans une bande d'orientation Cubique {100 se développe aux dépens de la matrice déformée (de forte énergie emmagasinée) [18].



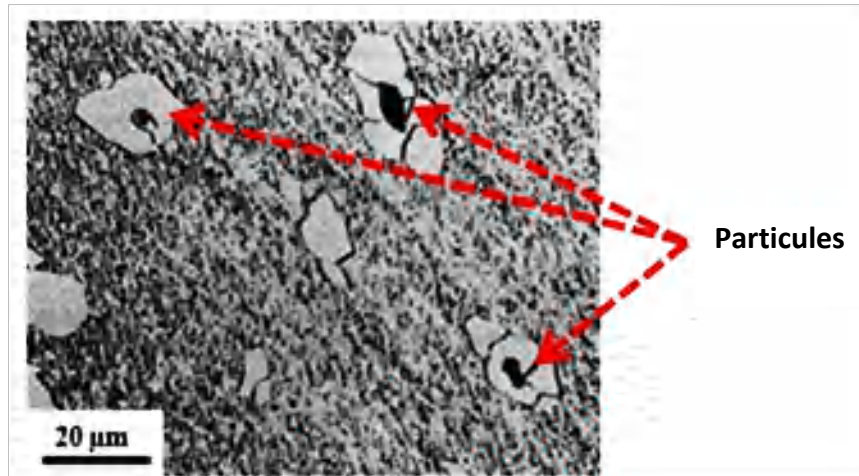
**Fig. I.5. Mécanisme de SIBM depuis un sous-grain, observé dans le Fe-36%Ni laminé de 95% puis recuit 2 min à 600°C (la ligne blanche en pointillés montre le joint migrant) [18].**

- **Germination par PSN**

Dans certains matériaux, les particules (ou les précipités) d'une seconde phase peuvent être des sites favorables pour la germination (PSN) (Fig. I.6). Ce mécanisme est souvent trouvé lorsque les précipités ont une taille supérieure à 1 µm [3,19]. Les particules assez grandes ne se déforment pas pendant la mise en forme du matériau ; elles peuvent bloquer le mouvement des dislocations. Il apparaît alors des zones autour des particules où se localise la déformation.



Dans ces zones, il existe donc des gradients d'orientations et une forte densité de dislocations qui favorisent la formation des germes. Le PSN a déjà été observé dans beaucoup d'alliages industriels à base de fer, d'aluminium et de nickel [20-22].



**Fig. I.6. Mécanisme de PSN autour d'oxydes (zones noires) dans le fer [20].**

Notons que la présence de particules peut accélérer la recristallisation, mais elle peut aussi la retarder. Nes et al. [23] ont conclu que l'effet de retardement de la recristallisation par des particules (effet Zener) est principalement lié à leur distribution (ou l'espace inter-particules) et à leur forme. Si les particules ont une distribution aléatoire et si elles sont sphériques avec un rayon  $r$ , la pression de freinage correspondante est proportionnelle à  $F_v/r$  ( $F_v$  est la fraction volumique de particules).

### I.3.2.2. Croissance de germes (ou grains recristallisés)

Quel que soit le mécanisme par lequel les germes se forment, la phase de croissance débute lorsque les germes ont atteint des tailles et désorientations critiques. Ils se mettent alors à croître rapidement en suivant la loi de migration:

$$V = M \cdot P \quad (\text{I.11})$$

Où  $V$  : la vitesse de migration du joint,  $M$  : sa mobilité et  $P$  : l'ensemble des forces s'exerçant sur le joint de grain.

La mobilité d'un joint est fonction de sa nature et de la désorientation entre les deux grains qu'ils le délimitent; les joints de coïncidence semblent migrer plus rapidement que les joints aléatoires d'après des études réalisées par Aust et Rutter [24] sur un alliage de plomb/étain. Cette différence peut être expliquée du fait que les joints spéciaux présentent un "volume

libre" plus faible, donc ils sont susceptibles d'accueillir peu d'impuretés. Ainsi, ils subissent une force de freinage moins importante que les joints de faibles désorientations.

### I.3.2.3. Lois de la recristallisation

Les lois de la recristallisation primaire peuvent être résumées comme suit :

- Elle ne se produit qu'après une certaine déformation minimale; dite écrouissage critique, cette déformation doit être suffisante pour produire des germes de recristallisation stables et pour fournir la force motrice nécessaire à leur croissance.
- La température de recristallisation est d'autant plus élevée que la déformation est plus faible : l'énergie emmagasinée qui fournit la force motrice en recristallisation est proportionnelle au taux d'écrouissage.
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée et sa recristallisation s'achève en quelques minutes [25]
- La taille finale des grains est d'autant plus petite que la déformation est plus importante. La vitesse de germination est plus affectée par la déformation que la vitesse de croissance ; les déformations élevées fournissent plus de germes par unité de volume et conduisent donc à des grains plus fins dans la matrice recristallisée.
- Les nouveaux grains vont croître aux dépens des grains déformés, avec des orientations tout à fait différentes de celles existant dans la matrice avant et après déformation.

### I.3.2.4. Cinétiques de recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres : les conditions de déformation (le mode de déformation, le taux de déformation, ...), les conditions du traitement thermique (la température, la vitesse de chauffage, ...) et le matériau (la taille de grains initiale avant les traitements thermomécaniques, la présence d'une seconde phase, ...) [3].

La cinétique de recristallisation peut être décrite simplement par loi de JMAK (Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov) [26]:

$$\mathbf{X_v} = \mathbf{1 - \exp(-kt^n)} \quad (\text{I.12})$$

Où  $\mathbf{X_v}$  est la fraction recristallisée (volumique ou surfacique).  $\mathbf{n}$  est le coefficient d'Avrami ou de JMAK qui est constant et indépendant de la température de recuit [27].  $\mathbf{k}$  est une constante qui dépend de la température du traitement thermique [28].

La cinétique de recristallisation  $X_V$  est souvent tracée en fonction du temps en coordonnées  $\ln(t)$ . Cette courbe a typiquement la forme d'une sigmoïde (Fig. I.7). Elle est constituée de trois parties qui correspondent respectivement à la germination, à la croissance des germes avec une vitesse rapide et enfin à la croissance des grains recristallisés avec une vitesse plus lente liée à la rencontre des grains en croissance. Le paramètre  $n$  peut être calculé à partir de la pente de la droite décrite par  $\ln[\ln(1/(1-X_V))]$  en fonction de  $\ln(t)$  (Fig. I.8). Théoriquement,  $n$  est compris dans l'intervalle  $1 \leq n \leq 2$  pour la croissance unidimensionnelle,  $2 \leq n \leq 3$  pour la croissance à deux dimensions et  $3 \leq n \leq 4$  pour la croissance à trois dimensions [29]. Cependant, les études expérimentales montrent que  $n$  est proche de 1 [3].

Cette différence, entre les valeurs de  $n$  trouvées par la théorie et les résultats expérimentaux peut s'expliquer d'une part, par l'effet de la restauration [26] et d'autre part, celui de la distribution non aléatoire des germes dans la microstructure de déformation hétérogène. En effet, l'équation de JMAK ne fonctionne que pour la recristallisation primaire. Or, expérimentalement, il est souvent très difficile de séparer les étapes de restauration et de recristallisation primaire qui coexistent et qui sont en compétition.

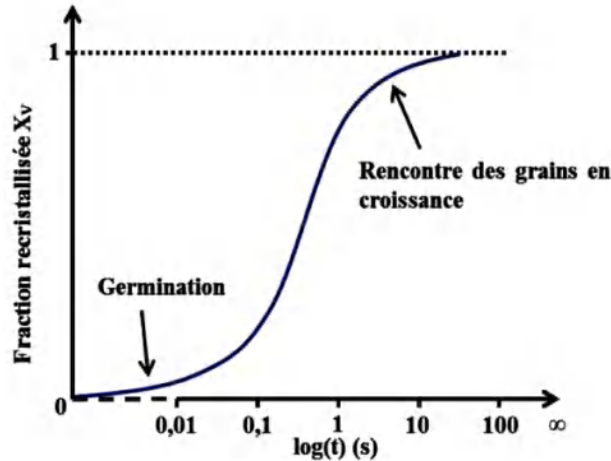


Fig. I.7. Exemple de la cinétique de recristallisation.

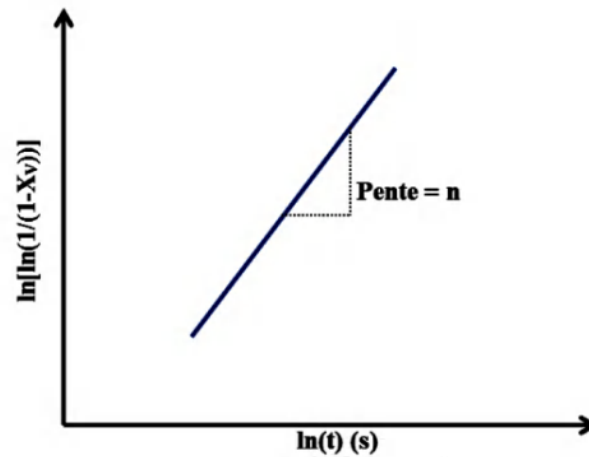


Fig. I.8. Détermination du coefficient d'Avrami  $n$  dans le graphe  $\ln[\ln(1/(1-XV))]$  en fonction de  $\ln(t)$ .

Weiping et al. [30] ont étudié les cinétiques de recristallisation d'un acier IF laminé à plusieurs taux de réduction (70, 80 et 90%) et recuit à  $630^\circ\text{C}$  (Fig. I.9a). Ils ont obtenu des états complètement recristallisés après 90, 75 et 60 minutes respectivement pour les trois taux de déformation. L'ajustement à une loi JMAK leur a permis de déduire l'exposant d'Avrami (Fig. I.9b) ; ils ont trouvé les valeurs suivantes: 2.23, 1.76 et 1.6 respectivement pour les états laminés à 70, 80 et 90%.

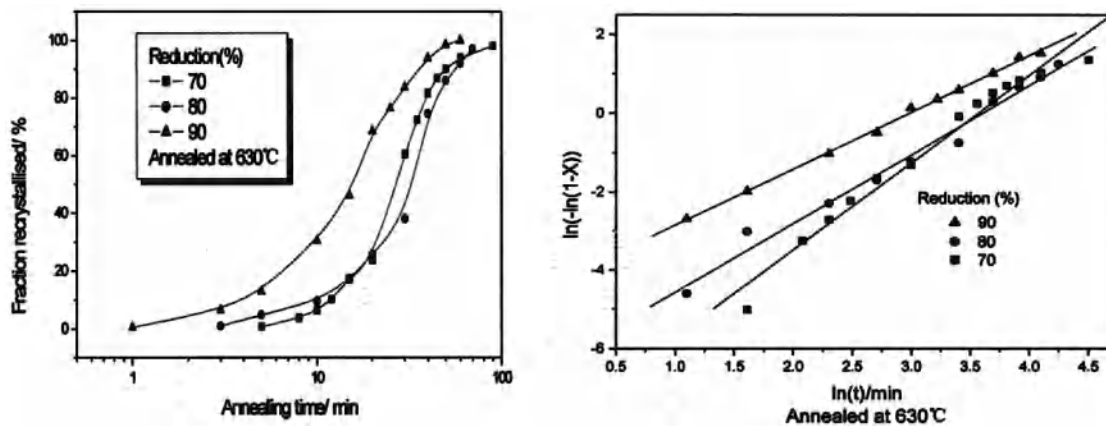


Fig. I.9. Recristallisation d'un acier IF laminé à 70, 80 et 90% de réduction [30] :

(a) cinétiques expérimentales, (b) Ajustements à une loi JMAK.

#### I.4. Croissance normale de grains

Après recristallisation primaire, la structure obtenue n'est pas encore stable, le matériau possède un excès d'énergie sous forme de joints de grains courbes. Si le matériau est maintenu à haute température, on assiste à une croissance homogène et continue des grains de

la matrice recristallisée. Cette croissance dite normale, peut parfois se manifester avant que le matériau ne soit complètement recristallisé.

Contrairement à la recristallisation primaire, la croissance ne modifie pas complètement la texture. La matrice conserve les mêmes orientations préférentielles que l'état précédent, avec des acuités plus faibles. Du point de vue morphologique, la structure a tendance à s'homogénéiser.

### **I.5. Croissance anormale de grains**

Si la croissance normale est bloquée, on observe une croissance soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent, très rapidement, toute la matrice recristallisée. Cette croissance est dite anormale ou exagérée, on parle également de recristallisation secondaire.

La croissance normale peut être inhibée par plusieurs mécanismes :

- La présence d'une seconde phase dispersée ; de fins précipités peuvent bloquer les joints de grains en mouvement. Seuls certains joints spéciaux peuvent échapper à cette inhibition et permettre à une minorité de grains de croître, aux dépens du reste de la matrice.

- L'effet d'une ségrégation intergranulaire ; le joint général attire en particulier les impuretés, il avancera à leur vitesse de diffusion et il peut être épinglé [31].

- La perfection de la texture de croissance, qui rend très difficile le déplacement des joints de faible désorientation ; s'il existe des grains d'orientations différentes de celles caractérisant la matrice, ils seront les seuls à être entourés de joints à grand angle, plus mobiles. Ces grains peuvent ainsi croître de façon exagérée.

L'inhibition de la croissance normale par l'énergie de surface : dans les tôles minces, la croissance est contrôlée par l'énergie superficielle. Les grains qui présentent des plans de plus basse énergie parallèles à la surface de la tôle auront tendance à se développer aux dépens du reste de la matrice.

### **I.6. Forces essentielles en recristallisation**

#### **I.6.1. Forces motrices**

Le processus de recristallisation peut être défini comme une évolution de la microstructure par migration des joints de grains. La minimisation de l'énergie libre globale du système est réalisée essentiellement à partir du mouvement des joints. La force motrice en recristallisation correspond en grande partie à la différence d'énergie libre entre l'état initial de déformation et

l'état d'équilibre caractéristique de la température de recristallisation [32]. La force motrice  $F$  est reliée à la vitesse de migration du joint de grains  $V$  par la relation :

$$V = M F \quad (\text{I.13})$$

$M$  est la mobilité du joint de grains.

Expérimentalement, cette relation linéaire est rarement observée, on utilise de préférence la relation :

$$V = M F^n \quad (\text{I.14})$$

L'exposant  $n$  est compris entre 0.5 et 1.

Dans un système constitué de deux grains 1 et 2 séparés par un joint de grains à une position  $x$ , cette force motrice est reliée à l'enthalpie du système par la relation :

$$F_m = - \frac{dG_{\text{sys}}}{dx} \quad (\text{I.15})$$

L'enthalpie du système est donnée par la relation :

$$G_{\text{sys}} = V_1(x) G_1 + V_2(x) G_2 + S_{JG} \quad (\text{I.16})$$

Où :

- $S_{JG}$ ,  $G_{JG}$  et  $x$  sont respectivement l'aire, l'enthalpie et la position du joint de grains,
- $G_i$ ,  $V_i$  sont respectivement l'enthalpie et le volume du grain  $i$ .
- En recristallisation primaire, la force motrice actionnant les joints entourant les grains recristallisés correspond à la différence des densités de dislocations de part et d'autre du joint, soit donc à la force motrice volumique.

La force motrice s'écrit :

$$F_m = E_d (\rho_e - \rho_r) \cong E_d \rho_e \quad (\text{I.17})$$

Où :

- $E_d$  est l'énergie libre d'une dislocation.
- $\rho_e$  est la densité de dislocations dans le grain écroui ( $\sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ ).
- $\rho_r$  est la densité d'équilibre des dislocations dans le grain recristallisé ( $\sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$ ).

Comme  $E_d$  est de l'ordre de  $10^8 \text{ N}$ , on a  $F_m \sim 10^4 \text{ N/cm}^2$ .

- Pour la croissance normale, la force motrice correspond à la réduction de l'énergie de surface du joint lui-même, donc seule la force d'interface va intervenir. Cette force est donnée par la relation :

$$F_s = K \left( \frac{1}{R} \right) \gamma_{JG} \quad (\text{I.18})$$

Où :

- $K$  est une constante qui dépend du modèle retenu à partir de la morphologie du système,
- $\gamma_{JG}$  est l'énergie du joint de grains et  $R$  est son rayon de courbure.

Une estimation de cette force motrice peut être faite pour un grain cubique d'arête  $d$ , entouré de six joints d'aire  $D^2$  :

$$F_s = \frac{3\gamma_{JG}}{D} = \frac{3}{2} \frac{\gamma_{JG}}{R} \quad (\text{I.19})$$

D'autres estimations sont possibles, en introduisant une forme de grains donnée. La force motrice est toujours en  $\gamma_{JG}/D$ , seule la constante de proportionnalité change.

Gladmann [33] a proposé une approximation par l'introduction d'un facteur de correction, quand la distribution des tailles de grains est hétérogène. La force motrice est donnée par la relation :

$$F = 2 \left( \frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right) \frac{\gamma_{JG}}{D} \quad (\text{I.20})$$

Où  $Z$  est un facteur de correction égal au rapport des tailles du grain en croissance avec ses voisins.

L'ordre de grandeur de cette force est  $1\text{N}/\text{cm}^2$ , elle est donc beaucoup plus faible que la force motrice de recristallisation primaire [34].

### I.6.2. Forces de freinage

Les éléments d'addition et impuretés présentes dans la matrice créent des forces de freinage vis-à-vis de la recristallisation en diminuant la vitesse de migration du joint de grains. Selon l'état dans lequel ils se trouvent, leur mode d'action est différent:

- Sous forme précipitée, les impuretés agissent par ancrage du joint de grains et ralentissent sa migration. La force de freinage qu'ils exercent est donnée par la loi de Zener [4, 35] :

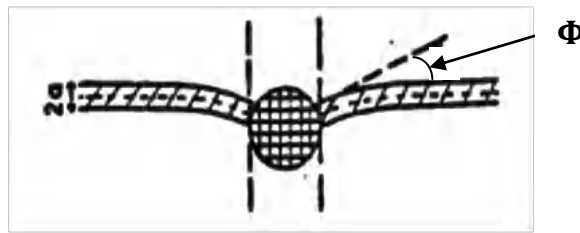
$$F = \frac{3 \cdot \gamma \cdot f_v}{2r} \quad (\text{I.21})$$

Où  $\gamma$  est l'énergie du joint par unité de surface,  $f_v$  est la fraction volumique de précipités et  $r$  le rayon moyen des précipités. Ainsi, à fraction volumique équivalente, des particules seront d'autant plus "actives" que leur taille sera faible. Les ordres de grandeur des pressions d'ancrage varient typiquement de  $10^2$  à  $10^7 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$  [36] en fonction de la taille et de la fraction volumique des précipités.

• En solution solide, les atomes étrangers ségrégent au voisinage du joint et l'atmosphère ainsi créée est traînée par le joint si la force motrice pour qu'il s'en débarrasse n'est pas suffisante. La migration du joint est, dans ce cas, limitée par la diffusion des atomes dans la matrice. La force de freinage exercée par un atome est donnée par la relation :

$$F = 2. \pi. r. \gamma. \sin\Phi \quad (\text{I.22})$$

Où  $r$  est le rayon atomique et  $\gamma$ , l'énergie d'interface du joint. L'angle  $\Phi$  est défini sur la figure I.10.



**Fig. I.10. Interaction entre un joint de grains et un atome en solution solide.**

La force de freinage est directement proportionnelle à la concentration des éléments en solution solide.



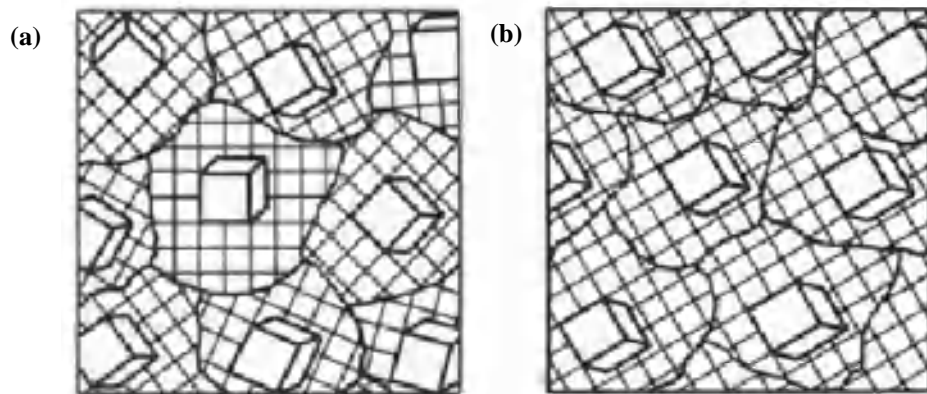
## **Chapitre II : Texture et techniques expérimentales**

## II.1. Introduction

Dans ce chapitre nous rappelons en premier lieu la façon de présenter la texture des aciers. Ce chapitre regroupe également les techniques d'analyse des textures et quelques paramètres déduits de la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

## II.2. Textures cristallographiques

Les propriétés physiques, chimiques et mécaniques d'un polycristal dépendent de l'arrangement des grains et des caractéristique des cristallites de ces grains (forme, taille, arrangement) [37-40]. Chaque cristal possède une orientation cristallographique différente de celles des cristallites voisines. La distribution des orientations des différentes cristallites peut être aléatoire dans le cas d'un matériau isotrope et homogène (Fig. II.1a) ou bien ces cristallites peuvent s'orienter suivant une direction cristalline particulière dans le cas d'un matériau anisotrope (Fig. II.1b). Cette tendance à s'orienter selon une direction privilégiée est appelée souvent «orientation préférentielle» ou «texture cristallographique», la microstructure dans laquelle la distribution des orientations cristallines demeure non-aléatoire à l'échelle mésoscopique [41]. Ces dernières trouvent leur origine dans les étapes de déformation mécanique (laminage, forgeage,...) et/ou de traitement thermique. Cette anisotropie cristalline influence considérablement les propriétés du matériau.



**Fig. II.1. Distribution d'orientations cristallographiques de grains dans une structure: (a) isotrope, (b) texturée [42].**

### II.2.1. Orientation d'un grain

La caractérisation d'un grain dans un polycristal nécessite six paramètres : trois paramètres de position et trois paramètres d'orientation. Pour la texture cristallographique on ne considère que l'orientation des grains.

Caractériser la texture cristallographique d'un matériau polycristallin revient à déterminer les orientations préférentielles des grains par rapport à un référentiel extérieur (OXYZ) lié au mode de mise en forme de l'échantillon. Par convention on utilise celui d'une tôle laminée, dont l'orientation est définie par le repère (O,DL,DT,DN) avec DL direction de laminage (parallèle à OX), DT la direction transverse (parallèle à OY) et DN la direction normale (parallèle à OZ) (Fig. II.2), le repère lié au cristallite diffractant est défini par un trièdre de référence (Oxyz).

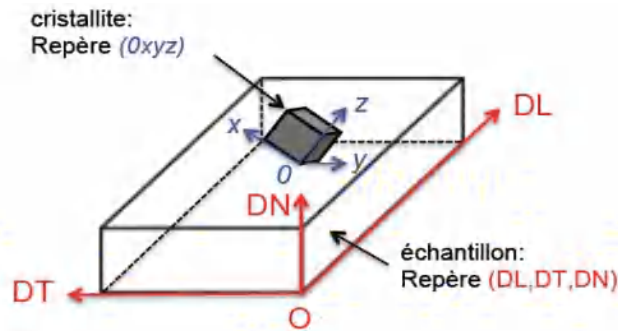


Fig. II.2. Repères cristallographiques liés à l'échantillon et au cristallite [36].

Dans l'étude des textures, l'orientation  $g$  d'un grain est définie par rapport à l'échantillon, elle correspond au passage du référentiel cristal au référentiel échantillon. Il existe différentes manières pour représenter une orientation [43] :

- une direction cristallographique  $n$  et l'angle de rotation  $\omega$  autour de cette direction,
- le doublet  $(hkl)[uvw]$ , respectivement la normale au plan de laminage et la direction de laminage, utilisé pour la caractérisation descriptive classique des textures,
- les trois angles d'Euler (Fig. II.3) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varphi_1: \text{l'angle de rotation autour de l'axe } oz ; \\ \phi: \text{l'angle de rotation autour de l'axe } ox' ; \\ \varphi_2: \text{l'angle de rotation autour de l'axe } oz'. \end{array} \right.$$

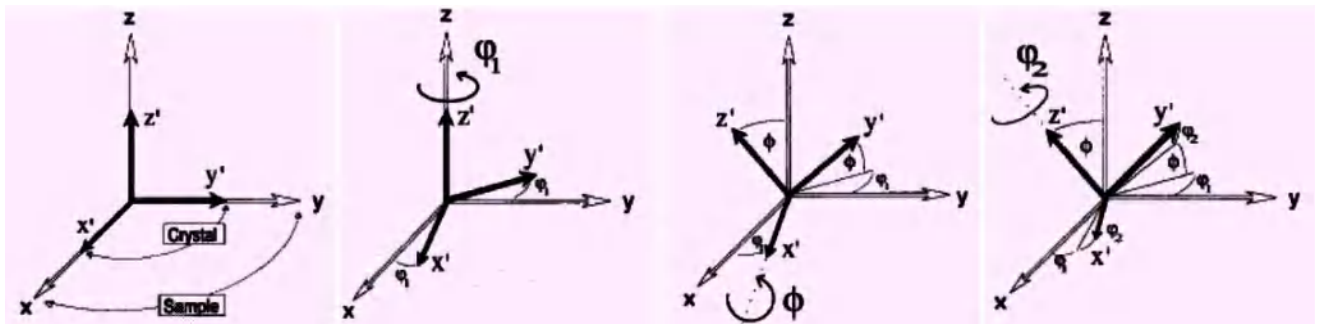


Fig. II.3. Définition des angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) dans le formalisme de Bunge [44].

La dernière méthode est la plus utilisée pour définir une orientation  $\mathbf{g} = (\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  dans l'étude quantitative des textures. C'est la triple rotation définie dans l'espace d'Euler, dans le formalisme de Bunge [45]. Chacune des trois rotations est décrite par une matrice, et le produit des trois matrices donne la matrice de rotation correspondant à l'orientation  $\mathbf{g}$  :

$$\mathbf{g} = (\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \mathbf{g}_{\varphi_2}^Z * \mathbf{g}_{\phi}^X * \mathbf{g}_{\varphi_1}^Z \quad (\text{II.1})$$

$$\mathbf{g} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_2) & \sin(\varphi_2) & 0 \\ -\sin(\varphi_2) & \cos(\varphi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & \sin(\phi) \\ 0 & -\sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1) & \sin(\varphi_1) & 0 \\ -\sin(\varphi_1) & \cos(\varphi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{II.2})$$

Soit :

$$\mathbf{g} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\phi) & \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2) + \sin(\varphi_2)\cos(\varphi_1)\cos(\phi) & \sin(\varphi_2)\sin(\phi) \\ -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\phi) & -\sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\phi) & \cos(\varphi_2)\sin(\phi) \\ \sin(\varphi_1)\sin(\phi) & -\cos(\varphi_1)\sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \quad (\text{II.3})$$

Les colonnes de la matrice correspondent aux directions DL, DT et DN, les lignes correspondent aux normales des plans (100), (010) et (001). D'après la matrice de l'équation (II.3) on peut déduire :

- les angles d'Euler à partir des indices de Miller en utilisant les équations suivantes :

$$\begin{cases} \tan(\phi) \cos(\varphi_2) = k/l \\ \tan(\varphi_2) = h/k \\ \cos(\Phi) \tan(\varphi_1) = lw/(ku-hv) \end{cases} \quad (\text{II.4})$$

- les indices de Miller à partir des angles d'Euler, par les équations suivantes :

$$\begin{cases} h = \sin(\varphi_2)\sin(\phi) \\ k = \cos(\varphi_2)\sin(\phi) \\ l = \cos(\phi) \\ u = \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\phi) \\ v = -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\phi) \\ w = \sin(\varphi_1)\sin(\phi) \end{cases} \quad (\text{II.5})$$

Dans l'espace d'Euler, deux notations sont possibles:  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ , utilisée par Bunge (1965) et  $(\Psi, \theta, \Phi)$  utilisée par Roe (1965). Les angles  $\Psi, \theta$  et  $\Phi$  sont les angles de rotation autour des axes OZ, OY' et OZ' respectivement. Le triplet de Roe  $(\Psi, \theta, \Phi)$  est obtenu à partir du triplet de Bunge  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  par :

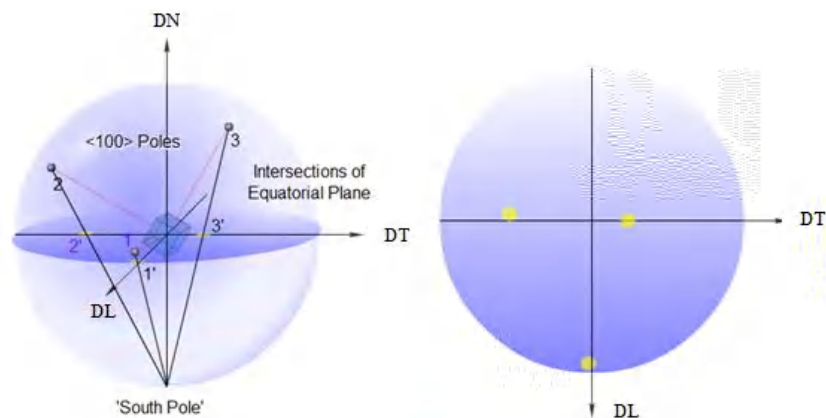
$$\Psi = \varphi_1 - \pi/2, \theta = \phi, \Phi = \varphi_2 + \pi/2 \quad (\text{II.6})$$

## II.2.2. Représentation des textures

Les méthodes de représentation de la texture sont données dans cette section. Beaucoup d'autres détails peuvent être trouvés dans la littérature [46-48]. Cette représentation peut se faire à travers les figures de pôles directes et inverses ainsi par les fonctions de distribution d'orientations cristallines (FDOC) [42].

### II.2.2.1. Figures de pôles directes

Par définition une figure de pôle directe est la distribution, dans le référentiel de l'échantillon, de la densité de pôles d'une famille de plans  $\{hkl\}$  dans toutes les directions de l'échantillon [49]. Une figure de pôle est une projection stéréographique qui montre la distribution d'une direction cristallographique particulière dans l'assemblage des grains qui constituent l'échantillon, et pour être significative ; elle doit aussi contenir certaines directions de référence qui se rapportent à la matière elle-même. Traditionnellement, ces directions se réfèrent au processus de formation, par exemple la direction de laminage dans les tôles laminées. Les axes orthogonaux de la direction de laminage (DL) : la direction transversale (DT) et la direction normale (DN). Les figures sont tracées avec DN au centre et DL au sommet (Fig. II.4).



**Fig. II.4. Obtention d'une figure de pôles directe.**

La répartition de l'intensité dans les figures de pôles réelles est beaucoup plus diffuse, elle est habituellement représentée par des lignes de niveaux.

### II.2.2.2. Figures de pôles inverses

Une figure de pôles inverse est la représentation, dans le référentiel cristal, de la densité de pôles des différentes familles  $\{hkl\}$ , dans une direction donnée de l'échantillon.

La figure de pôle inverse est particulièrement utile pour les processus de déformation, tels que le tréfilage ou l'extrusion, qui nécessitent la spécification d'un seul axe. La fréquence à laquelle une direction cristallographique particulière coïncide avec l'axe de l'échantillon est portée à un seul triangle de projection stéréographique. Les textures de laminage peuvent également être décrites par des figures de pôles inverses (Fig. II.5) en utilisant 2 ou parfois 3 triangles standards pour chacun des axes principaux de l'échantillon.

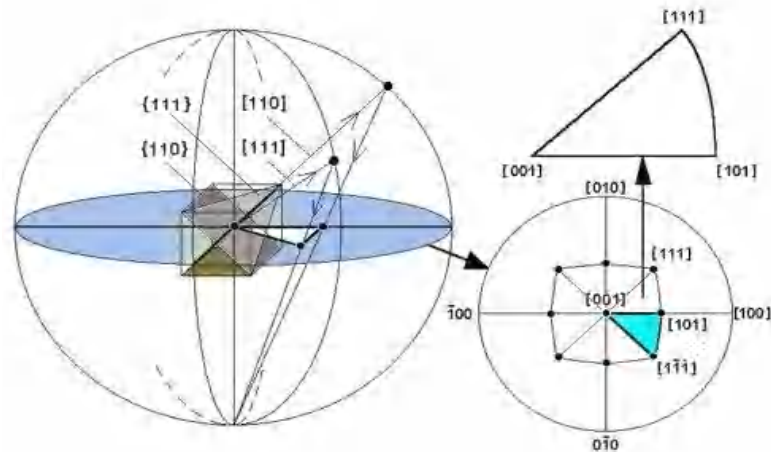


Fig. II.5. Formation d'une figure de pôle inverse.

### II.2.2.3. Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC)

Une étude quantitative des propriétés physiques, notamment les propriétés mécaniques, des matériaux polycristallins nécessite la caractérisation de la nature des phases existantes, des distributions des orientations de grains qui constituent chaque phase, de la nature et de la distribution des défauts. Plusieurs descriptions statistiques ont été proposées, telles que les fractions volumiques des phases, les distributions de tailles et de formes des phases et celles des cristallites qui les constituent, les distributions des orientations de grains.

La façon la plus satisfaisante et la plus complète de décrire une texture quelconque est de donner sa fonction de distribution des orientations cristallines (**FDOC**) qui est une fonction statistique qui caractérise la texture cristalline de la phase étudiée. Pour un échantillon de volume  $V$ , la fonction de distribution des orientations cristallines  $f(\mathbf{g})$  est proportionnelle à la fraction volumique  $\Delta V(\mathbf{g})$  des grains dont l'orientation est comprise entre  $\mathbf{g}$  et  $\mathbf{g}+\Delta\mathbf{g}$ .

La FDOC est alors définie par :

$$\frac{\Delta V(\mathbf{g})}{V} = f(\mathbf{g})\Delta\mathbf{g} \quad (\text{II.7})$$

$$\Delta\mathbf{g} = \frac{1}{8\pi^2} \sin(\Phi) d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad (\text{Formalisme de Bunge}) \quad (\text{II.8})$$

$$\Delta g = \frac{1}{8\pi^2} \sin(\theta) d\Phi d\theta d\Psi \quad (\text{Formalisme de Roe}) \quad (\text{II.9})$$

Le calcul de la FDOC peut être réalisé en utilisant des différentes approches comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes. La méthode harmonique utilise un développement en série sur des bases d'harmoniques sphériques. Elle a été proposée dans les années soixante par Bunge [45] et Roe [50]. L'ordre de développement est imposé par le nombre de figures de pôles expérimentales. La méthode discrète, méthode développée par Ruer et Baro [51] et plus récemment par Matthies [52] et Schaeben [53] qui ont fait évoluer ces méthodes. Elle consiste à associer un point (ou un ensemble de points) de l'espace des pôles à un point de l'espace des orientations après avoir discrétisé ces deux espaces.

### II.3. Comparaison des Textures

Pour comparer deux FDOC,  $f_1(\mathbf{g})$  et  $f_2(\mathbf{g})$ , on peut construire la fonction de différence de texture  $\Delta f(\mathbf{g})$  définie comme :

$$\Delta f(\mathbf{g}) = f_2(\mathbf{g}) - f_1(\mathbf{g}) \quad (\text{II.10})$$

$\Delta f(\mathbf{g})$  a alors des valeurs positives et négatives; son intégrale sur tout l'espace d'orientation est nulle.

Pour caractériser «l'intensité» de la différence par un nombre, on peut utiliser la fraction volumique de la différence [54], notée  $V_\Delta$ , définie par :

$$V_\Delta = 0.5 \int_{\mathbf{g}} | f_2(\mathbf{g}) - f_1(\mathbf{g}) | d\mathbf{g} \quad (\text{II.11})$$

(Les barres verticales signifient la valeur absolue; l'intégrale est sur tout l'espace d'orientation).

$V_\Delta$  est égal à 0 si les deux fonctions  $f_2(\mathbf{g})$  et  $f_1(\mathbf{g})$  sont identiques et est égal à 1 si les deux fonctions sont complètement différentes.  $V_\Delta$  est la fraction volumique du matériau ayant des orientations différentes et peut être multipliée par 100 pour l'exprimer en% [54].

La **Corrélation directe** est également utilisée pour la comparaison entre deux fonctions de texture, elle représente le pourcentage des orientations identiques.

#### II.4. Textures cristallographiques des aciers

Les changements d'orientation qui ont lieu lors de la déformation ne sont pas aléatoires. Ils sont la conséquence du fait que la déformation se produit sur les systèmes de glissement ou de maillage les plus favorablement orientés. Il en résulte que le métal déformé acquiert une orientation ou une texture préférentielle. Si le métal est ensuite recuit, la germination se produit préférentiellement en association avec des caractéristiques spécifiques de la microstructure, c.à.d. dans des régions d'orientation particulière. La capacité du germe de croître peut également être influencée par les orientations des régions adjacentes dans la microstructure.

Les textures des aciers doux peuvent être décrites par deux fibres:

- la fibre  $\alpha$  : est la bande verticale qui représente une texture partielle d'axe  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction de laminage et qui s'étale de  $(001) [1-10]$  jusqu'à  $(111) [1-10]$ . Elle se trouve dans la section  $\varphi_2 = 45^\circ$  avec  $\varphi_1 = 0^\circ$  et  $\phi$  varie de  $0^\circ$  à  $55^\circ$ . Elle comprend les composantes  $\{hkl\} \langle 011 \rangle$  (Fig. II.6a) ;
- la fibre  $\gamma$  : est la bande horizontale qui se trouve dans la section  $\varphi_2 = 45^\circ$  avec  $\phi \sim 55^\circ$  et  $\varphi_1$  varie de  $0^\circ$  à  $90^\circ$ . Cette fibre peut être décrite comme une texture d'axe  $\langle 111 \rangle$  parallèle à la direction normale. Elle comprend toutes les orientations  $\{111\} \langle uvw \rangle$ . Les composantes principales de cette fibre ont comme axe  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 112 \rangle$  et  $\langle 123 \rangle$  alignés avec la direction de laminage. La figure (II.6b) montre qu'elle contient les deux paires d'orientations équivalentes  $(111)[1-10]$ ,  $(111)[1-21]$ ,  $(111)[0-11]$  et  $(111)[-1-12]$  (Fig.II.6) [3].

Cependant, dans de nombreux cas, les caractéristiques importantes de texture peuvent être interprétées par une seule section ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ) et la plupart des auteurs préfèrent de discuter l'évolution des textures des aciers uniquement en termes de cette section. La figure II.6b présente les principales composantes des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  (symétrie orthorhombique). Cependant, dans quelques cas, la symétrie triclinique de l'échantillon où  $\varphi_1$  varie de  $0^\circ$  à  $360^\circ$  présente la texture d'une façon plus rigoureuse et avec plus de détails; comme l'axe  $[111]$  est un axe de symétrie d'ordre 3. Les composantes des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  sont répétées chaque  $120^\circ$  de  $\varphi_1$ . La figure II.6c montre les positions des orientations de la fibre  $\gamma$ .



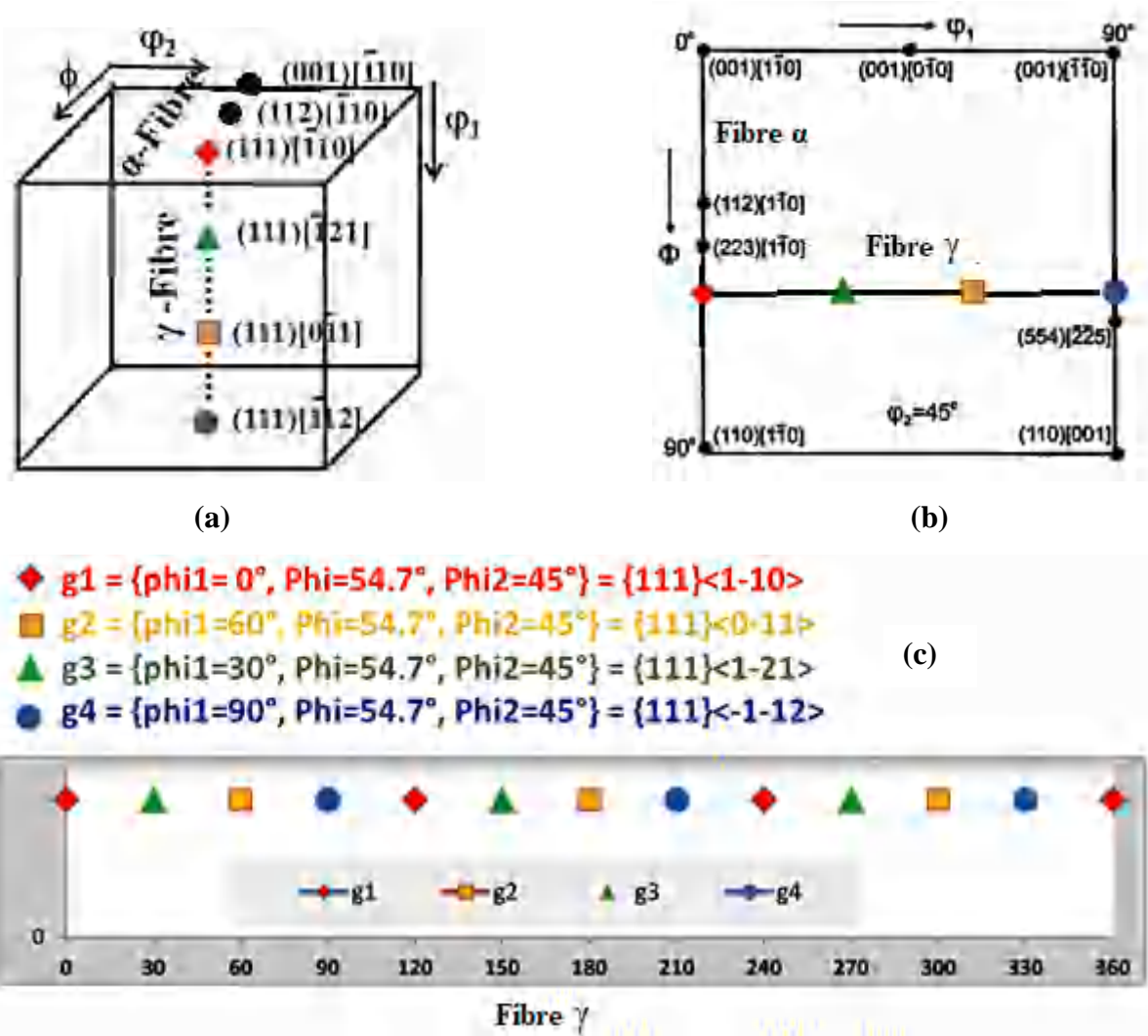


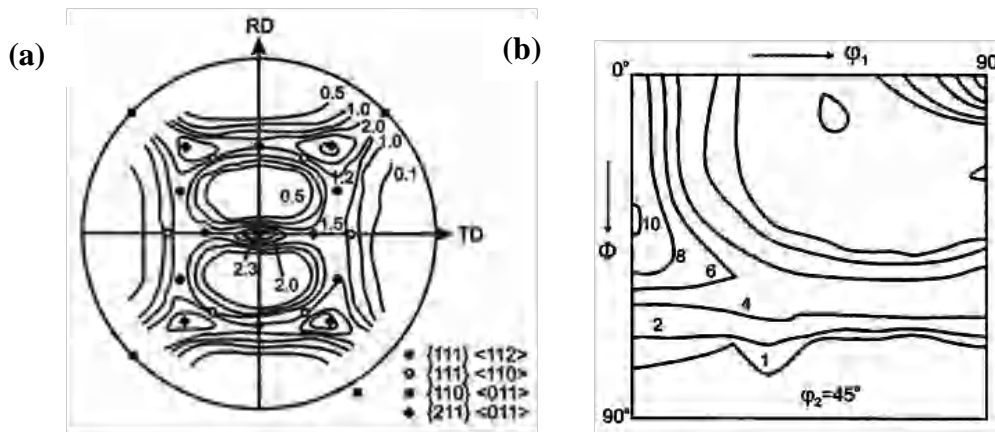
Fig. II.6. Orientations des deux fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  (a) dans l'espace d'Euler et (b) dans la Section  $\phi_2=45^\circ$  (c) Présentation de la fibre  $\gamma$  en utilisant la symétrie triclinique.

Notant qu'aucune symétrie de l'échantillon n'est appliquée, ce qui nécessite la représentation complète pour le premier angle d'Euler  $\phi_1$  de 0 à 360°, donc la symétrie triclinique présente la texture d'une façon plus rigoureuse et avec plus de détails (Fig. II.6c).

#### II.4.1. Textures de déformation

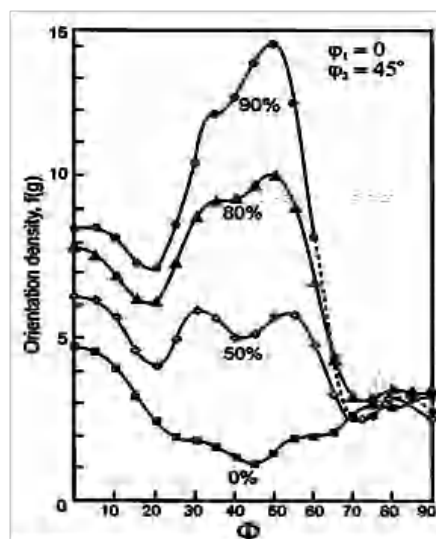
Les textures de déformation des métaux et des alliages de structure cubique centrée (CC) sont généralement plus complexes que ceux des métaux de structure cubique à faces centrées (CFC). La plupart des recherches sur les textures des aciers vient de l'équipe de Hutchinson et Lücke [55-56]. La texture de laminage du fer et des aciers à faible teneur en carbone est largement indépendante de la composition et des variables de traitement, et même les grandes hétérogénéités microstructurales (les bandes de cisaillement) ont peu d'effet. La figure II.7a

montre une figure de pôles directe  $\{200\}$ , typique de ces aciers où les positions des quatre orientations importantes:  $\{111\} \langle 112 \rangle$ ,  $\{110\} \langle 011 \rangle$ ,  $\{211\} \langle 011 \rangle$  et  $\{111\} \langle 110 \rangle$  sont mises en évidence. La section  $\varphi_2 = 45^\circ$  présente également la texture d'un acier IF laminé à froid (Fig. II.7b).



**Fig. II.7. (a) Figure de pôles  $\{200\}$  de texture de laminage d'un acier à faible teneur en carbone laminées à froid jusqu'à 90%, (b) Section  $\varphi_2 = 45^\circ$  de la FDOC d'un acier IF laminé à froid [56].**

Au cours du laminage la fibre  $\alpha$  s'intensifie assez uniformément jusqu'à  $\sim 70\%$  de réduction, mais avec plus de laminage l'intensité des composantes  $\{112\} \langle 110 \rangle$  et  $\{111\} \langle 110 \rangle$  devient plus importante. La fibre  $\gamma$  est relativement uniforme à une réduction allant jusqu'à 80%, par la suite la composante  $\{111\} \langle 110 \rangle$  se renforce (Fig. II.8).

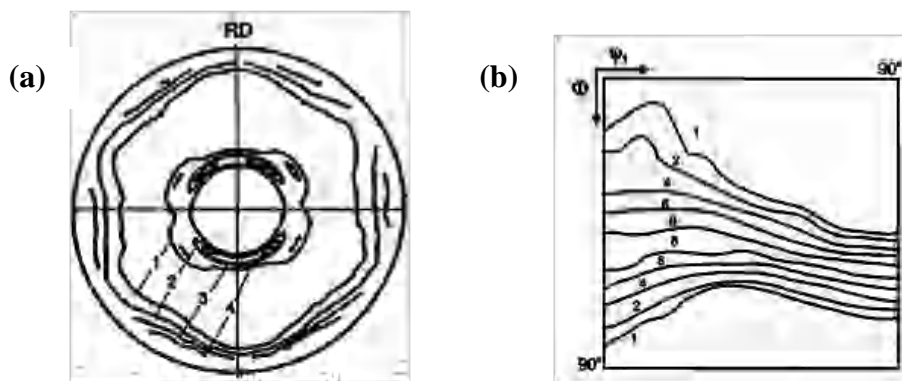


**Fig. II.8. Evolution de la texture au cours du laminage d'un acier IF montré par la densité d'orientation le long de la fibre  $\alpha$  [57].**

### II.4.2. Textures de recristallisation

Les textures de recristallisation se développent au cours du recuit des métaux déformés. Ces textures sont en grande partie responsables de la directionnalité des propriétés observées dans de nombreux produits finis. Leurs origines représentent une source de beaucoup d'intérêts scientifiques. Les textures de recristallisation sont liées à la germination, à l'orientation, la vitesse de germination dans les inhomogénéités de différents types, l'environnement de l'orientation, la nature de l'énergie et à la mobilité des joints de grains de diverses orientations. La détermination des microtextures par la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD), permet à répondre certaines questions, notamment la corrélation entre l'orientation locale et la microstructure. Les tôles d'acier à faible teneur en carbone sont un produit d'une grande importance industrielle. L'optimisation de leurs propriétés à travers la texture, la taille des grains, la composition, la dispersion de particules en deuxième phase et le traitement à chaque étape de production est d'un intérêt continu.

Emren et al. [58] ont fait une étude approfondie sur le développement des textures dans des aciers calmés à l'aluminium et des aciers sans interstitielles (IF). Les textures des deux matériaux laminés à 80% de réduction et recuits à 700° C sont fondamentalement semblables. La figure de pôles  $\{110\}$  de l'acier IF est présentée dans la figure (II.9a). La figure (II.9b) montre une texture typique de recristallisation tracée dans la section  $\phi_2 = 45^\circ$ . Il est clair que la texture de recristallisation est semblable à la texture de laminage de la figure (II.7). La texture de recristallisation peut donc être décrite par référence aux deux fibres utilisées précédemment pour l'état laminé, à savoir, les fibres  $\alpha$  et  $\gamma$ .

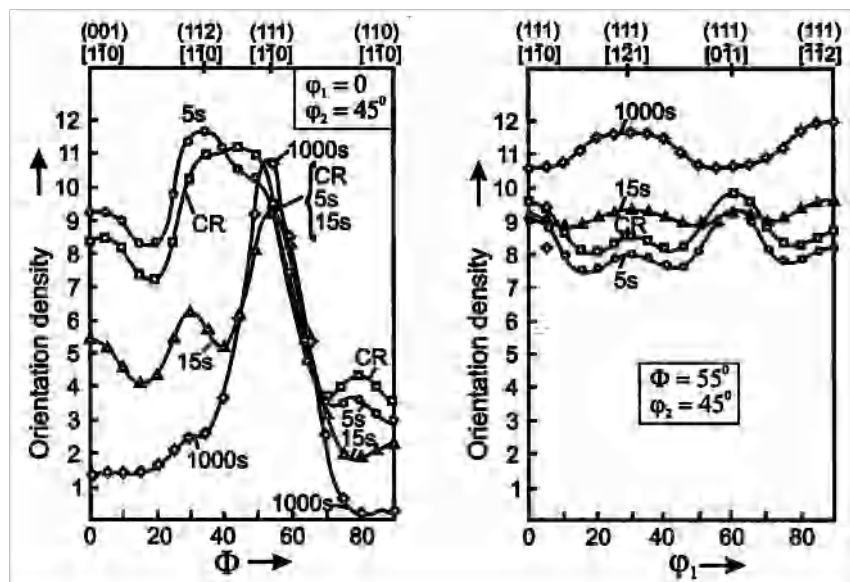


**Fig. II.9. (a) Figure de pôle  $\{110\}$  de textures de recristallisation d'un acier IF après 80% de réduction par laminage à froid [56]. (b) Section  $\phi_2 = 45^\circ$  de la FDOC d'un acier IF recristallisé [55].**

Une comparaison avec les textures de déformation correspondants de la figure II.7 montre que les orientations de recristallisation sont généralement proches des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$ , bien qu'une grande partie de la fibre  $\alpha$  est éliminée en recristallisation, en particulier la gamme d'orientations allant de (001) [1-10] à (112) [1-10]. La fibre  $\gamma$  est relativement inchangée.

L'examen de l'évolution de texture pendant le recuit à 700°C d'un acier dégazé sous vide (Fig.II.10) présente une diminution d'intensité des orientations proche de  $\{112\}\langle 110\rangle$  et  $\{001\}\langle 110\rangle$  et une augmentation de l'intensité de la composante  $\{111\}\langle 112\rangle$ . La composante  $\{111\}\langle 110\rangle$  demeure stable.

L'effet le plus important de la recristallisation est la réduction de l'intensité de la fibre  $\alpha$ . La fibre  $\gamma$  reste relativement stable. L'évolution de la texture globale au cours de la recristallisation se fait généralement en deux étapes : la texture globale évolue peu jusqu'à une fraction recristallisée comprise entre 50% à 70%, tandis qu'au delà de ce pourcentage, l'évolution de la texture est caractérisée par une décroissance de l'intensité de la fibre  $\alpha$  et une augmentation de l'intensité de la fibre  $\gamma$ . Cette évolution a été détaillée par des mesures d'orientations locales par EBSD à différentes étapes de la recristallisation, en distinguant les parties écrouies et recristallisées du matériau.



(a)

(b)

Fig. II.10. La densité d'orientation  $f(g)$  le long des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  pour différentes conditions de recristallisation, d'un acier laminé à froid à 85% après un recuit de 700°C. (a) le long de la fibre  $\alpha$ , (b) le long de la fibre  $\gamma$  [58].

Les résultats obtenus sur des Al-K et des IF-Ti laminés à un taux de réduction de 70% [59], sur un IF-Ti laminé à 75% [60] et sur un IF-Ti laminé à 80% [61] ont montré que les orientations des premiers germes appartiennent à la fibre  $\gamma$ . La texture de ces germes est proche de celle obtenue après recristallisation complète. Des mesures d'orientations locales de la matrice environnante ont également montré que ces premiers germes apparaissent essentiellement dans les grains écrouies ayant des orientations moyennes appartenant à la fibre  $\gamma$  [62].

Pour les aciers, rappelons que la texture présente deux fibres ( $\alpha$  :  $\{hkl\}\langle 110\rangle$  et  $\gamma$  :  $\{111\}\langle uvw\rangle$ ) après déformation, et que la fibre  $\gamma$  se développe de manière privilégiée au cours de la recristallisation. Seule la section  $\varphi_2 = 45^\circ$  de FDOC, où apparaissent les principales caractéristiques de la texture, est présentée dans cette étude.

### II.5. Mécanismes de formation des textures de recristallisation

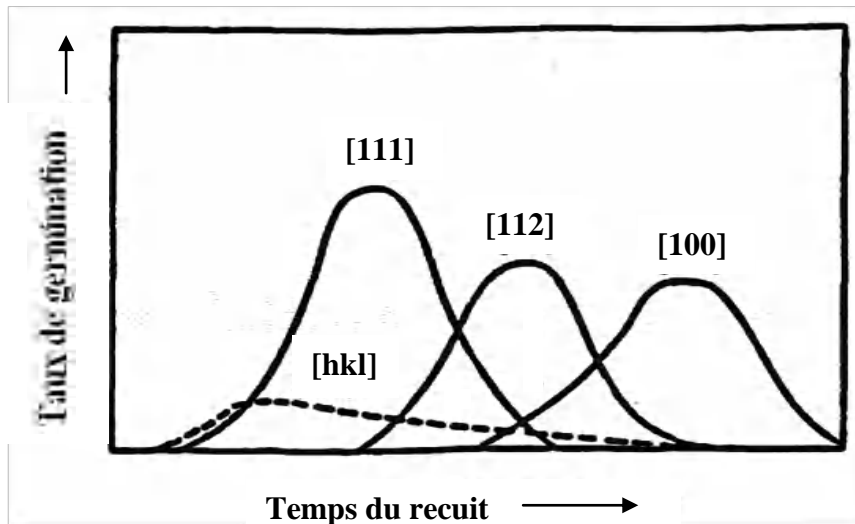
La formation d'une texture de recristallisation peut être attribuée à deux phénomènes prépondérants : soit une forte sélection de l'orientation des germes, soit une croissance privilégiée de germes ayant une orientation particulière. Ces deux mécanismes sont appelés respectivement germination orientée et croissance orientée.

La germination orientée est le développement de germes d'orientation particulière; Hutchinson [63] a montré que dans le cas des aciers doux, la vitesse de germination  $V$  varie suivant l'orientation du grain dans lequel il se forme. Il a ainsi établi le classement suivant:

$$V_{\{100\}} < V_{\{112\}} < V_{\{111\}} \quad (\text{II.12})$$

Ces écarts de comportement sont attribués à l'amplitude de l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation. Les germes se forment préférentiellement dans les grains ayant la plus forte énergie emmagasinée.

Lorsqu'on a un mécanisme de germination orientée, la vitesse de croissance des germes est indépendante de leur orientation.



**Fig. II.6. Représentation schématisée de la germination pendant le recuit d'un acier doux [63].**

La croissance orientée correspond à la migration préférentielle de joints de grains présentant une certaine désorientation, comme par exemple les joints de coïncidence dont le rôle a été étudié dans l'aluminium par Gottstein et Shvindlerman [64]. Il semble toutefois qu'il faut également tenir compte de la pureté du métal. En effet, la mobilité du joint dépend de la concentration en impuretés qui ségrégent au voisinage du joint.

Par conséquent, nous pouvons différencier ces deux mécanismes en supposant que lorsqu'il y a germination orientée, la texture des premiers grains est comparable à la texture finale ; lorsqu'il y a croissance orientée, les premiers germes ont des orientations aléatoires et ce n'est qu'au cours de la croissance que la texture se développe.

## II.6. Analyse des textures cristallographiques

La technique la plus généralement utilisée pour mettre en évidence la texture cristallographique est la diffraction des rayons X (DRX) [42,65]. On utilise aussi la diffraction des neutrons, pour les textures globales, la diffraction électronique, et celle des électrons rétrodiffusés (EBSD), pour la détermination des textures locales [66-67]. Dans notre travail nous avons utilisé la diffraction des électrons rétrodiffusés.

## II.6.1. Mesure des Textures par Diffraction des rayons X (DRX)

### II.6.1.1 Introduction

A l'origine conçue pour l'identification des phases cristallines, la diffraction des rayons X est utilisée depuis les années 1930 pour la mesure de contraintes de la détection de microdéformations. En effet les pics de diffraction sont affectés par les petites modifications du réseau. Ainsi, une déformation uniforme entraîne un décalage des pics soit vers les grands angles, soit vers les plus petits angles. Au contraire, un élargissement des pics signe une déformation non uniforme liée à un endommagement par fatigue où le comportement mécanique microscopique non homogène conduit à une localisation de la déformation.

### II.6.1.2. Principe

La diffraction de rayons X (DRX) permet de mesurer la texture globale du matériau, c'est-à-dire l'orientation moyenne de tous les grains.

La DRX est basée sur la loi de Bragg qui donne, pour une famille donnée de plans cristallographiques de distance inter-réticulaire ( $d$ ), la relation pour qu'il y ait diffraction entre l'angle d'incidence du faisceau ( $\theta$  ou angle de Bragg) par rapport aux plans considérés, sa longueur d'onde ( $\lambda$ ) est :

$$2.d.\sin\theta=n.\lambda \quad (\text{II.13})$$

Avec  $n$  (entier), l'ordre de diffraction.

La détermination de la texture par DRX passe par la mesure de figures de pôles à l'aide d'un goniomètre de texture. Les figures de pôles expérimentales permettent le calcul de la densité de pôles  $P_{h_i}(\mathbf{y})$  qui correspond à la fraction volumique de cristallites dont la normale  $\mathbf{h}_i$  au plan (hkl) est parallèle à une direction  $\mathbf{y}$  du repère de l'échantillon (Eq. II.14).

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{h_i}(\mathbf{y}) \quad (\text{II.14})$$

La mesure des textures cristallographiques utilise la méthode dite de Schulz [68].

Un faisceau parallèle de RX contenu dans le plan horizontal est dirigé vers le centre commun à tous les mouvements de rotation du goniomètre (Fig. II.11). Dans ce même plan horizontal, le détecteur de photons X est positionné dans une direction faisant un angle  $2\theta$  par rapport au faisceau incident de RX. La valeur de l'angle  $\theta$  est liée à la distance des plans réticulaires sur lesquels on mène l'expérience de diffraction par la relation de Bragg (Eq.II.13).

Une intensité proportionnelle à la densité des pôles ( $\mathbf{hkl}$ ) pointant dans la direction  $\mathbf{y}$  est détectée par des mouvements de rotation combinés au goniomètre, on fait coïncider la direction  $\mathbf{y}$  avec le vecteur de diffraction porté par la bissectrice de l'angle formé par le faisceau incident de RX et la direction du détecteur.

Ainsi pour amener tous les plans en position de diffraction, l'échantillon doit être mis en mouvement par une première rotation autour de la normale de l'échantillon, caractérisée par l'angle d'azimut  $\phi$ , et par une seconde rotation de déclinaison d'angle  $\chi$ . La déclinaison est généralement limitée à  $70^\circ$  car au delà le faisceau diffracté s'élargit de sorte que le compteur ne peut recueillir qu'une partie de l'intensité (défocalisation).

A chaque position ( $\chi, \phi$ ), le compteur détecte une intensité  $\mathbf{I}_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y})$  (nombre de coups par unité de temps) proportionnelle à la densité de pôles  $\mathbf{P}_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y})$ . Les intensités diffractées correspondant aux pôles ( $\mathbf{hkl}$ ) peuvent être représentées par des lignes d'isointensité sur la sphère des pôles ou sur le cercle équatorial par projection stéréographique. Le calcul de la fonction de la distribution des orientations cristallines à partir de l'intensité diffractée requiert la correction des données brutes, entachées d'erreurs [69]. La densité de pôles est proportionnelle à l'intensité corrigée des effets de défocalisation et de bruit de fond par le coefficient de normalisation  $\mathbf{N}_i$  :

$$\mathbf{P}_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y}) = \mathbf{N}_i \mathbf{I}_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y}) \quad (\text{II.15})$$

La détermination de la fonction de distribution des orientations,  $f(\mathbf{g})$ , nécessite la solution de l'équation fondamentale

$$\mathbf{P}_{\mathbf{h}_i}(\mathbf{y}) = \int_{\mathbf{h}_i // \mathbf{y}} \mathbf{f}(\mathbf{g}) \mathbf{d}\mathbf{g} \quad (\text{II.16})$$

Le symbole ( $\mathbf{h}_i // \mathbf{y}$ ) indique que l'intégrale est calculée pour tous les cristallites dont les normales  $\langle \mathbf{h}_i \rangle$  aux plans  $\{\mathbf{hkl}\}$  sont parallèles à une direction  $\langle \mathbf{y} \rangle$  dans le repère de l'échantillon [70].

Le calcul de la FDOC à partir des valeurs des figures de pôles mesurées utilise la méthode Harmonique, avec un développement jusqu'à  $\mathbf{I}_{\max}$  (en général égal 34), un calcul des parties paire et impaire ainsi qu'une procédure pour assurer la positivité [71]. Les résultats ensuite sont présentés sous forme de ligne d'isointensité dans des coupes de l'espace d'Euler. La texture mesurée par diffraction de RX est une mesure globale, à la surface de l'échantillon, que nous supposons représentative de la FDOC en volume [72].



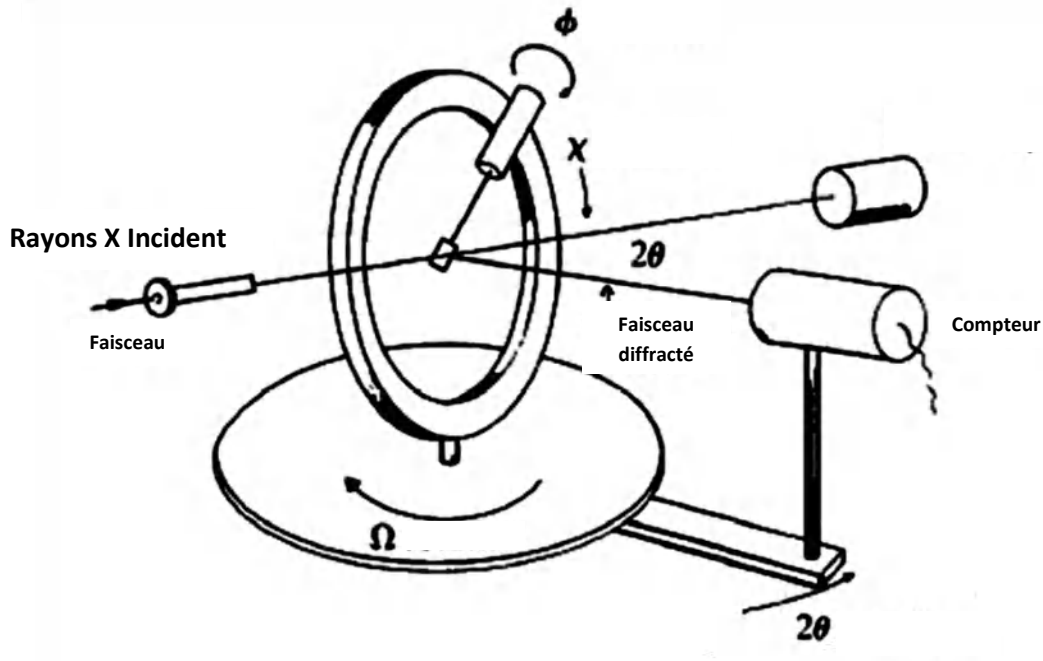


Fig. II.11. Un diffractomètre à 4 cercles.

## II.6.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

### II.6.2.1. Introduction

En 1928, Shoji Nishikawa et Seishi Kikuchi découvrent pour la première fois la diffraction des électrons sur un cristal de Mica donnant lieu à des lignes dites de Kikuchi. Basée sur le principe de diffraction des électrons sur les plans cristallographiques, la technique EBSD est née. Les électrons rétrodiffusés sont détectés et à chaque point de mesure correspond un cliché de diffraction. L'indexation des lignes de Kikuchi donne accès à l'orientation de cristallite [73]. A partir de 1972 l'EBSD servira à l'identification cristallographique et à l'analyse de texture. Mais ce n'est qu'à partir des années 1980-1990 et grâce au développement de l'informatique que la technique EBSD connaît de grandes progrès et devient telle qu'elle est connue de nos jours.

### II.6.2.2. Principe

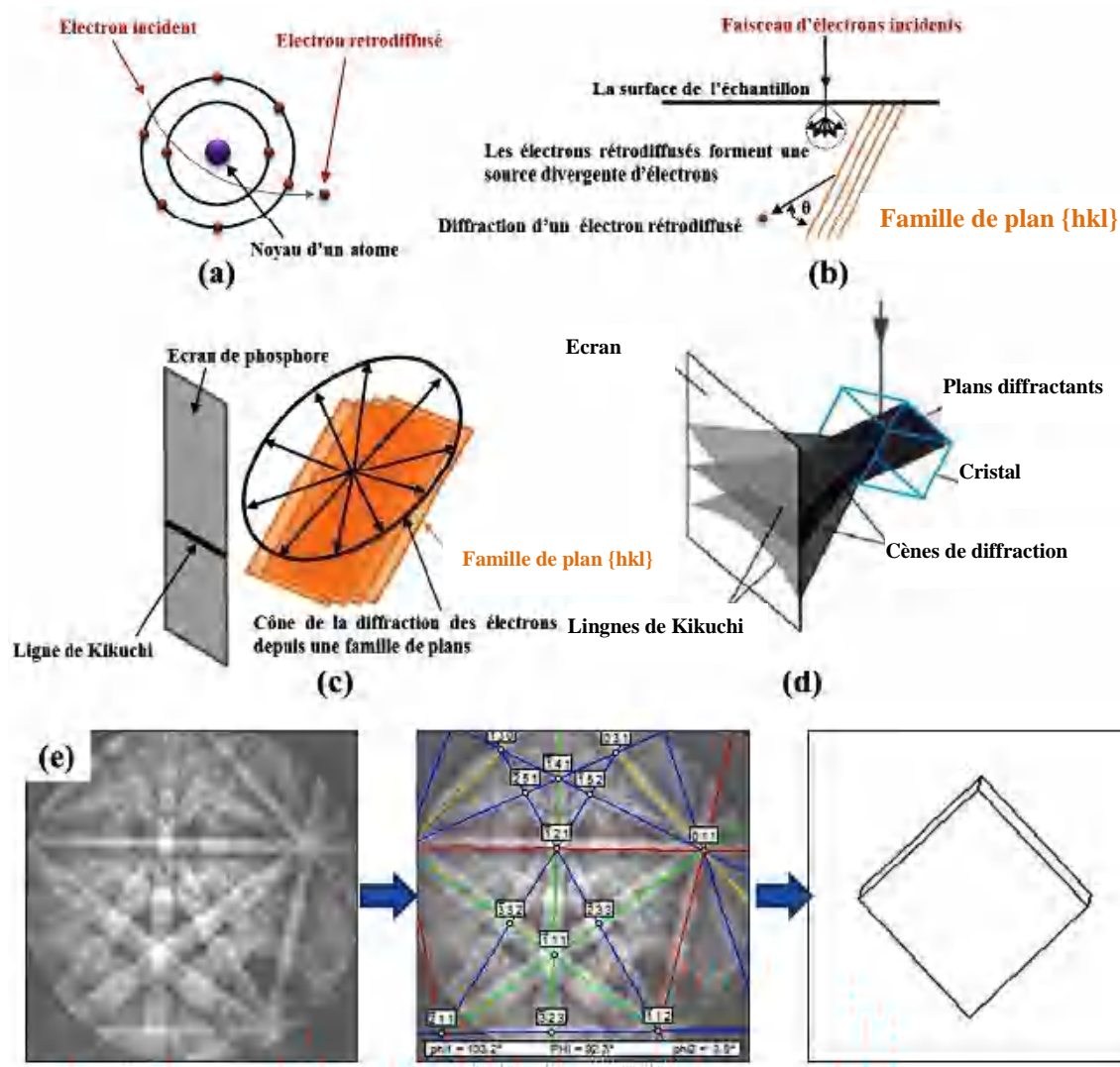
Expérimentalement, le dispositif EBSD est installé sur un MEB (Microscope Electronique à Balayage). L'utilisation de la microscopie électronique à balayage est fondée sur les interactions électrons/matière afin d'observer et/ou d'obtenir des informations sur la surface des échantillons. De ces interactions, plusieurs signaux sont réémis (les électrons secondaires,

les électrons rétrodiffusés, les électrons Auger, et les rayons X). L'EBSD est une technique qui utilise les électrons rétrodiffusés.

Lorsque les électrons incidents arrivent sur l'échantillon, certains ont des interactions quasi-élastiques avec le noyau des atomes de l'échantillon. Puis, ils sont diffusés avec une faible ou "sans" perte d'énergie et leur direction de propagation est alors modifiée par cette interaction (Fig. II.12a). Les électrons diffusés forment une source ponctuelle divergente en sous surface de l'échantillon (Fig. II.12b). La propagation des électrons rétrodiffusés se fait dans toutes les directions et certains d'entre eux peuvent alors être diffractés par les plans cristallins  $\{hkl\}$  des grains d'un matériau cristallisé et satisfaisant la loi de Bragg (c.f. Eq. II.13). Les électrons diffractés par une famille de plans créent un « cône de diffraction » (Fig. II.12c) et lorsque ce cône est intercepté par un écran phosphorescent (l'écran du détecteur), une ligne de Kikuchi est obtenue. En fait, deux lignes de Kikuchi presque parallèles sont obtenues pour une famille de plans (elles forment une bande de Kikuchi) selon la figure II.12d [74]. Par conséquent, pendant l'analyse, plusieurs bandes de Kikuchi peuvent être obtenues. En comparant l'angle entre ces bandes à des angles théoriques, les plans correspondants à chaque bande de Kikuchi peuvent être déterminés et de fait l'orientation du cristal (Fig. II.12e).

Dans le cas d'un faisceau incident d'électrons, les électrons rétrodiffusés, canalisés par les plans cristallins forment une figure caractéristique constituée de pseudo-lignes de Kikuchi. Cette figure fournit des informations sur la symétrie, la qualité et l'orientation du réseau cristallin. Cette canalisation est souvent utilisée pour déterminer l'orientation cristallographique d'une structure monocristalline ou la désorientation entre les grains d'un polycristal. Elle permet également d'évaluer la fraction recristallisée d'un matériau [75-76].

Le point fort de l'analyse EBSD repose sur l'association de l'imagerie avec la diffraction. L'EBSB a été d'abord utilisée pour l'identification des phases cristallines dans des cas complexes (multi-échelle, multi-phase, micro-cristallographique...), lors de la déformation ou lors de recristallisation ainsi que pour les études de la texture [3, 77-82].



**Fig. II.12. Principe de l'EBSD : (a) production des électrons rétrodiffusés, (b) formation de la source ponctuelle divergente d'électrons, (c) formation de la ligne de Kikuchi, (d) formation de la bande de Kikuchi et (e) Détermination de l'orientation d'un cristal à partir du digramme de Kikuchi [3]**

### II.6.2.3. Caractérisation de la microstructure et de la texture

La caractérisation de la microstructure a été principalement faite en microscopie électronique à balayage sur un microscope JEOL JSM 6500 muni d'un canon à effet de champ, sous une tension d'accélération de 20 kV.

Le système EBSD **Channel 5** de HKL Technology nous a permis d'acquérir des cartographies d'orientations sur les différents échantillons, que nous avons pu analyser à l'aide des logiciels de post-traitement.

L'utilisation de cartographies d'orientations permet notamment de:

- Distinguer les différents grains des microstructures, et d'obtenir des statistiques sur leurs attributs ;
- Séparer, souvent de manière univoque, les grains déformés des grains recristallisés ;
- Quantifier les gradients d'orientation dans le cas des microstructures déformées.

Les cartographies d'orientation nous montrent d'une manière générale les orientations à une échelle locale et nous permettent ainsi de les corrélérer avec les différentes caractéristiques microstructurales.

Il faut également souligner que la technique EBSD permet un traitement statistique des données, du fait de l'échelle mésoscopique considérée. En deux décennies, l'EBSD est devenu l'outil incontournable dans les études des états métallurgiques des matériaux. Pour le post-traitement des données EBSD, nous avons utilisé le logiciel ATEX qui représente une nouvelle génération de logiciels d'analyse pour la diffraction des électrons et des rayons X. Ce logiciel est développé au laboratoire LEM3 de l'Université de Lorraine (Metz) par B. Beausir et J.J.Fundenberger [83]. Le logiciel ATEX permet de traiter les données d'analyse de différentes manières. Entre autres, il est possible de:

- Tracer plusieurs cartographies des zones analysées, parmi lesquelles citons, celles d'orientations, de contraste de bande de diffraction (BC), de désorientations internes telles que les cartographies de GOS (c.f. § II.6.2.4.3).
- Détecter les grains et tracer les distributions de tailles de grains.
- Déterminer et tracer les percolations des joints sur les cartographies et tracer les profils de désorientations.
- Déterminer la spécialité des joints de grains.
- Calculer et tracer les densités de GND (c.f. § II.6.2.4.5).
- Construire les figures de pôles directes et inverses.
- Calculer et tracer la fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC).

#### **II.6.2.3.1. Traitement des cartographies d'orientation**

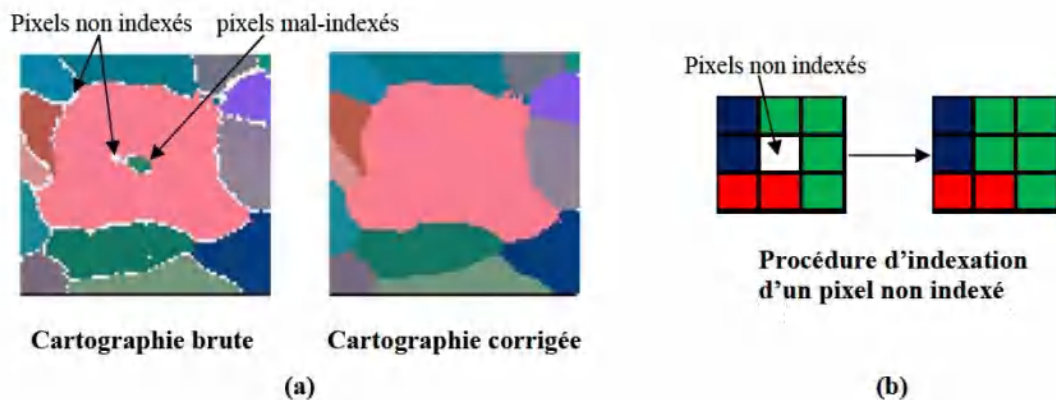
La cartographie d'orientation est constituée d'une liste de pixels de coordonnées ( $x$ ,  $y$ ) auxquels sont attribuées des valeurs relatives à la mesure d'orientation qui y a été entreprise, principalement:

- Un indice de qualité du cliché de diffraction calculé à partir du contraste des bandes détectées sur le cliché (on peut noter que cet indice est défini en tout point de mesure),

– Si le cliché de diffraction a pu être indexé: la phase reconnue, les angles d'Euler ( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ ) qui définissent l'orientation, ainsi que l'écart angulaire moyen entre les bandes détectées et les bandes correspondant à la solution reconnue.

### a) Corrections des cartographies d'orientation

La résolution des bandes de Kikuchi dépend fortement de la densité de défaut dans le volume mesuré. Il est alors souvent difficile d'indexer tous les points de mesures. Les données sont corrigées et reconstruites pour rendre l'information plus exploitable (Fig. II.15).



**Fig. II.15. Procédures de nettoyage 'cleaning' d'une cartographie d'orientations [72].**

La première des corrections consiste à supprimer les pixels isolés. En effet, il existe en général de nombreux pixels dont l'orientation diffère des autres voisins (Fig. II.15a), qui n'appartiennent à aucun grain et dont l'indexation est par conséquent peu fiable. La deuxième correction se fait sur les points non indexés à cause de la mauvaise qualité des diagrammes de diffraction qui est due à l'interférence de deux orientations sur un site se trouvant sur un joint de grains ou aux inclusions (Fig. II.15a). Cette correction consiste à faire une extrapolation par rapport aux premiers voisins de telle sorte que le point non indexé prend l'orientation majoritaire de ses voisins indexés (Fig. II.15b). Ces corrections ont été systématiquement appliquées aux cartographies étudiées. Les cartes obtenues (et donc les tailles de grains calculées) dépendent de la correction appliquée. Il est également important de ne pas trop corriger les données pour ne pas faire grossir artificiellement les grains, par conséquent, ce filtrage est effectué avec précaution, en particulier dans les cas de microstructures déformées ou partiellement recristallisées, dans lesquels les pixels non indexés peuvent être concentrés dans des zones plus ou moins importantes.

Les cartographies en contraste de bande sont utilisées pour visualiser ces microstructures, on y reconnaît les zones où le taux d'indexation est le plus faible comme les zones les plus sombres.

La connaissance de l'orientation pour chaque pixel indexé permet de détecter les grains, qui sont définis comme des regroupements de pixels contigus dont l'orientation est similaire. La détection automatique des grains se fait alors sur un critère de désorientation: les pixels voisins dont la désorientation n'excède pas  $5^\circ$  appartiennent au même grain, une désorientation de plus de  $5^\circ$  entre deux pixels voisins définit donc un joint de grain. Une fois les grains définis, une orientation moyenne est assignée à chacun d'eux.

#### II.6.2.3.2. Mesure de la taille de grains

La surface totale du grain est égale au nombre de pixels qu'il contient, multiplié par le carré du pas de mesure (ou surface d'un pixel):

$$S = n \cdot p^2 \quad (\text{II.17})$$

La taille des grains est la première approximation de la courbure des joints de grains. Cette estimation est basée sur l'hypothèse que la forme des grains peut être grossièrement décrite comme une sphère (un cercle dans le cas d'une image 2D). La reconnaissance de grains est basée sur un algorithme de remplissage par diffusion 'flood fill' [81]. Cet algorithme est une approche simple mais très efficace : un nouvel indice de grains est associé à un pixel donné qui n'appartient pas encore à un grain. La désorientation par rapport à ses plus proches voisins est vérifiée. Si cette désorientation entre les paires considérées de pixels est inférieure à une certaine valeur ( $5^\circ$  dans notre cas), le même indice de grain est affecté au pixel voisin. L'algorithme fonctionne jusqu'à ce que les indices de grains soient attribués à tous les pixels. L'aire ( $S$ ) d'un grain ayant un indice donné est calculée par le nombre de pixels portant l'indice de ce grain. Le paramètre le plus utilisé pour caractériser la taille d'un grain est le diamètre équivalent  $D_{eq}$ , ce diamètre est celui du cercle ayant la même surface ( $S$ ) que le grain considéré. Le diamètre équivalent est donc obtenu par :

$$D_{eq} = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} \quad (\text{II.18})$$

Après la détection de ces grains, un deuxième filtrage des données est réalisé. Il consiste à supprimer tous les grains dont la taille est inférieure à 3 pixels, ainsi que les paquets de pixels isolés résultant des erreurs d'indexations [54,84].

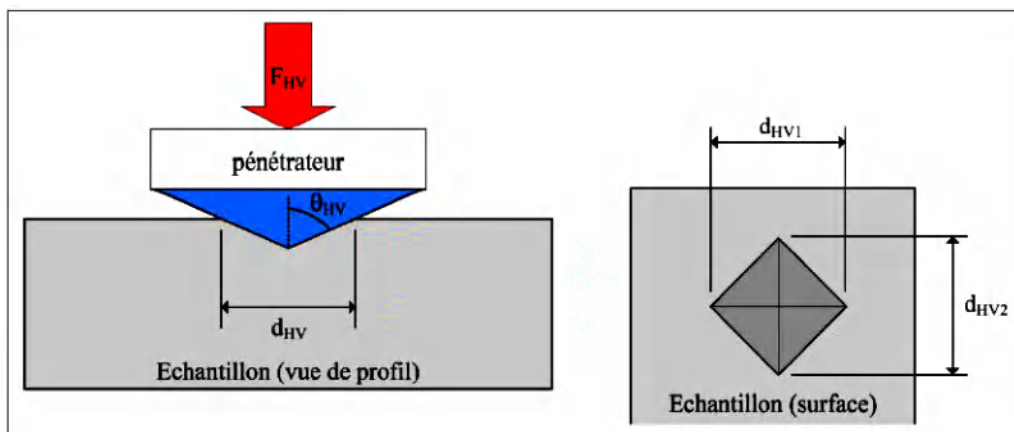
### II.6.2.4. Paramètres de caractérisation de l'état métallurgique du matériau

L'EBSD offre plusieurs approches de l'évaluation de l'état métallurgique des matériaux, en déformation ou en recristallisation. Plusieurs critères montrent sa capacité à représenter les états recristallisés ou déformés sont maintenant reconnus et utilisés. Nous rappelons dans cette partie la méthode de mesures de microduretés Vickers et aussi des paramètres deduits de l'EBSD notamment les désorientations internes à l'intérieur des sous grains et des grains qui sont également des indicateurs sur l'énergie emmagasinée. Ces paramètres sont très utiles pour le suivi des états métallurgiques des matériaux.

#### II.6.2.4.1. Mesures de microdureté

La dureté d'un matériau définit sa résistance à la pénétration d'un indenteur sous charge. De manière conventionnelle et souvent lors de traitement de surface, la dureté est utilisée sous forme de filiation à charge constante sur une section transverse pour mesurer les gradients de propriétés, de la surface traitée jusqu'au cœur du matériau. Plus la profondeur de pénétration sera faible pour une charge donnée, plus le matériau sera considéré dur.

La méthode d'indentation Vickers utilise un pénétrateur pyramidal à base carrée et de demi-angle au sommet  $\theta_{HV}$  (Fig. II.16)



**Fig. II.16. Schéma de la mesure de dureté par indentation Vickers.**

Une fois l'indentation réalisée, la dureté du matériau est déterminée à partir de la taille moyenne des diagonales selon la formule :

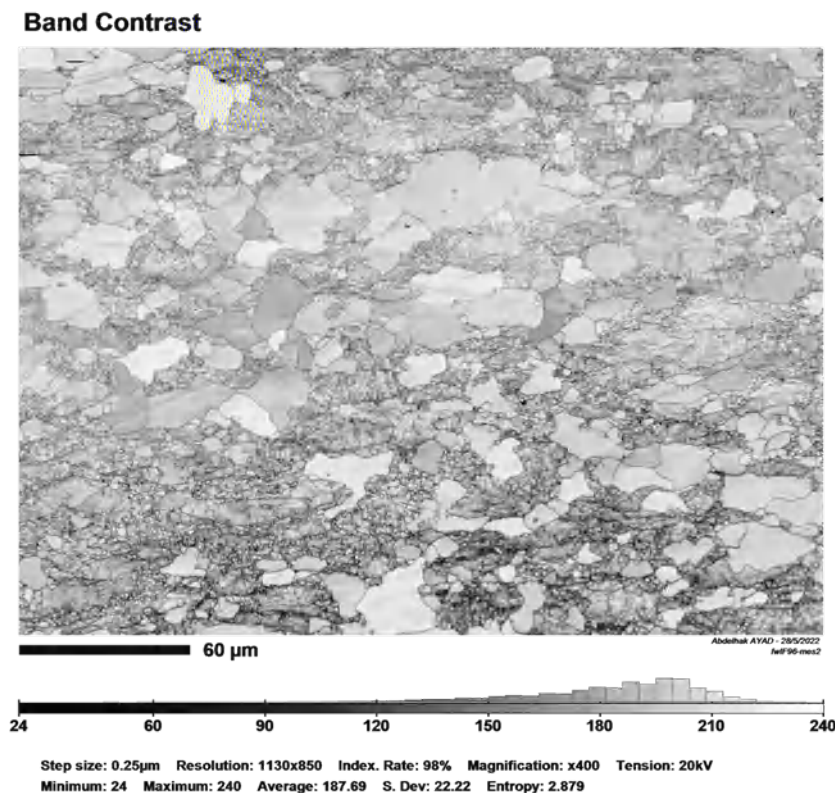
$$H_V = 0.189 \cdot \frac{F_{HV}}{d_{HV}} \quad (\text{II. 19})$$

Avec :  $H_V$  la dureté mesurée,  $F_{HV}$  la force appliquée et  $d_{HV}$  la longueur moyenne des diagonales calculée à partir de  $d_{HV1}$  et  $d_{HV2}$ .

La détermination de la microdureté doit être réalisée avec soin car ses paramètres ont une influence importante sur le résultat final et permettent de donner une première indication sur l'évolution de la recristallisation pendant le recuit [85].

#### II.6.2.4.2. Indices de qualité (IQ) (ou Contraste de bandes, BC)

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



**Fig. II.17. Cartographie de distribution BC sur un échantillon d'acier IF à 50 % de recristallisation.**

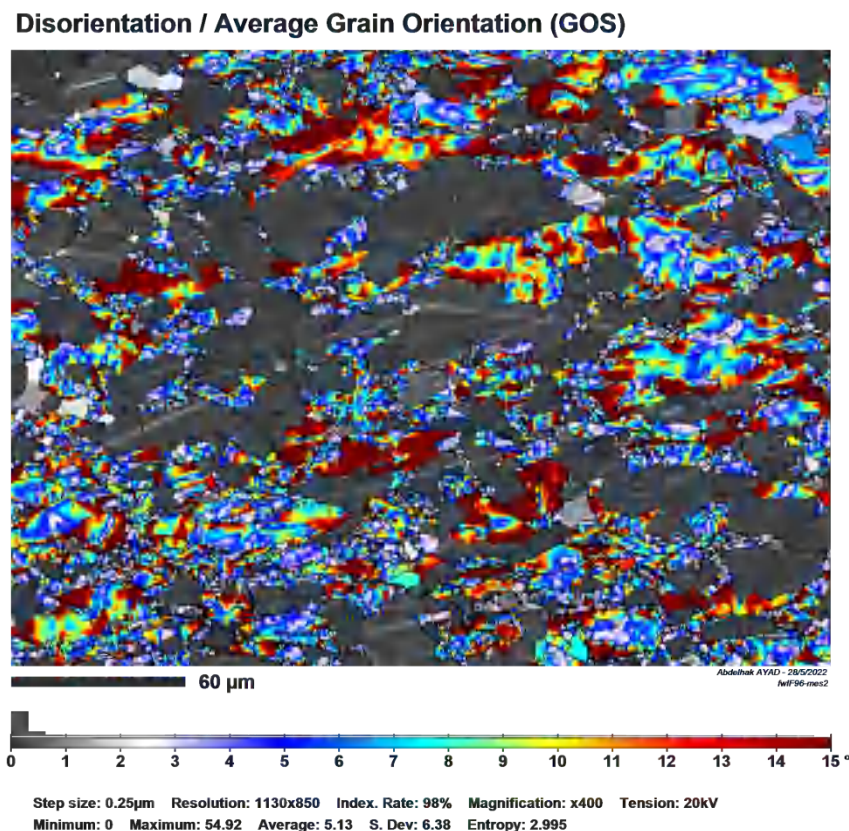
Cet indice de qualité (IQ) ou contraste de bandes (BC) est donc lié à la netteté des bandes dans les diagrammes de diffraction de Kikuchi. C'est un moyen efficace pour reconstruire la



microstructure (Fig. II.17). Ce dernier est affecté par les gradients de la quantité de déformation élastique locale présente à chaque point du réseau.

#### II.6.2.4.3. Grain Orientation Spread (GOS)

La Figure II.18 montre une cartographie de la distribution de GOS de l'un des échantillons considérés dans cette étude, qui présente 50% de fraction recristallisée. GOS mesure les variations de désorientations, il est calculé avec la désorientation moyenne entre tous les pixels pairs d'un grain [86].



**Fig. II.18. Cartographie de distribution de GOS sur un échantillon d'acier IF à 50 % de recristallisation.**

Ce paramètre permet de calculer la dispersion d'orientations dans un grain. Par défaut, un grain est défini par une zone qui contient au moins deux pixels et la désorientation entre deux pixels voisins est inférieure à un angle critique.

Pour un grain numéroté  $i$ , son étalement d'orientation des grains,  $GOS(i)$ , est défini comme [87-89] :

$$\text{GOS}(i) = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{j=n_i} \omega(\mathbf{g}_j, \langle \mathbf{g}_i \rangle) \quad (\text{II. 20})$$

Où  $n_i$  est le nombre de pixels du grain numéroté  $i$ ,  $j$  numérote les pixels de ce grain  $i$  et  $\omega(\mathbf{g}_j, \langle \mathbf{g}_i \rangle)$  est l'angle de désorientation entre l'orientation  $\mathbf{g}_j$  d'un pixel et l'orientation moyenne  $\langle \mathbf{g}_i \rangle$  du grain  $i$ .

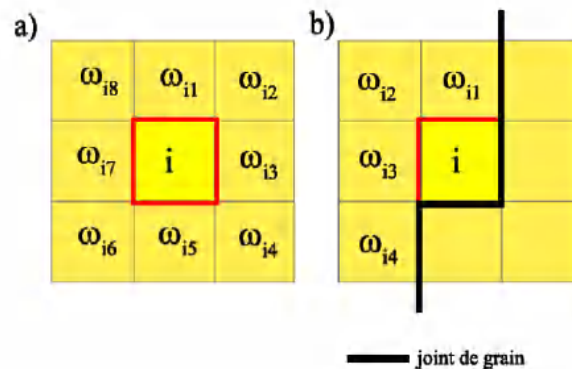
Pour un ensemble de  $N$  grains, la valeur moyenne de GOS peut être définie comme :

$$\text{GOS} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{i=N} \text{GOS}(i) \quad (\text{II. 21})$$

#### II.6.2.4.4. Kernel Average Misorientation (KAM)

Le KAM permet d'étudier la distribution de la désorientation locale. Il représente une approche alternative et complémentaire de BC et des joints à faibles angles (LAGB : Low Angle Grain Boundaries) pour l'évaluation de la plasticité locale [90].

En pratique, le KAM représente la moyenne des désorientations entre un pixel et ses pixels voisins se trouvant dans le même grain. On parle du voisinage du Kernel où le voisinage peut considérer uniquement les premiers voisins ou il peut s'étaler aux nièmes voisins selon les auteurs. Généralement, les désorientations sont mesurées avec les 1<sup>ers</sup> et les 2<sup>èmes</sup> voisins les plus proches. Les figures II.19a et II.19b représentent la construction du voisinage du KAM pour un pixel situé à l'intérieur du grain et au voisinage d'un joint de grain, respectivement.



**Fig. II.19. Considération des premiers voisins pour le calcul de KAM,**  
**a) dans un grain  $j=\{1,8\}$ , b) près d'un joint de grain  $j=\{1,4\}$**

Pour un pixel  $i$  le KAM est donnée par :

$$\text{KAM}(i) = \frac{1}{n_{v_i}} \sum_{j=1}^{j=n_{v_i}} \omega(\mathbf{g}_i, \mathbf{g}_j) \quad (\text{II.22})$$

Où  $n_{v_i}$  est le nombre de pixels voisins du pixel numéroté  $i$ ,  $j$  numérote ces pixels voisins et  $\omega(\mathbf{g}_i, \mathbf{g}_j)$  est l'angle de désorientation entre l'orientation  $\mathbf{g}_i$  du pixel  $i$  et l'orientation  $\mathbf{g}_j$  du pixel

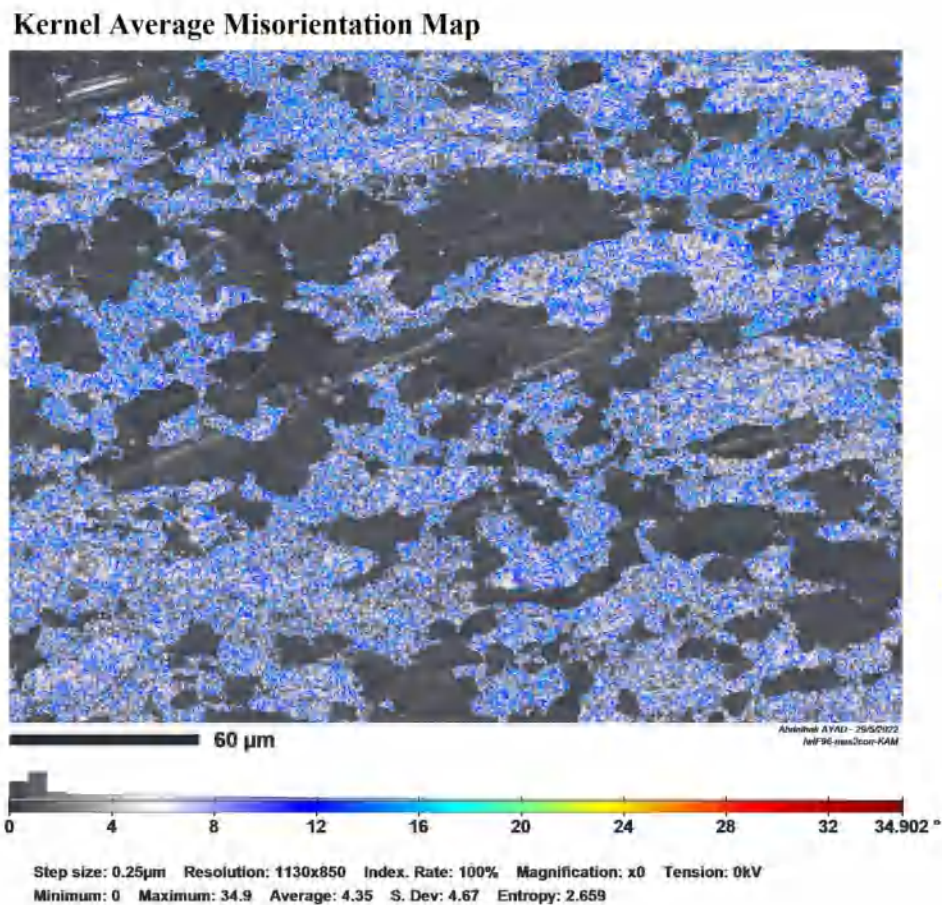
voisin  $j$ . Si un pixel voisin  $j$  n'appartient pas au même grain que le pixel  $i$ , il est exclu de la somme [91-93].

Pour une zone (un grain, par exemple) contenant  $n$  pixels, la quantité moyenne de **KAM** est définie comme :

$$\text{KAM} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^N \text{KAM}(i) \quad (\text{II.23})$$

$\text{KAM}(i)$  est la valeur de **KAM** pour le pixel  $i$  de cette zone.

Dans notre cas où la carte EBSD est calculée sur une grille carrée régulière, nous avons utilisé  $n_{v_i} = 8$  (1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> voisinage) pour le calcul de **KAM**. La figure II.20 montre la distribution de **KAM** pour notre échantillon recristallisé à 50%.



**Fig. II.20** Cartographie de distribution de **KAM** de l'échantillon à 50% de recristallisation.

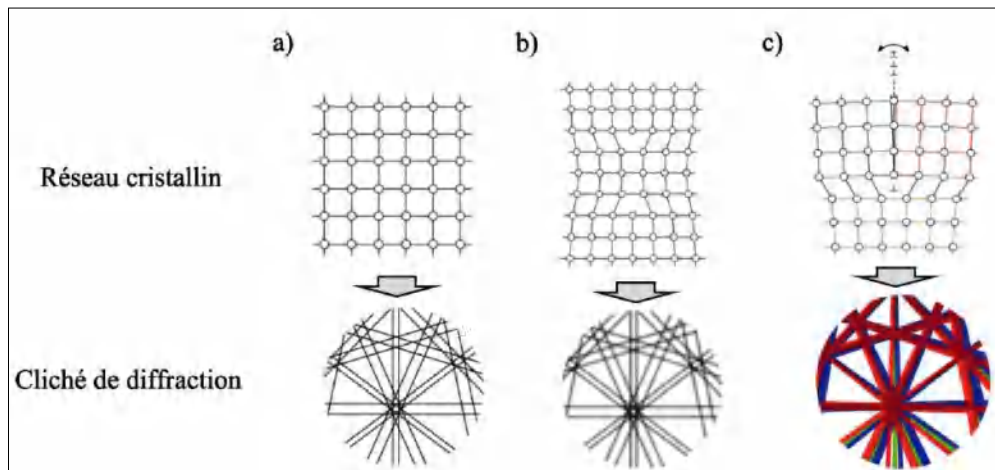
### II.6.2.4.5. Geometrically Necessary Dislocation density (GND)

En effet, la déformation et les arrangements de dislocations associés entraînent deux types de perturbations visibles sur les clichés EBSD [94] :

1- Si l'ensemble des dislocations donne un vecteur de Burgers globalement nul alors on observe une diminution de la qualité du cliché de diffraction. Ces dislocations entraînent également une faible désorientation point à point, allant jusqu'à  $5^\circ$ .

2- Si, dans une zone, l'ensemble des dislocations aboutissent à un vecteur de Burgers résultant non nul, alors il y a une désorientation cristallographique. On parle alors de GND (Geometrically Necessary Dislocations) et l'accumulation de ces dislocations peut mener à la formation d'un sous joint de grain dont la désorientation va jusqu'à  $15^\circ$  (LAGB). Dans ce cas, le cliché de diffraction du volume est la superposition des clichés des deux sous grains. Cela se traduit par un décalage des lignes de Kikuchi.

L'EBSD est généralement utilisée pour déterminer la distribution spatiale des orientations à une échelle locale dans un échantillon et construire des cartes d'orientations. Ainsi, Cette technique permet d'évaluer la déformation par la mesure des désorientations locales dues à l'accumulation de GND. La **figure II.21** illustre l'influence des variations de réseau sur les clichés de diffraction.

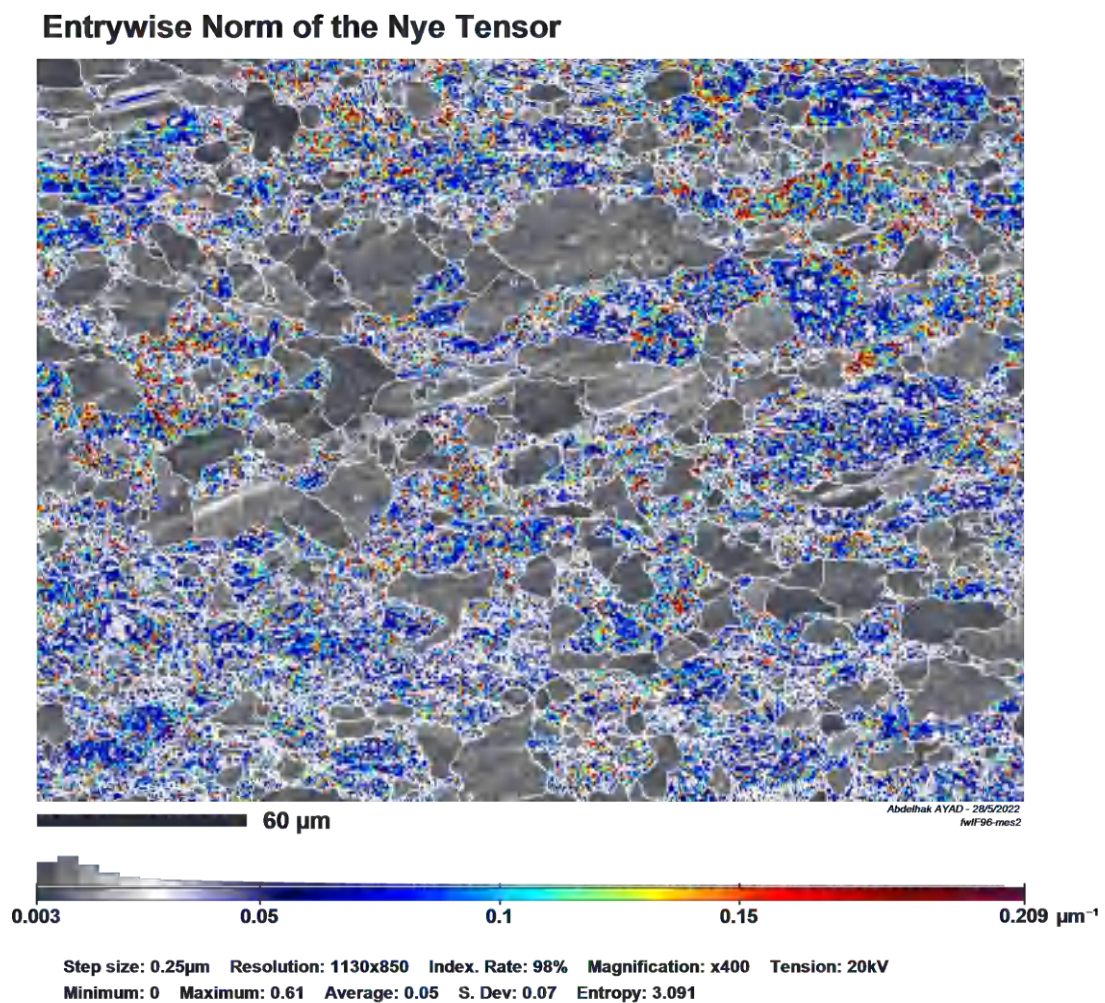


**Fig. II.21. Représentation schématique de l'influence des modifications de réseau sur le cliché de diffraction : a) non déformé, b) avec un vecteur de Burgers global nul, c) dans le cas d'une LAGB, d'après [94]**

L'EBSD est une technique avantageuse pour estimer la densité de GND basée sur l'analyse des désorientations intragranulaires. Une analyse quantitative des GND à partir des données

EBSO peut être effectuée avec deux approches principales. La première approche est basée sur le calcul du tenseur de densité de dislocation proposé par Nye [95]. À partir des données EBSD obtenues d'une coupe 2D de la microstructure, il est possible de calculer directement trois composantes du tenseur de Nye et d'estimer deux autres composantes [96]. Les quatre composantes restantes qui ne sont pas expérimentalement accessibles peuvent ensuite être estimées en minimisant la densité globale de luxation [96-100].

La figure II.22 montre la distribution de densité de GND calculée à partir de la cartographie EBSD de l'échantillon de 50% de fraction recristallisée



**Fig. II.22. Cartographie de densité de GND de l'échantillon d'acier IF de 50 % de recristallisation.**

La seconde approche est plus simple, basée sur l'estimation de la densité GND à partir de l'angle de désorientation entre des points de mesure situés à une distance X donnée l'un de

l'autre. Basé sur le modèle de gradient de déformation proposé par Gao et al. [101], Kubin et Mortensen [102] ont considéré le cas d'une torsion simple et ont relié l'angle de désorientation  $\theta$  à la densité GND avec l'équation suivante:

$$\rho_{GND} = \frac{\alpha\theta}{bX} \quad (\text{II.24})$$

Où  $X$  est la longueur unitaire et  $\alpha$  est constant. Cette formulation a également été proposée par Liu et al. [103] avec  $\alpha$  égal à 2 pour une limite d'inclinaison pure ou 4 pour une limite de torsion pure (puisque une désorientation d'inclinaison peut être prise en charge par un ensemble de dislocations de bord, alors que deux ensembles de dislocations vis sont nécessaires pour une configuration de torsion).

Le principal inconvénient de cette méthode est que plusieurs solutions peuvent être trouvées et que la minimisation de la densité totale de dislocations pour estimer le tenseur de Nye complet peut prendre du temps.

## **Chapitre III : Etude expérimentale de la recristallisation primaire**

### III.1. Introduction

Ce chapitre présente une étude expérimentale complète et détaillée de la recristallisation primaire dans l'acier IF considéré. Il s'articule sur une approche méthodique pour le suivi et l'analyse de ce phénomène afin de permettre une meilleure lecture et compréhension des résultats obtenus.

Nous rappelons en premier lieu le matériau étudié et les démarches suivies pour la mise en œuvre des manipulations et pour l'exploitation des résultats expérimentaux. La technique expérimentale mise en œuvre est la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Ensuite, nous présentons l'évolution globale de la microstructure et de la texture cristallographique au cours de la recristallisation. Une attention particulière est donnée à la détection des grains recristallisés et à l'évolution de cette population, de l'étape de germination jusqu'à la fin de la recristallisation primaire, en termes de : tailles de grains, distributions de tailles de grains et textures cristallographiques afin de quantifier et comprendre l'avancement de ce processus. En fin de ce chapitre, nous quantifions quelques paramètres de la recristallisation primaire, tels que la densité de germes, l'énergie emmagasinée et la mobilité des joints de grains. Ces paramètres qui sont déduits de l'étude expérimentale sont très utiles pour la simulation de la recristallisation primaire.

### III.2. Matériau et préparation des échantillons

La composition chimique de l'acier IF utilisé dans cette étude est donnée dans le tableau III.1.

**Tableau III.1. Composition chimique de l'acier IF**

Element	C	Mn	P	S	N	Si	Cu	Ni	Cr	Al	Ti	Fe
Pd% x10 <sup>-3</sup>	8	196	4	10	31	4	7	18	14	41	97	Bal.

La tôle initiale est une tôle industrielle laminée à chaud de 2,8 mm d'épaisseur ayant subi un laminage à froid jusqu'à 75% de réduction d'épaisseur, avec un laminoir de laboratoire. Afin de générer des échantillons partiellement recristallisés à différents stades de recristallisation, des traitements thermiques isothermes ont été réalisés.



Pour les observations métallographiques, les échantillons sont polis mécaniquement au papier abrasif, jusqu'à la granulométrie (4000), ensuite à la pâte diamantée (3 et 1 $\mu$ m). Les microstructures sont révélées au nital 2% (acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) d= 2% dans l'éthanol). La microscopie optique a servi au contrôle des préparations pour le MEB.

Pour l'analyse des textures, le polissage mécanique des échantillons est suffisant. Par contre, pour la caractérisation par EBSD, un polissage électrolytique après le polissage mécanique est indispensable. Le but de ce polissage est d'éliminer l'écrouissage superficiel induit par le polissage mécanique. Cette étape délicate est importante pour l'obtention de bandes de diffraction de bonne qualité, permettant une bonne indexation de ces diagrammes.

Le polissage électrolytique des échantillons est effectué à une température de ~ 0°C pendant une trentaine de secondes dans un bain constitué de : 120 ml d'eau, 700 ml d'éthanol, 100 ml d'éther monobuthylique de l'éthylène glycol et 78 ml d'acide perchlorique.

Alternativement au polissage électrolytique, nous avons utilisé une suspension de polissage aux oxydes (OPS) qui opère mécaniquement et chimiquement sur l'échantillon. Ceci signifie que la suspension aux oxydes réagit chimiquement avec la surface de l'échantillon, créant une couche de réaction, qui est relativement friable. Cette couche friable est enlevée par les très petites particules abrasives dans la suspension. Ce mécanisme est répété continuellement, ce qui donne un enlèvement de matière très élevé. L'OPS est une suspension à base de silice colloïdale, chimiquement agressive, conçue pour le polissage des matériaux très ductiles. Les reliefs sont éliminés grâce à l'action chimique du caractère alcalin de la suspension. Elle est utilisée après les étapes de polissage à la pâte diamantée.

Après la préparation métallographique, les échantillons ont été analysés par un système EBSD monté sur un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à effet de champ (MEB-FEG) de type 6500F JEOL et piloté par le logiciel AZtec d'Oxford. Le post-traitement des données EBSD a été réalisé à l'aide du logiciel ATEX [83]. Notons que les analyses EBSD ont été effectuées au laboratoire LEM3 (Université de Lorraine, Metz) en collaboration avec Pr. Francis WAGNER.

Nous présentons dans le Tableau III.2 les traitements thermiques des échantillons sélectionnés pour cette étude et certaines caractéristiques de leurs cartographies EBSD notamment la surface et le pas de mesure. L'état laminé à 75% de réduction est noté S\_0, les états de S\_1 jusqu'à S\_5 sont partiellement recristallisés, tandis que l'échantillon S\_6 est complètement recristallisé (recristallisation primaire avec une croissance significative de grains). Pour la

détection des grains, nous avons utilisé une valeur seuil de  $5^\circ$  pour l'angle de désorientation entre deux pixels adjacents, c.à.d. pour tracer les joints de grains.

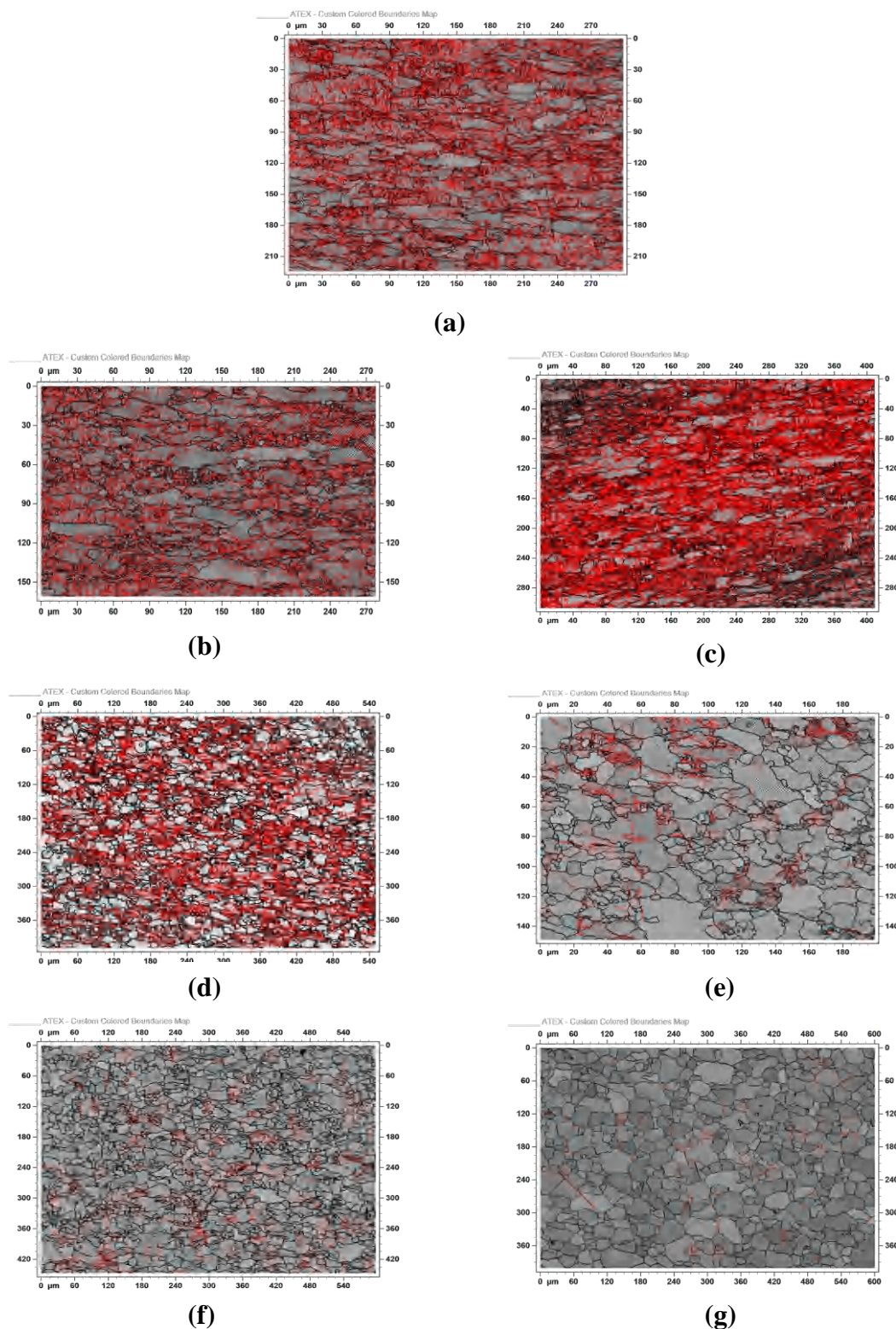
**Tableau III.2. Echantillons utilisés dans cette étude et caractéristiques de leurs cartographies EBSD.**

Echantillon	Traitement thermique	Surface des cartes EBSD ( $\mu\text{m}^2$ )	Le pas ( $\mu\text{m}$ )
S_0	Laminés 75%	66 849	0.15
S_1	630°C-5min	44 771	0.15
S_2	620°C-15min	125 829	0.40
S_3	625°C-60min	225500	0.50
S_4	630°C-30min	29 708	0.15
S_5	630°C-45min	267 307	0.40
S_6	800°C-300min	240 500	0.50

### III.3. Evolution globale de la microstructure et de la texture au cours de la recristallisation

#### III.3.1. Evolution de la microstructure

Les cartographies de contraste de bandes (BC), qui sont déduites de l'analyse EBSD des échantillons étudiés, montrent l'évolution de la microstructure au cours de la recristallisation (Fig.III.1). L'échantillon déformé S\_0 est caractérisé par une microstructure typique de déformation par laminage à froid où les grains sont allongés dans la direction de laminage (Fig. III.1a). Au début de la recristallisation (S\_1), nous remarquons la présence de petits volumes relativement parfaits qui apparaissent principalement aux anciens joints des grains de la microstructure déformée (Fig. III.1b). La création de joints à forte désorientation permettent potentiellement la création de germes de recristallisation, ces derniers croissent progressivement au dépend des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres (Fig. III.1c, III.1d, III.1e et III.1f) et consomment toute la matrice déformée (Fig. III.1g).



**Fig. III.1. Cartographie de contraste de bande (BC) des échantillons : (a) S\_0, (b) S\_1, (c) S\_2, (d) S\_3, (e) S\_4, (f) S\_5 et (g) S\_6 (les joints de grains ayant un angle de désorientation entre  $5^\circ$  et  $15^\circ$  sont en rouge et ceux avec une désorientation supérieure à  $15^\circ$  sont en noir).**

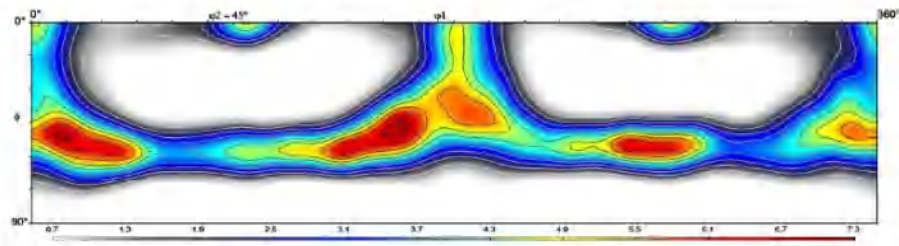
### III.3.2. Evolution de la texture

Au cours de la recristallisation, le matériau tend à minimiser son énergie libre et par conséquent son état de contrainte et cela par la réduction de sa densité de dislocations et de la surface totale des joints de grains qui seront absorbées par le mouvement des joints à grands angles (HAGBs : High Angle Grain Boundaries).

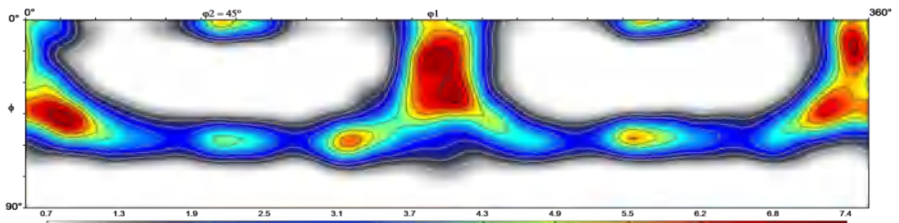
Dans les aciers IF, la fibre  $\gamma$  croit de manière favorisée lors d'un recuit de recristallisation. Cette tendance est confirmée dans la présente étude où la texture de l'échantillon laminé à 75% est caractérisée par l'existence des deux fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  : la fibre  $\alpha$  est plus homogène et la fibre  $\gamma$  présente un maximum étalé de la FDOC ( $f(g)=7.3$ ) autour de l'orientation  $\{111\}\langle\bar{1}\bar{2}1\rangle$  (correspondant aux 3 orientations  $\varphi_1 = \{30^\circ, 150^\circ, 270^\circ\}$ , avec  $\phi=55^\circ$ ,  $\varphi_2=45^\circ$ ) (Figure III.2a).

Au début du recuit où le mécanisme principal est la croissance des nouveaux grains dans la matrice déformée, une texture avec principalement une fibre  $\gamma$  se forme. Effectivement, après 5 minutes de recuit à  $630^\circ\text{C}$  (S\_1), il y a dans la fibre  $\gamma$  des orientations préférentielles autour de l'orientation  $(111)[0\bar{1}1]$  (correspondant aux 3 orientations  $\varphi_1 = \{0^\circ, 120^\circ, 240^\circ\}$ ,  $\phi=55^\circ$  et  $\varphi_2=45^\circ$ ) et quelques orientations hors de la fibre  $\gamma$ . Au cours du recuit, les orientations hors de la fibre  $\gamma$  ont tendance à disparaître et la répartition des orientations le long de la fibre  $\gamma$  devient plus uniforme (Figures III.2c, III.2d, III.2e). La fonction de texture montre un maximum sur la fibre  $\gamma$  autour de l'orientation  $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$  (correspondant aux 3 orientations  $\varphi_1 = \{30^\circ, 150^\circ, 270^\circ\}$ , avec  $\phi=55^\circ$ ,  $\varphi_2=45^\circ$ ), avec  $f(g)=10.5$  pour l'échantillon S\_5 ( $630^\circ\text{C}, 45\text{min}$ ).

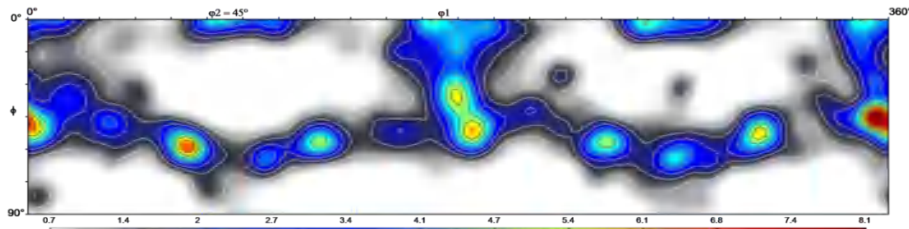
Effectivement Pour la gamme des taux de déformation allant de 55% à 80%, le mécanisme de recristallisation peut se décrire de la façon suivante : les grains écrouis dans lesquels apparaissent les premiers germes ont des orientations de la fibre  $\gamma$  et produisent des grains recristallisés avec des orientations réparties uniformément le long de la fibre  $\gamma$ . Ces premiers germes croissent d'abord dans les grains écrouis, dans lesquels ils sont apparus avant de croître dans le reste de la matrice écrouie [60-62, 104-105]



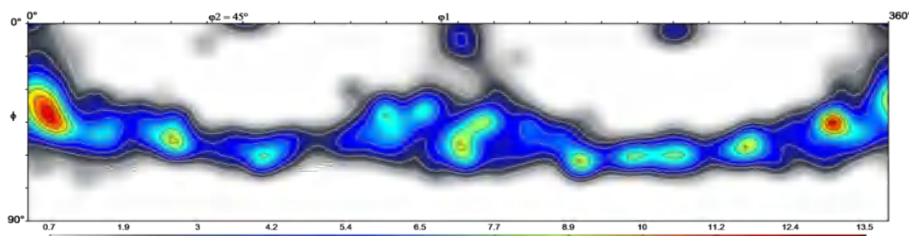
(a) (état 75% déformé) S\_0



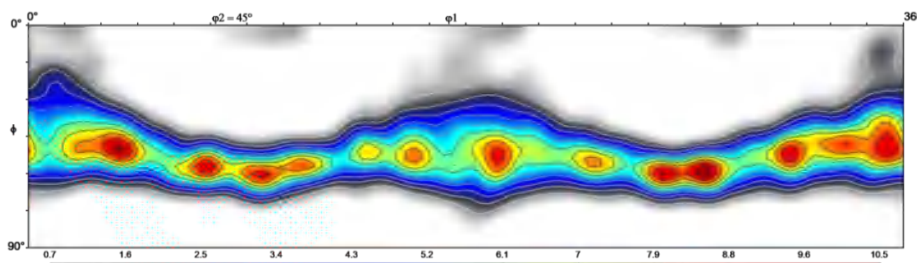
(b) (630°C, 5min) S\_1



(c) (625°C, 60min) S\_3



(d) (630°C, 30min) S\_4



(e) (630°C, 45min) S\_5

Fig. III.2. Section  $\phi_2 = 45^\circ$  de la FDOC présentant la texture des états S\_0, S\_1, S\_3, S\_4 et S\_5.

### III.4. Détection des grains recristallisés

Dans les échantillons partiellement recristallisés, il est indispensable de détecter, parmi tous les grains, ceux qui sont déjà recristallisés afin de comprendre comment la recristallisation évolue. Une telle procédure est toujours subjective car il n'y a pas de définition précise d'un grain recristallisé. De nombreux paramètres ont été déduits des données d'EBSID pour la discrimination des grains recristallisés et la quantification de la cinétique de recristallisation [1086-109].

Afin de quantifier l'avancement du processus de recristallisation dans les échantillons analysés, nous aurons besoin de connaître la fraction volumique recristallisée de la microstructure. L'estimation de cette fraction nécessite la reconnaissance des zones recristallisées et déformées, qui n'est pas simple à implémenter de manière automatique [85].

#### III.4.1. Méthode basée sur la Microdureté Vickers (HV)

A partir des valeurs de microdureté Vickers, une loi des mélanges est utilisée pour déduire la fraction recristallisée, elle est donnée par la relation suivante [110] :

$$X_V(\%) = 100 \cdot \frac{H_{V_{\max}} - H_{V_{\text{mes}}}}{H_{V_{\max}} - H_{V_{\min}}} \quad (\text{III.1})$$

- $H_{V_{\text{mes}}}$  représente la valeur moyenne des duretés mesurées de l'échantillon concerné.
- $H_{V_{\min}}$  représente la dureté moyenne de l'échantillon complètement recristallisé.
- $H_{V_{\max}}$  représente la dureté moyenne de l'échantillon déformé.

La détermination de ces valeurs doit être réalisée avec soin car ces paramètres ont une influence importante sur le résultat final. Bien que ces mesures restent superficielles, elles permettent de donner une première indication sur l'évolution de la recristallisation dans l'échantillon pendant le recuit.

Bien que les techniques basées sur l'EBSID permettent de déterminer la fraction de recristallisation sans connaissance préalable de l'état métallurgique, les cinétiques de recristallisation obtenues à l'aide de ces techniques sont généralement comparées à celles basées sur la dureté [110-112]. Cependant, la règle de mélange utilisée dans la méthode basée sur la dureté nécessite des mesures globales pour les échantillons déformés et entièrement recristallisés qui représentent un inconvénient implicite de cette méthode [115]. En plus, la microdureté n'est pas adaptée à la reconnaissance des grains individuels recristallisés, ce qui

est nécessaire pour la présente étude. Cependant, la nano-dureté pourrait être utilisée, mais il est difficile de combiner un grand nombre de mesures de ce type avec des cartes EBSD.

A titre d'exemple, la fraction recristallisée basée sur des mesures de micro-dureté pour l'échantillon S\_5 est estimée à 97% alors qu'on verra au cours de ce chapitre qu'elle n'est qu'à 88,6%. En effet, Dzaszyk et al. ont indiqué que les mesures de dureté par nano-indentation pour les aciers IF peuvent surestimer la fraction recristallisée en raison de l'influence de la restauration [110].

### III.4.2. Méthodes basées sur les données d'EBS

#### III.4.2.1. Contraste de bandes (BC)

L'indice de qualité (IQ) ou contraste de bandes BC est lié à la netteté des diagrammes de Kikuchi (c.f.§ II.6.2.2.). Dans la plupart des études de recristallisation basées sur l'EBS, le terme «germe» désigne un constituant de la fraction recristallisée qui :

- a- Répond à un critère de taille minimum (généralement 1 micron).
- b- Possède des bandes de Kikuchi plus nettes par rapport à la matrice sur la base d'un critère de qualité d'image (contraste de bande) [111-112].

Dans ces conditions, via la distribution des valeurs de BC, la fraction surfacique de grains recristallisés peut être estimée [113-114]. Cette quantification est réalisée à partir de la valeur de BC résultant de l'intersection entre les distributions de BC de deux populations de grains (déformés et recristallisés) qui représente la valeur limite utilisé pour distinguer les grains recristallisés de la matrice déformée.

Si l'indice de qualité d'images est utilisé, une inspection visuelle supplémentaire de la carte devient nécessaire afin de rassembler toutes les caractéristiques microstructurales de taille similaire mais mal indexées.

Les méthodes basées sur les désorientations internes (KAM et GOS) sont plus efficaces que la méthode basée sur BC pour l'identification des grains recristallisés [110]. Ce dernier est très sensible à la contamination lors de la préparation des échantillons et dépend des paramètres de mesure [115-116].

### III.4.2.2. Kernal Average Misorientation (KAM)

Plusieurs études ont utilisé le critère KAM qui est la désorientation locale moyenne d'un pixel par rapport à ses voisins (c.f.§ II.6.2.4.3.). Partant de l'hypothèse que les gradients de désorientation locaux sont générés par des dislocations, le KAM est donc une mesure de l'énergie emmagasinée en termes de densité de dislocations dans la microstructure. La mesure de la désorientation moyenne du germe en tant que valeur quantitative est utilisée pour caractériser la distribution de la densité de dislocation [117-118]. Le KAM montre donc une tendance similaire à la densité de GND (c.f.§ II.6.2.4.5) [86, 119-120].

Afin d'accéder aux caractéristiques microstructurales locales, le KAM est calculée à partir des données déduites de l'EBSD [121-122]. La fraction de grains recristallisés peut être estimée par KAM ; les régions avec désorientation inférieurs à  $1^\circ$  sont généralement considérées comme recristallisées [123]. Plusieurs auteurs ont utilisé une définition de désorientation inférieure à  $5^\circ$  pour définir les grains recristallisés [124].

### III.4.2.3. Grain Orientation Spread (GOS)

Plusieurs recherches ont suggéré l'utilisation de GOS pour détecter les grains recristallisés [87, 110-111, 125-126]. Pour l'estimation de la fraction recristallisée à partir des valeurs de GOS, un critère d'angle limite est utilisé. Une large gamme de valeurs limites de GOS, allant de  $1$  à  $3^\circ$ , est reportée dans la littérature pour des divers matériaux [88-89, 128], y compris les aciers IF [125,127]. Une valeur critique de  $GOS = 2,5^\circ$  s'est avérée fournir une bonne identification des grains recristallisés [125].

Le KAM est une propriété du pixel, c'est une mesure de désorientations locales ; à courte distance. Il est très utile pour les études de restauration mais il n'est pas adapté à l'identification des grains recristallisés et des joints de grains entre les grains recristallisés et déformés en raison de l'utilisation du voisinage immédiat. Cependant, le GOS est une mesure du gradient d'orientation intragranulaire pour la cohérence de l'orientation à longue distance, il présente l'avantage par rapport au KAM d'être insensible aux pas de mesure. Il est considéré comme l'outil le plus efficace pour l'identification des grains recristallisés [85, 125, 129]. L'utilisation de GOS, couplé à KAM, permet de différencier la recristallisation et la restauration et d'observer la compétition qui peut exister entre ces deux phénomènes [130].



### III.5. Détection de grains recristallisés dans la présente étude

#### III.5.1. Application de la technique basée sur GOS

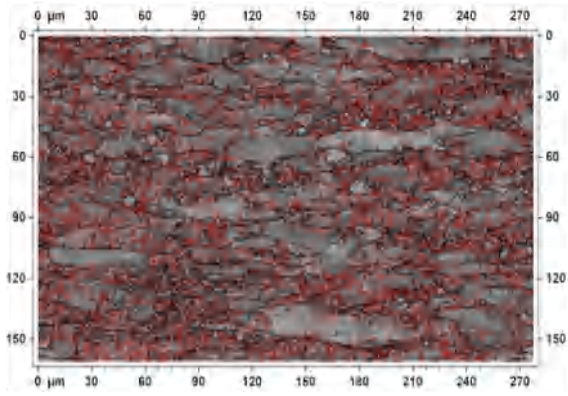
Pour la détection des grains recristallisés, nous avons d'abord appliqué la technique basée sur GOS sur les échantillons S\_0 (déformé) et S\_1(en tout début de recristallisation), avec des valeurs limites de GOS de  $1.5^\circ$ ,  $2^\circ$  et  $2.5^\circ$ . Les résultats sont regroupés dans le tableau III.1.

**Tableau III.3. Influence de la valeur limite de GOS sur la détection des grains recristallisés.**

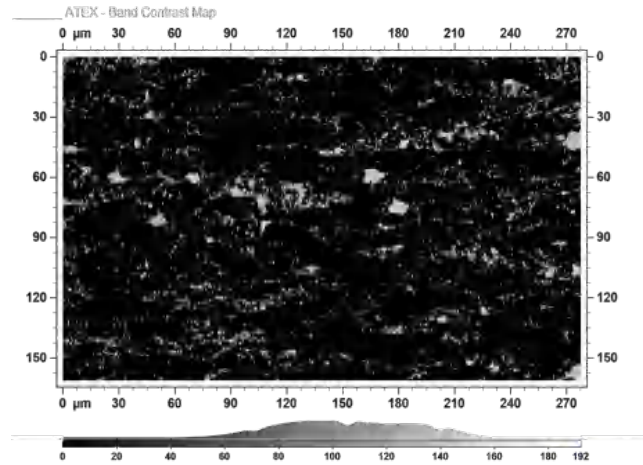
	GOS								
	< $1.5^\circ$			< $2.0^\circ$			< $2.5^\circ$		
	Nombres des grains	$D_{moy}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fraction de surf (%)	Nombres des grains	$D_{moy}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fraction de surf (%)	Nombres des grains	$D_{moy}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fraction de surf (%)
<b>S_0</b>	7987	0.59	2.8	8526	0.65	3.6	9322	0.71	<b>5.7</b>
<b>S_1</b>	5617	0.92	9.1	6110	0.99	11.1	6514	1.09	<b>12.9</b>

La figure III.3 montre les cartes de grains recristallisés détectés selon ces critères appliqués à l'échantillon S\_1. Il faut noter que ces cartes sont très utiles pour l'inspection visuelle qui est indispensable pour vérifier la fiabilité d'un critère donné. Dans le cas de l'échantillon S\_1, la détection des germes peut être comparée directement avec la cartographie de BC (Fig. III.3a).

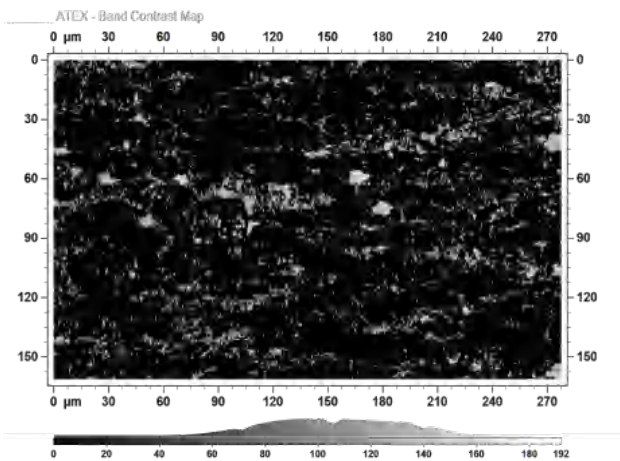
Lorsqu'on applique le critère  $GOS < 2,5^\circ$  aux grains de l'échantillon déformée (S\_0) on obtient 9 322 grains recristallisés qui représentent 5,7% de la surface de la carte avec une taille moyenne de grains de  $0,71 \mu\text{m}$ . Ceci n'est pas satisfaisant pour un état purement déformé. Même après avoir diminué la valeur limite de GOS, il y a de petits grains qui sont détectés comme recristallisés (Tableau III.3). En effet, avec le critère  $GOS < 1,5^\circ$  par exemple, il existe 7987 petits grains recristallisés, ce qui correspond à 2.8% de la surface de la carte EBSD et une taille moyenne de grains  $0.6\mu\text{m}$ . Par conséquent, il est nécessaire d'envisager d'éventuelles combinaisons de paramètres pour améliorer la détection des grains recristallisés.



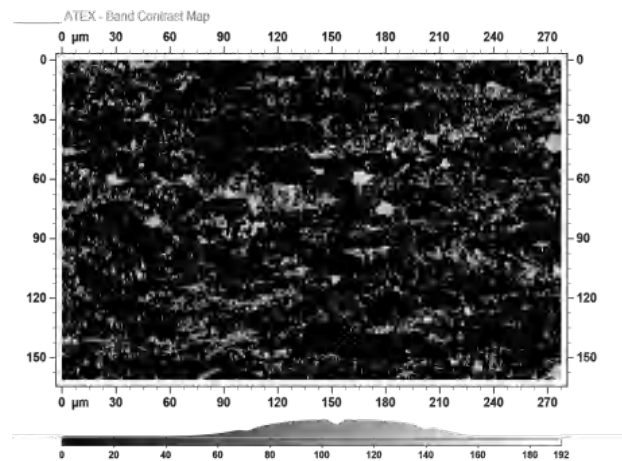
(a) BC



(b) GOS=1.5° (Xv=9.1%)



(c) GOS=2° (Xv=11.1%)



(d) GOS=2.5° (Xv=12.9%)

**Fig. III.3. Identification des germes par le critère de GOS pour l'échantillon S\_1.**

### III.5.2. Application d'une combinaison de critères

Plusieurs travaux ont proposé des combinaisons entre des désorientations internes et d'autres critères morphologiques [112-113, 131]. A titre d'exemples, nous citons quelques travaux :

- Wu et Juul Jensen [132] et Lin et al. [112] ont défini un grain recristallisé selon trois critères : la désorientation à l'intérieur du grain est inférieure à une valeur seuil, sa taille supérieure à une valeur limite et entouré (au moins partiellement avec un certain nombre de pixels le long du joint de grain), par des joints à grands angles par rapport à la matrice déformée.

- Malte et al. [131] ont utilisé les paramètres GOS et KAM combinés avec une taille minimale des grains recristallisés pour déterminer la cinétique de recristallisation et l'évolution de la texture pendant la recristallisation d'un acier inoxydable ferritique stabilisé au Nb.

- Kim et al. [125] ont rapporté que beaucoup de petits sous-grains ont été mal identifiés comme étant des grains recristallisés car ils ont des valeurs de GOS inférieures à la valeur limite de  $2,5^\circ$ , en particulier pour les états déformés et au début de la recristallisation. Plusieurs grains recristallisés ont été identifiés comme recristallisés en fin de la recristallisation d'un acier IF. Afin de réduire ces insuffisances, ces auteurs ont proposé un seuil adaptatif de GOS, qui est ajustable selon le stade de la recristallisation. Ils ont conclu que cette méthode semble peu fiable pour le suivi du début et de la fin recristallisation et ne peut pas être généralisés pour d'autres cas.

Dans le but d'identifier les paramètres les plus fiables pour reconnaître les grains recristallisés, nous avons vérifié plusieurs paramètres qui peuvent être calculés pour les grains. Les quantités considérées associées à chaque grain  $i$  étaient : GOS ( $i$ ), la valeur "normalisée"  $GOS(i)/D_i$  et GND( $i$ ) du grain.

Le tableau III.4 montre la valeur moyenne de ces paramètres pour tous les grains ayant plus de 3 pixels (ces quantités sont considérées comme non significatives pour les très petits grains constitués de moins de 4 pixels).

La taille moyenne de grains de l'échantillon déformé (S\_0) est  $2.5\mu\text{m}$ . Cette taille est relativement faible à cause de la fragmentation des grains au cours du laminage. Elle augmente jusqu'à  $20.1\mu\text{m}$  pour l'échantillon recristallisé (S\_6).

Les valeurs moyennes de GOS/D, GOS et GND semblent être assez sensibles à l'état métallurgique comme déjà noté par les auteurs [76]. Par exemple, GOS/D diminue de  $2.12^\circ/\mu\text{m}$  pour l'état déformé jusqu'à  $0.5^\circ/\mu\text{m}$  pour l'état recristallisé.

Puisque la densité GND est très sensible aux pas de mesure des cartographies EBSD [99], nous avons recherché une combinaison de critères basée sur les valeurs de GOS et GOS/D. L'avantage de la normalisation par D est d'éliminer l'influence de la taille de grains en présence de gradients d'orientations [76]. Il ressort de nos tests que le critère  $GOS(i) < \text{lim}$  ( $\text{lim} = 2,5^\circ$ , par exemple) identifie correctement les gros grains très vraisemblablement recristallisés mais sélectionne également de nombreux petits grains qui ne sont probablement pas recristallisés. Au contraire, le critère  $GOS(i)/D_i < \text{lim}$  ( $\text{lim} = 1^\circ/\mu\text{m}$ , par exemple) identifie correctement les petits grains probablement recristallisés et quelques gros grains qui ne sont pas recristallisés.

**Tableau III.4. Nombre de grains, fraction de surface et paramètres moyens de GOS, GOS/D, GND, pour tous les grains de plus de 3 pixels pour les échantillons considérés dans cette étude.**

Echantillons	Nb grains ( $\geq 4$ pix.)	Fraction de surface (%)	$\langle D_i \rangle$ ( $\mu\text{m}$ )	$\langle \text{GOS}(i) \rangle$ ( $^\circ$ )	$\langle \text{GOS}(i)/D_i \rangle$ ( $^\circ/\mu\text{m}$ )	$\langle \text{GND}(i) \rangle$ $\times 10^{14}(\text{m}^{-2})$
S_0	12 819	94.6	2.5	2.18	2.12	7.03
S_1	7 170	97.8	2.8	1.53	1.23	4.12
S_2	17 298	95.8	2.9	2.09	1.14	3.16
S_3	12 990	97.0	4.6	1.78	0.64	1.77
S_4	1 603	99.1	4.8	1.11	0.65	2.38
S_5	3 938	98.9	9.2	0.65	0.21	0.74
S_6	757	99.6	20.1	0.54	0.05	0.61

Une combinaison satisfaisante doit donner une valeur proche de la fraction recristallisée de 0% pour l'état déformé (échantillon S\_0) et de 100% pour l'état entièrement recristallisé (échantillon S\_6).

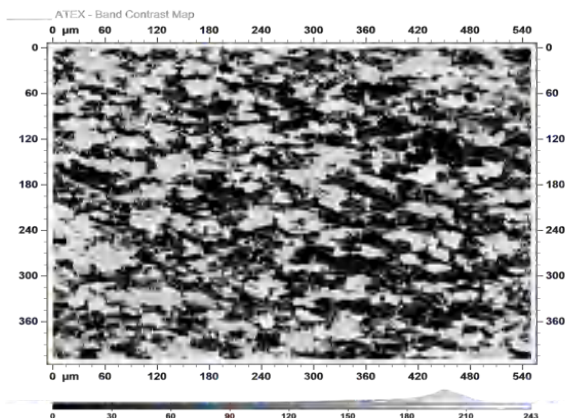
Le tableau III.5 montre les résultats obtenus avec la combinaison de  $\text{GOS}(i) < 2.5^\circ$  et  $\text{GOS}(i)/D_i < 1^\circ/\mu\text{m}$ , en ignorant les grains de moins de 4 pixels.  $\langle D \rangle_{\text{ReX}}$  est la taille moyenne des grains recristallisés et Fraction\_ReX est la fraction de surface recristallisée en %.

**Tableau III.5. Nombre de grains recristallisés, fraction recristallisée et taille moyenne des grains recristallisés pour les différents échantillons.**

Echantillon	Nombre des grains recristallisés	Fraction_ReX (%)	$\langle D \rangle_{\text{ReX}}$ ( $\mu\text{m}$ )
S_0	887	0.8	0.9
S_1	3 328	8.2	1.2
S_2	7 223	11.4	1.6
S_3	8 373	48.2	3.8
S_4	1 157	71.6	4.8
S_5	3 490	88.6	9.3
S_6	754	98.3	20.0

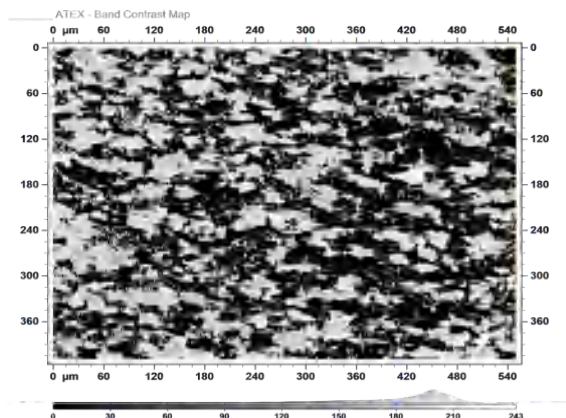
Critère :  $GOS < 2.5^\circ$

(S\_1),  $X_v = 12.9\%$

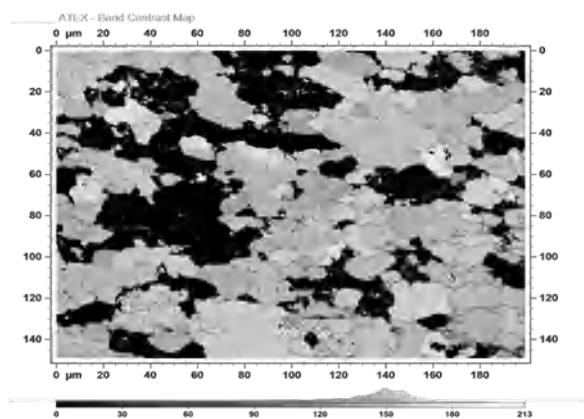


Critère :  $GOS < 2.5^\circ + GOS/D < 1^\circ/\mu m$

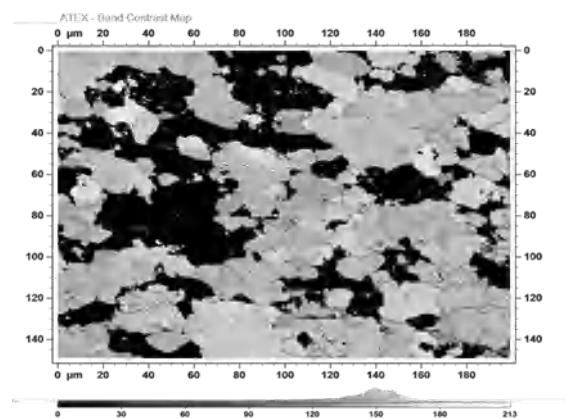
(S\_1)  $X_v = 8.2\%$



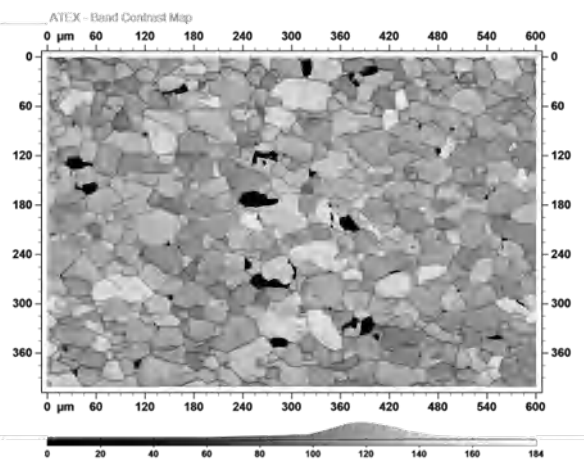
(S\_3)  $X_v = 53.2\%$



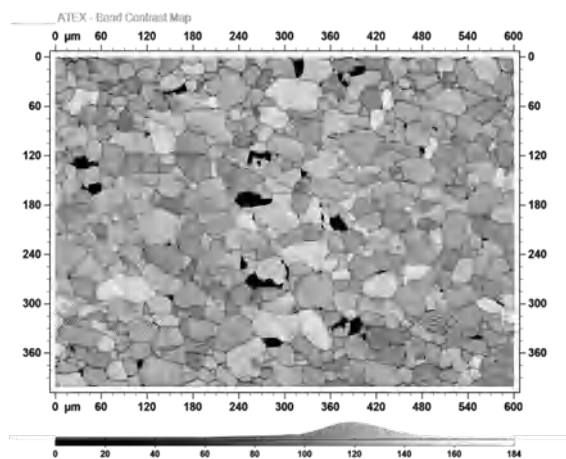
(S\_3)  $X_v = 48.2\%$



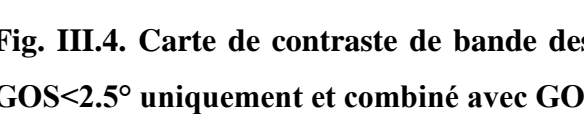
(S\_4)  $X_v = 68.6\%$



(S\_4)  $X_v = 71.6\%$



(S\_6)  $X_v = 97.9\%$



(S\_6)  $X_v = 98.3\%$

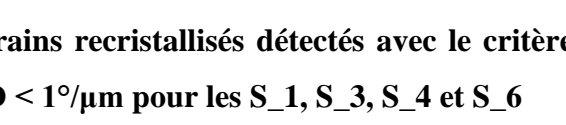


Fig. III.4. Carte de contraste de bande des grains recristallisés détectés avec le critère  $GOS < 2.5^\circ$  uniquement et combiné avec  $GOS/D < 1^\circ/\mu m$  pour les S\_1, S\_3, S\_4 et S\_6

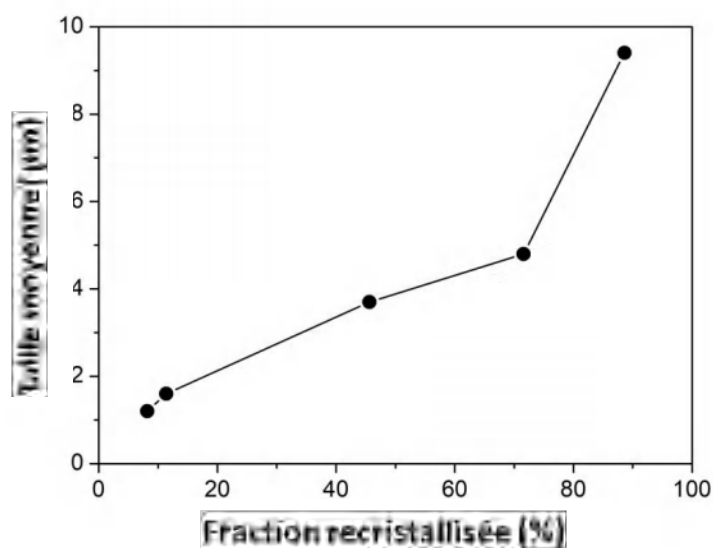
L'ajout du critère GOS/D améliore la détection des grains recristallisés en éliminant les grains restaurés ou encore déformés. Par conséquent cette combinaison conduit à une très faible fraction surfacique des grains recristallisés (0,8%) pour l'état déformé et une élevée de (98,3%) pour l'état entièrement recristallisé. Les autres échantillons (S\_1 à S\_5) montrent alors des fractions recristallisées croissantes. Les cartographies (BC) de grains recristallisés identifiés par l'application des critères  $GOS < 2.5^\circ$  et  $GOS < 2.5^\circ$  combiné avec  $GOS/D < 1^\circ/\mu m$  sont présentées sur la figure III.4.

Cette combinaison originale des deux critères apparaît donc comme une bonne solution pour détecter la sous-population des grains recristallisés [133]. Elle sera utilisée dans ce qui suit pour sélectionner ces grains.

### III.5.3. Evolution de la microstructure des grains recristallisés

Trois processus se produisent simultanément lors d'un traitement thermique après déformation plastique: restauration, croissance des grains recristallisés dans la matrice déformée et compétition de croissance des grains dans les zones déjà recristallisées. Il est évident que l'équilibre entre ces trois processus évolue de manière significative au cours du traitement thermique. La distribution de la taille des grains et la taille moyenne à la fin de la recristallisation primaire sont alors le résultat de ces procédés.

La **figure III.5** montre l'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction de la fraction recristallisée des échantillons de S\_1 à S\_5.



**Fig. III.5.** Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction de la fraction recristallisée.

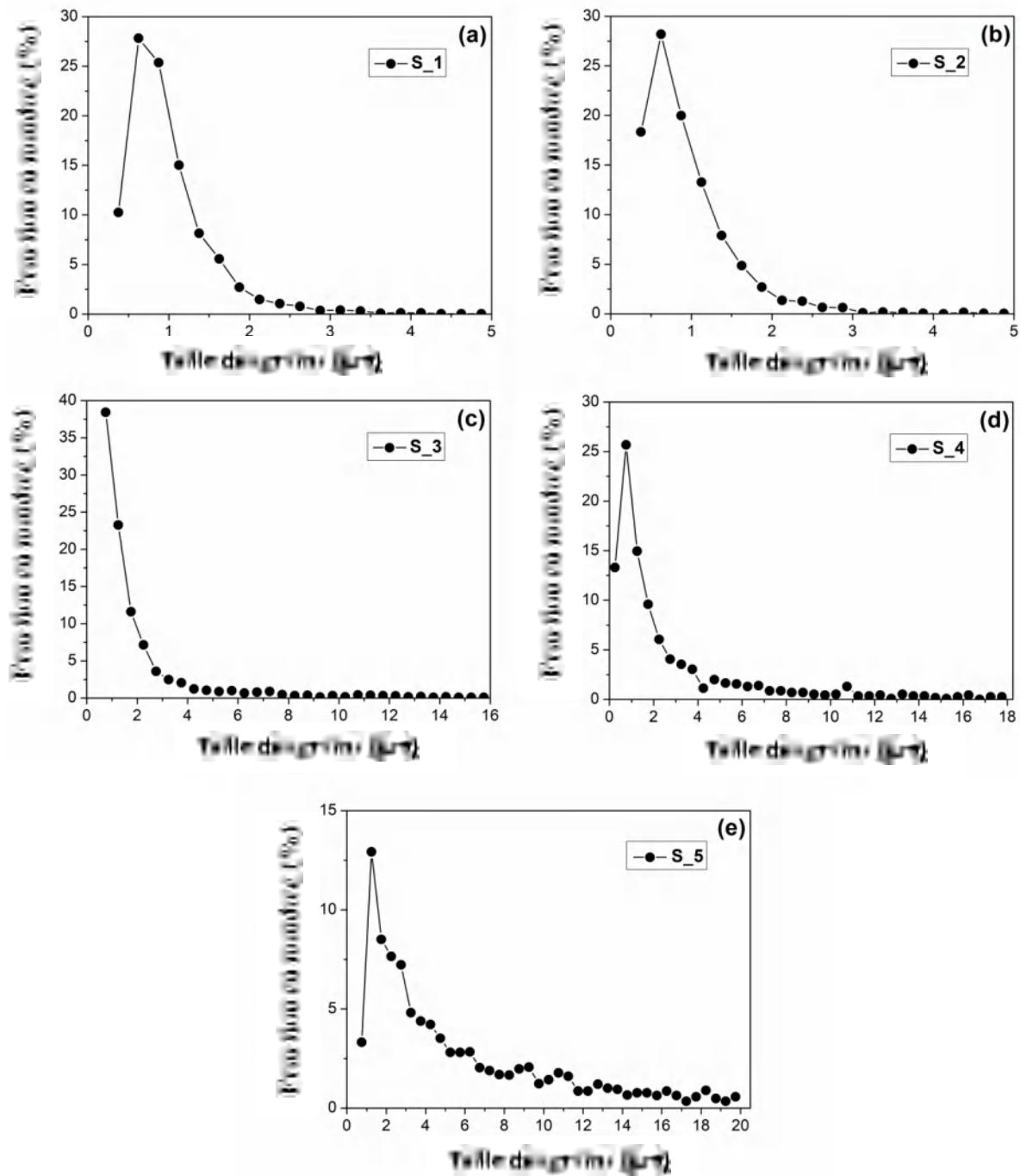
Avec les hypothèses que tous les germes apparaissent en même temps, que la croissance des grains dans la matrice déformée a une vitesse constante et qu'il n'y a pas de compétition de croissance des grains, une telle courbe serait presque linéaire sauf au tout début de la croissance.

La figure III.5 montre clairement qu'après une première partie linéaire jusqu'à une fraction recristallisée au-delà de 50%, il y a une augmentation importante de la taille moyenne des grains. C'est l'indication qu'après environ 50% de recristallisation, la compétition de croissance des grains devient le mécanisme prédominant. Ceci est également confirmé si on considère la densité des grains recristallisés (nombre de grains recristallisés par micron carré). Cette densité est d'environ  $0,08/\mu\text{m}^2$  au départ (échantillon S\_1 avec 8,2% de recristallisation) et seulement  $0,013/\mu\text{m}^2$  avant la fin de la recristallisation (échantillon S\_5 avec 88,6% de recristallisation), ce qui signifie qu'une grande quantité de grains recristallisés (environ 80% de ces grains) disparaît, tandis que d'autres (environ 20%) grossissent, principalement en raison de la compétition de la croissance entre grains recristallisés.

La détection des grains recristallisés à partir des différentes cartes permet de tracer les distributions de taille des grains. La figure III.6 montre la distribution de taille des grains recristallisés pour les cinq échantillons partiellement recristallisés de S\_1 à S\_5.

La caractéristique la plus marquante est que, dans tous les cas, il y a une longue queue vers les gros grains. Il existe en effet un petit nombre de grains beaucoup plus grand que la taille moyenne des grains.

Ces résultats montrent que si on veut prévoir l'évolution de la taille des grains et par conséquent celle de la distribution de tailles de grains, au cours de la recristallisation primaire, à partir des données de l'état déformé, il est nécessaire d'avoir un modèle qui tient compte au moins des deux mécanismes : la croissance des grains dans la matrice déformée et la compétition de croissance des grains.



**Fig. III.6.** Distribution de taille des grains (nombre de fraction de grains en% par rapport au diamètre des grains) des grains recristallisés pour les échantillons : a) S\_1 (8.2 %), b) S\_2 (11.4%), c) S\_3 (48.2%), d) S\_4 (71.6%) et e) S\_5 (88.6%).

#### III.5.4. Evolution de la texture des grains recristallisés

Contrairement à la déformation plastique, la recristallisation primaire ne génère pas de nouvelles orientations par rapport à celles existant dans la matrice déformée.



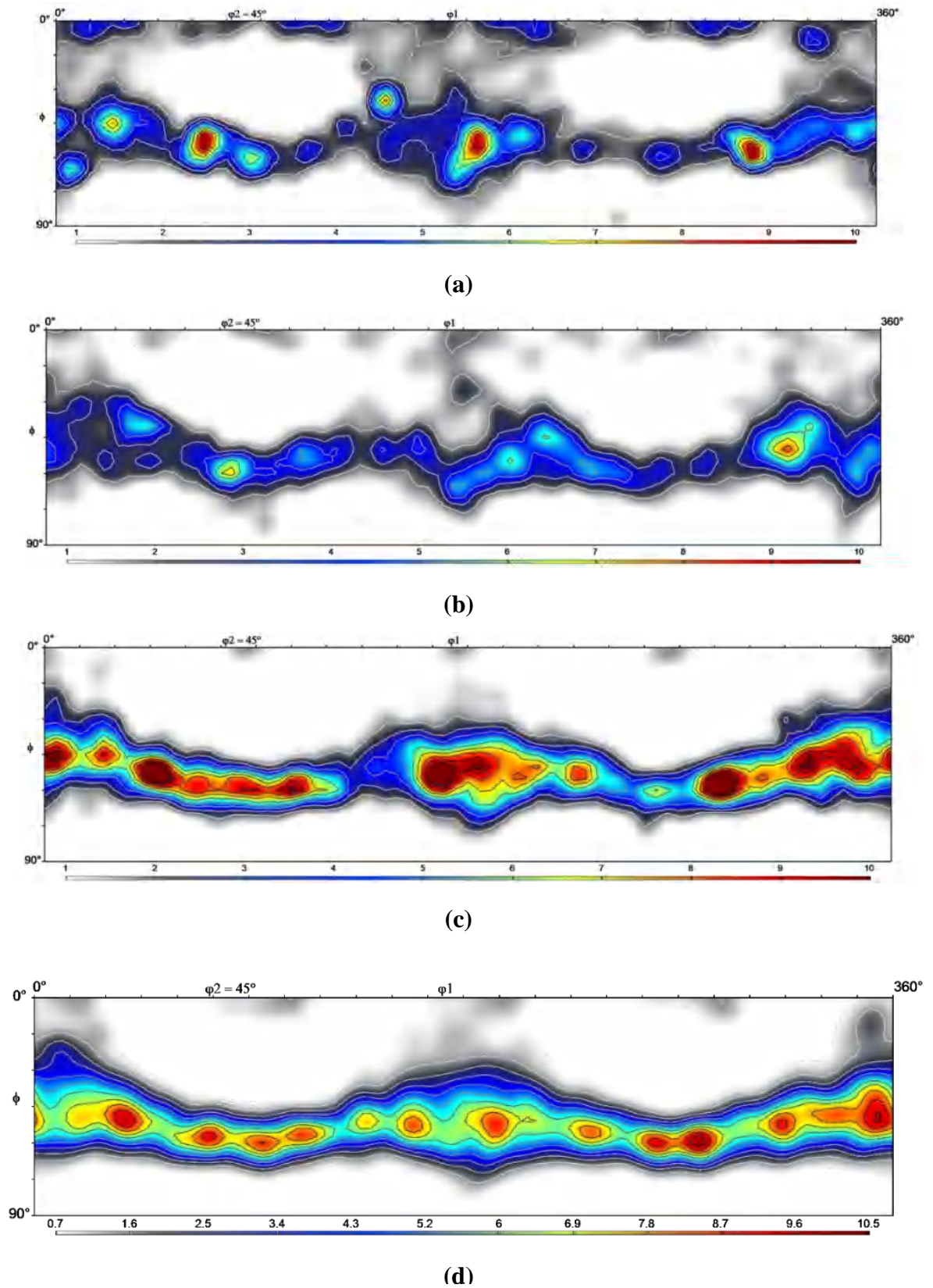


Figure III.7. Section  $\phi_2 = 45^\circ$  de l'FDOC pour les grains recristallisés des échantillons : a) S\_1 , b) S\_3, c) S\_5 et d) S\_6.

Les germes sont supposés être de petits domaines «propres» dans la matrice déformée ayant des orientations données. Ils définissent alors, dans tout l'espace d'orientation, un sous-espace d'orientations donné. Lors de la recristallisation primaire, les poids des orientations dans ce sous-espace vont augmenter ou diminuer selon le fait que certains grains recristallisés se développent ou disparaissent.

La figure III.7 présente la texture de grains recristallisés de tous les échantillons utilisés dans cette étude.

Au cours des premiers stades de la recristallisation primaire où le mécanisme principal est la croissance des grains recristallisés dans la matrice déformée, une texture avec principalement une fibre  $\gamma$  se forme. Après 8.2% de recristallisation, la fibre  $\gamma$  présente des orientations préférentielles autour de l'orientation  $(111)[0\bar{1}1]$  ( $\varphi_1=\{60^\circ, 180^\circ, 300^\circ\}$ ,  $\phi=55^\circ$ ,  $\varphi_2=45^\circ$ ) et aussi quelques orientations en dehors de la fibre  $\gamma$  (Fig.III.7a). Jusqu'à 50% de recristallisation, la distribution le long de la fibre  $\gamma$  est homogène et l'intensité des orientations à l'extérieur de la fibre  $\gamma$  diminue (Fig.III.7b).

Lors des stades ultérieurs de la recristallisation primaire, où la croissance des grains devient importante, la fibre  $\gamma$  se renforce avec la présence de plusieurs orientations idéales sur cette fibre (Fig.III.7c) et continue de s'intensifier pour donner la texture finale observée sur la figure (III.7d).

Cette évolution de la texture est en concordance avec la littérature où les grains écrouis dans lesquels apparaissent les premiers germes ont des orientations de la fibre  $\gamma$  et produisent des grains recristallisés avec des orientations réparties le long de cette fibre.

## III.6. Quantification de la recristallisation primaire

### III.6.1. Paramètres de la germination

En considérant les échantillons S\_1 et S\_2 de faibles fractions recristallisées 8,2 % et 11,4 %, respectivement, il est possible d'extraire des informations sur le processus de germination. En effet, si l'on fait une hypothèse raisonnable ; que chaque grain provient d'un germe, on obtient le nombre des germes, leur densité et on peut calculer également leur texture.

Pour l'échantillon S\_1, il y a 3471 grains recristallisés correspondant à 3471 germes et pour l'échantillon S\_2 on trouve 7 223 germes. Ces nombres correspondent alors à une densité de germe de  $0,08/\mu\text{m}^2$  pour S\_1 et de  $0,11/\mu\text{m}^2$  pour S\_2. La densité des germes pourrait être très utile pour la simulation de la recristallisation primaire, notamment la modélisation de l'étape de germination (c.f. § IV.3.4.2).

La distribution spatiale des germes est assez homogène. Il est également possible d'avoir une indication approximative de la vitesse de germination avec l'hypothèse que les grains recristallisés grossissent avec une vitesse de croissance constante dans la matrice déformée. Si on considère que les plus gros grains recristallisés proviennent des premiers germes formés, tandis que les plus petits grains recristallisés proviennent de germes formés à la fin du traitement thermique. Le diamètre  $D_i$  d'un grain recristallisé est alors donné par :

$$D_i = 2 v t_{gi} \quad (\text{III.2})$$

Où  $t_{gi}$  est son temps de croissance et  $v$  est la vitesse de croissance en  $\mu\text{m}/\text{min}$ .

La vitesse de croissance  $v$  peut être approximativement estimée en considérant que, pour le grain le plus gros, son germe apparaît au début du traitement thermique. L'instant  $t$  auquel un germe  $i$  apparaît est alors :

$$t = t_f - t_{gi} = t_f - D_i/2v \quad (\text{III.3})$$

Où  $t_f$  est la durée totale du traitement thermique isotherme.

La figure III.8 montre, la distribution des tailles des 3477 grains recristallisés de l'échantillon S\_1 (630°C, 5min) (Fig.III.8a) et le moment auquel les 3477 germes correspondants apparaissent (fraction de germes en% en fonction du temps) (Fig.III.8b). Pour cet échantillon, le plus gros grain recristallisé a un diamètre de  $9,2\mu\text{m}$  ; cette valeur a été utilisée pour déterminer la vitesse de croissance des grains selon l'équation (III.2) avec :  $t_{gi} = t_f$  ce qui conduit à  $v = 0,92 \mu\text{m}/\text{min}$ .

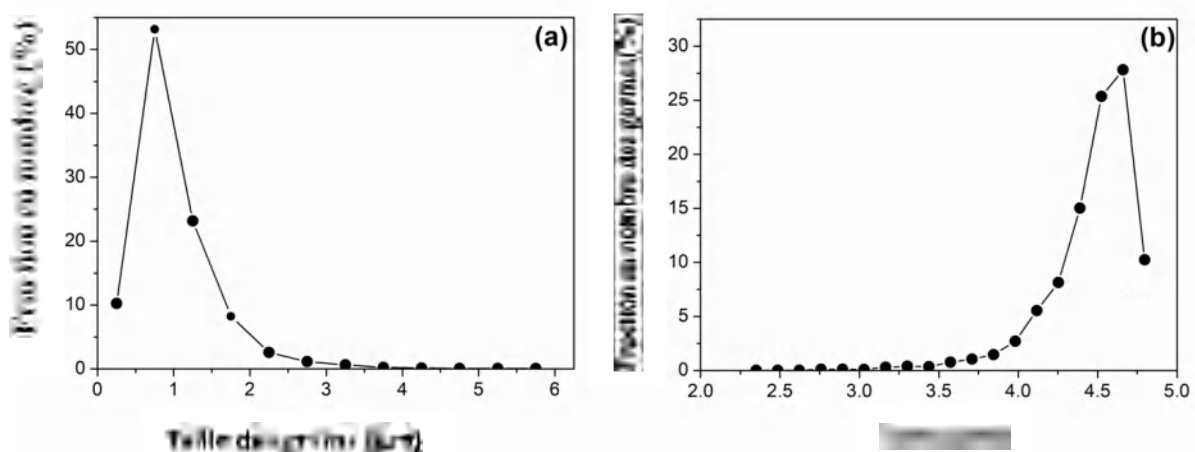
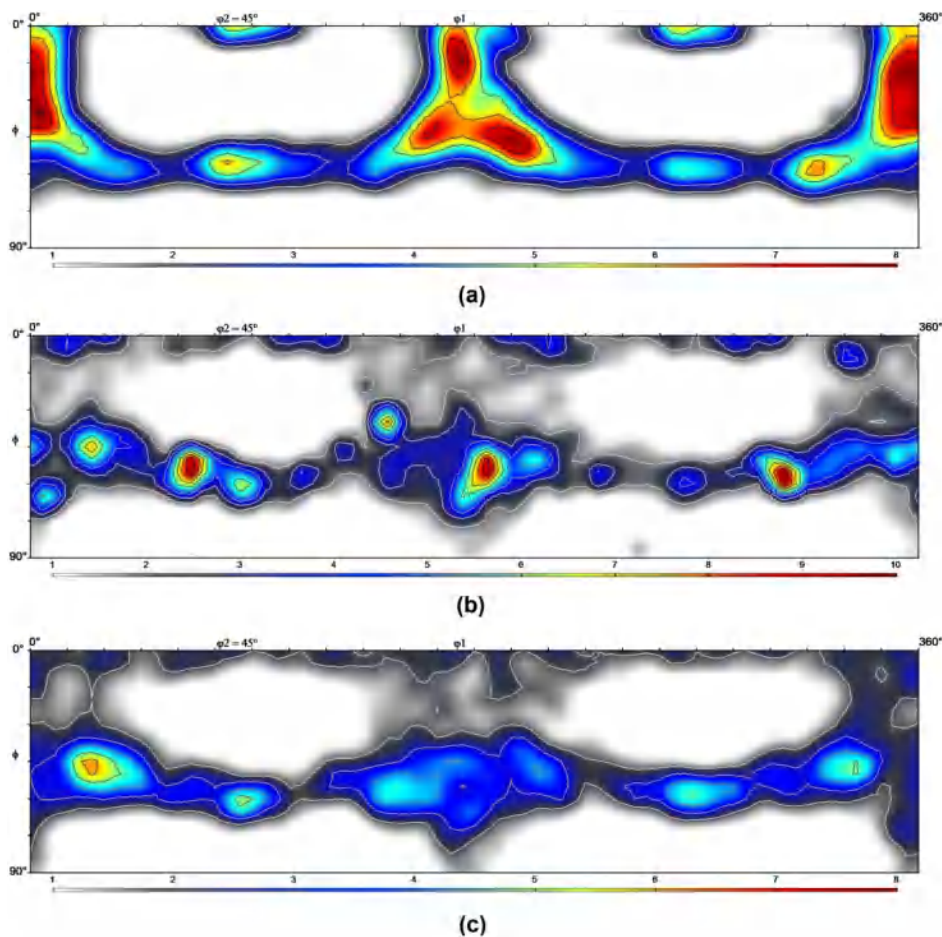


Fig. III.8. (a) Distribution de tailles de grains de l'échantillon S\_1, (b) fraction des germes en (%) par rapport au temps de leur apparition en minutes.

La figure III.8.b montre que la plupart des germes apparaissent pendant une courte période de temps entre 4 et 5 minutes de traitement thermique. Cela indique que l'hypothèse de germination à sites saturés (c'est-à-dire que tous les germes apparaissent en même temps) souvent utilisée dans les schémas de modélisation de la recristallisation primaire, est tout à fait acceptable. Effectivement, c'est le mode qu'on utilise pour l'implantation de germes dans notre simulation.

L'hypothèse que chaque grain recristallisé provient d'un seul germe nous permet également de déterminer la texture des germes. La FDOC des germes est calculée en utilisant les conditions que chaque germe a un poids égal à 1 et son orientation est l'orientation moyenne du grain recristallisé correspondant.



**Fig. III.9. Section  $\phi_2 = 45^\circ$  des FDOC pour l'échantillon S\_1: a) tous les grains, b) uniquement les grains recristallisés et c) les germes.**

La figure III.9 montre les FDOC obtenues en considérant tous les grains, uniquement les grains recristallisés et les germes, de l'échantillon S\_1.

On reconnaît que lorsque tous les grains sont pris en compte, la texture est principalement une texture de déformation avec une fibre  $\alpha$  et une fibre  $\gamma$  plus faible pour les orientations préférentielles. Pour les grains recristallisés, la texture est principalement constituée d'une fibre  $\gamma$  avec un pic autour de l'orientation  $\{111\} \langle 0-11 \rangle$ , où  $g = \{60^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ\}$  (les 3 pics sont dus à la symétrie cristalline cubique triple). Les germes présentent des orientations appartenant à la fibre  $\gamma$  avec une distribution plutôt homogène le long de cette fibre.

Globalement, la tendance est claire pour la texture. La recristallisation primaire, au début du stade considéré ici, induit la disparition de la fibre  $\alpha$  et le renforcement le long de la fibre  $\gamma$  grâce à l'orientation préférentielle des germes. Ceci est conforme à la tendance classiquement observée dans les études de texture des aciers à bas carbone [70, 134-135,137].

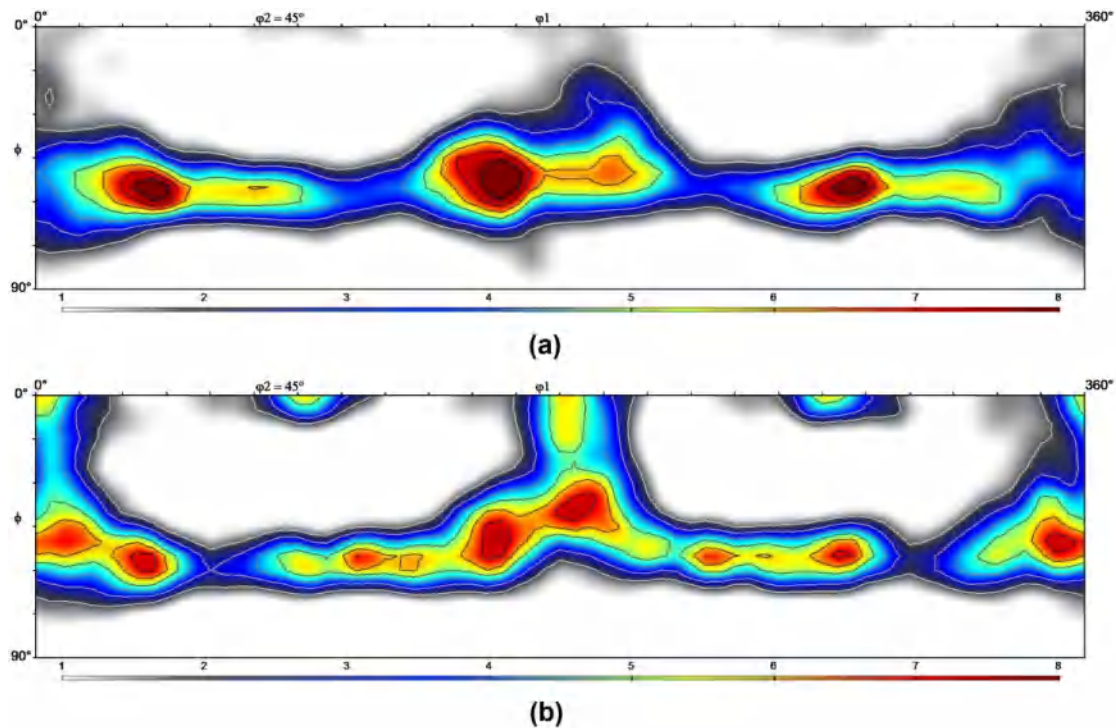
### III.6.2. Energie emmagasinée

L'énergie emmagasinée de déformation joue un rôle essentiel pour la recristallisation primaire car la différence d'énergie emmagasinée entre les grains induisent une pression motrice sur les joints de grains. Cela s'applique même à des niveaux de déformation très faibles lors de la migration aux joints induite par la déformation [138]. Il est donc intéressant de vérifier si certains paramètres obtenus à partir de la carte EBSD d'un échantillon déformé peuvent donner des informations sur la distribution de l'énergie emmagasinée. Le nombre de paramètres éventuellement liés à l'énergie emmagasinée est assez limité. Pour ce contrôle, nous avons considéré les quantités de densité GND et KAM qui peuvent être calculées pour chaque pixel d'une carte EBSD (c.f.§ II.6.2.4).

À notre avis, un germe « fiable », est un petit domaine avec peu de défauts, encastré dans une zone à haute énergie emmagasinée (pour avoir une pression motrice élevée sur ses joints) et ayant une désorientation importante avec son voisinage (pour avoir une certaine mobilité de ses joints). Les zones avec des valeurs élevées de KAM ou de densité de GND pourraient donc être les bons endroits pour l'apparition des germes.

Les densités de GND et les valeurs de KAM ont été calculées pour tous les pixels indexés de la carte EBSD de l'échantillon déformé S\_0. Les pixels ayant les valeurs les plus élevées de KAM ou de densité de GND ont été ensuite sélectionnés. Le nombre de ces pixels est fixé en suivant la densité des germes trouvée précédemment ( $0,08/\mu\text{m}^2$ ). La texture de ces pixels a été calculée et comparée à la texture des germes présentée précédemment (Fig.III.9c). La figure

III.10 montre la section  $\varphi_2=45^\circ$  des FDOC des 5347 pixels ayant les valeurs de KAM et de densité de GND les plus élevées.



**Fig. III.10. Sections  $\varphi_2 = 45^\circ$  de l'FDOC des : a) 5347 pixels avec les valeurs KAM les plus élevées b) 5347 pixels avec les valeurs de densité GND les plus élevées**

Afin de quantifier la différence entre les FDOC, nous avons calculé la fraction volumique de la fonction de différence  $V_\Delta$  ( c.f.§ II.3.) entre l' FDOC des germes et celle calculée à partir des pixels ayant les valeurs de KAM, ou des densités de GND, les plus élevées, ce qui donne  $V_\Delta = 21,5\%$  pour la première (KAM) et  $V_\Delta = 29,1\%$  pour dernière (GND).

La texture obtenue avec les valeurs de KAM est donc la plus proche de celle des germes avec 78,5% du volume ayant les mêmes orientations et 21,5% ayant des orientations différentes. Elle se compare également bien avec la texture des pixels ayant une énergie emmagasinée plus élevée, où l'énergie emmagasinée est calculée à partir d'une texture de déformation simulée à l'aide d'un modèle CPFEM [133]. De plus, lorsqu'on considère la texture des pixels avec les valeurs de KAM les plus basses ; par exemple les 5% des pixels ayant les valeurs les plus basses, on trouve également un accord raisonnable avec la texture des pixels ayant l'énergie emmagasinée la plus basse [133]. Le KAM peut être considéré donc comme un bon indicateur de l'énergie emmagasinée.

### III.6.3. Mobilité aux joints de grains

Comme souligné précédemment, un germe doit avoir des joints mobiles pour devenir un grain recristallisé. Nous avons vérifié les joints des grains recristallisés, à plusieurs stades de recristallisation, pour voir si certaines spécificités apparaissent. Dans tous les cas, seule une très petite quantité de joints CSL (Coincidence Site Lattice) existe, ce qui signifie qu'elles ne jouent pas un rôle significatif dans la croissance des grains recristallisés.

A partir des distributions de taille des grains recristallisés, nous avons constaté une longue queue vers les gros grains qui montre l'existence d'un petit nombre de grains beaucoup plus grand que la taille moyenne des grains. Pour rechercher une éventuelle explication pour cette distribution, nous avons créé un concept originale pour chaque grain, appelé : paramètre de désorientation du voisinage du grain, noté **gvmp** (**i**). Il est défini comme suit:

$$\mathbf{gvmp}(\mathbf{i}) = \frac{1}{L_i} \sum_{j=1}^{j=n_i} L_{ij} \omega(\mathbf{g}_i, \mathbf{g}_j) \quad (\text{III. 4})$$

Où  $L_i$  est la longueur totale du joint de grain numérotée **i**, **j** numérote les grains en contact avec le  $i^{\text{ème}}$  grain,  $L_{ij}$  est la longueur du joint de grain entre le grain **i** et le grain **j** et  $\omega(\mathbf{g}_i, \mathbf{g}_j)$  est l'angle de désorientation entre les grains **i** et **j**. Ce paramètre **gvmp** (**i**) est alors en degrés.

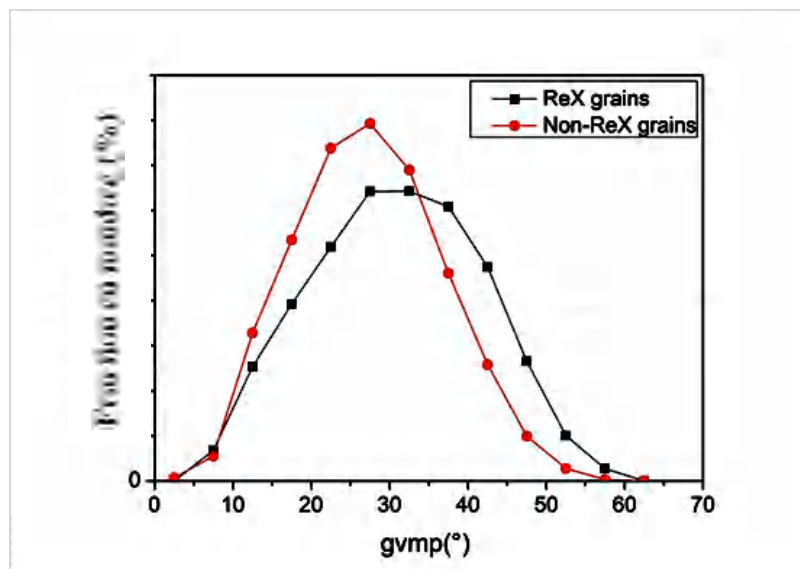


Fig. III.11. Fraction en nombre des grains (en%) par rapport au paramètre de désorientation de voisinage des grains (en degrés) dans le cas de l'échantillon S\_3 pour les 8373 grains recristallisés et les 4617 non recristallisés.

La figure III.11 montre la répartition de ce paramètre pour les grains recristallisés et non recristallisés pour l'échantillon S\_3 (45% pour la fraction recristallisée). Il n'y a qu'un très petit décalage pour les grains recristallisés vers de grands angles de désorientation.

Dans le **tableau III.6**, la valeur moyenne du paramètre de désorientation au voisinage des grains est donnée pour les 3 sous-populations (grains recristallisés, seulement les 20 grains recristallisés les plus gros et les grains non recristallisés) pour les 5 échantillons partiellement recristallisés.

**Tableau III.6. Valeur moyenne du paramètre de désorientation du voisinage des grains pour les 3 sous-populations de grains (grains recristallisés, les 20 plus gros grains recristallisés, grains non recristallisés) pour les échantillons S\_1 à S\_5.**

	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
<b>Grains ReX</b>	28.2°	26.5°	30.8°	34.5°	36.4°
<b>20 grains ReX plus gros</b>	37.1°	35.8°	<b>39.7°</b>	<b>39.1°</b>	35.8°
<b>Grains non ReX</b>	26.6°	24.7°	27.4°	29.5°	33.9°

La tendance est similaire pour les échantillons de S\_1 à S\_4. Il n'y a qu'une légère augmentation de ce paramètre moyen pour les grains recristallisés par rapport aux grains non recristallisés. Mais pour les plus gros grains recristallisés (sous-population constituée des 20 plus gros grains recristallisés) l'augmentation est assez importante avec environ **9°** pour les échantillons jusqu'à 45% de recristallisation. Cette différence disparaît dans l'échantillon S\_5(88% de recristallisation) où la compétition de croissance des grains devient un mécanisme important.

Nos résultats démontrent au moins une corrélation entre la taille et la désorientation autour d'un grain recristallisé et ouvrent la question: les joints de grains à grands angles de désorientation (HAGBs) ont-ils en quelque sorte une mobilité plus élevée? La question de la mobilité des joints de grains est très complexe et les données concernant sa dépendance à l'angle de désorientation, en particulier pour les angles moyens et grands, sont assez limitées [139].

Pour nos expériences, il existe en fait plusieurs hypothèses possibles pour expliquer l'existence de quelques gros grains recristallisés. En effet, ces grains pourraient être dus à des



germes qui apparaissent très tôt et ont alors plus de temps pour croître, ou à des germes proches des régions déformés à haute énergie emmagasinée, ou même d'une combinaison des deux hypothèses.

Bien que notre résultat sur les grands angles de désorientation de voisinage pour les plus gros grains recristallisés ne se soit probablement pas produit par hasard, il n'est pas encore possible de tirer une conclusion claire sur une mobilité intrinsèque plus élevée de ces joints de grains, en particuliers.

### III.7. Conclusion

Dans cette étude, nous avons généré et caractérisé par EBSD un ensemble d'échantillons d'acier IF, à plusieurs stades de recristallisation. L'analyse de leurs cartes d'EBSD a permis de quantifier, plusieurs aspects de la recristallisation primaire.

- De telle quantification nécessite l'identification de la sous-population des grains recristallisés. Nous avons montré qu'une combinaison de trois critères (taille de grains supérieure à 3 pixels,  $GOS < 2,5^\circ$  et  $GOS/D < 1^\circ/\mu m$ ) est une bonne solution pour cet objectif.
- Pour les échantillons à faibles fractions de recristallisation, en considérant que chaque grain recristallisé provient d'un seul germe, plusieurs informations sur les germes deviennent disponibles. Le nombre de germes a été déterminé et leur densité s'est avérée être comprise entre 0,08 et 0,11 /  $\mu m^2$ . De plus, avec l'hypothèse d'une vitesse de croissance constante des grains recristallisés dans la matrice déformée, nous avons déduit que la plupart des germes apparaissent dans un intervalle de temps très court. L'FDOC de ces germes montre qu'ils ont des orientations préférentielles réparties de manière assez homogène le long de la fibre  $\gamma$ .
- Les valeurs de KAM et densités de GND ont été calculées pour tous les pixels de l'état déformé. En calculant les textures associées aux pixels ayant les valeurs les plus élevées pour ces quantités et en les comparant à la texture des germes, il a été montré que les deux quantités peuvent être considérées comme des indicateurs de l'énergie emmagasinée avec un léger avantage pour le KAM.
- Les distributions des tailles de grains recristallisés calculées aux différents stades de la recristallisation ont montré qu'il existe quelques grains recristallisés beaucoup plus gros que la taille moyenne des grains dans chaque état partiellement recristallisé. Un paramètre de désorientation du voisinage des grains a été défini pour caractériser les joints des grains recristallisés. Il apparaît que ce paramètre est significativement plus important pour les plus

gros grains recristallisés sauf à la fin de la recristallisation primaire. Néanmoins, comme il existe plusieurs explications possibles à l'existence de ces gros grains recristallisés, il n'a pas été possible de conclure que la mobilité intrinsèque de certains joints à grands angles soit relativement élevée.

- L'étude de l'évolution de la microstructure au cours de la recristallisation primaire, à travers l'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés, montre qu'il existe deux régimes. Dans le premier, jusqu'à environ 50% de recristallisation, la croissance des grains dans la matrice déformée est le mécanisme dominant, alors qu'au-delà de 50%, la compétition de croissance des grains devient le régime principal où de nombreux grains recristallisés disparaissent alors que les autres se développent assez significativement. L'évolution de la texture est fortement liée aux différents mécanismes décrits ci-dessus. La germination sélectionne un sous-espace d'orientation avec des orientations préférentielle le long de la fibre  $\gamma$ . Au cours du premier stade (croissance principalement dans la matrice déformée), cette fibre  $\gamma$  est légèrement renforcée avec une distribution relativement homogène le long de cette fibre. La compétition de croissance des grains qui devient importante dans le second stade conduit à la formation de quelques pics le long de la fibre  $\gamma$ .

## **Chapitre IV : Simulation Monte Carlo de la recristallisation primaire**

## IV.1. Introduction

Afin de contrôler la microstructure, la texture et les propriétés d'un alliage au cours d'un traitement thermomécanique industriel complexe, il est nécessaire de disposer de modèles quantitatifs qui prédisent avec précision l'effet des paramètres de traitements sur le matériau produit [140-141]. Le modèle idéal serait basé sur des principes physiques solides qui décrivent parfaitement le processus de recristallisation, permettant ainsi de prédire la microstructure, la texture et les cinétiques résultantes.

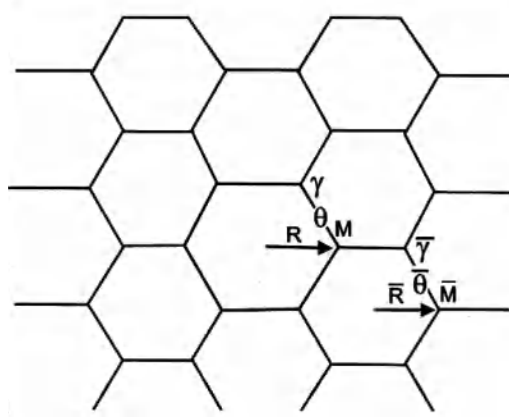
Alors qu'il est possible de décrire un processus simple tel que la croissance normale de grains, la germination lors de la recristallisation primaire ou le début d'une croissance anormale des grains sont des événements plus complexes, qui ne dépendent pas seulement de la microstructure globale, mais des hétérogénéités y existants. Les méthodes analytiques telles que l'approche JMAK et ses extensions sont utiles pour donner une description générale d'un processus, mais ne peuvent pas encore gérer les complexités spatiales de la recristallisation dans les matériaux réels [142-144]. Il y a eu plusieurs méthodes d'approche pour la simulation du phénomène de recristallisation (recristallisation primaire, croissance normale et anormale de grains), chacune ayant ses propres avantages et inconvénients. Dans ce chapitre, nous mettons l'accent sur ces techniques où une attention particulière est donnée à la technique de Monte Carlo, qui est utilisée dans notre étude pour la simulation de la recristallisation primaire de l'acier IF. Ce chapitre comporte également la procédure de simulation, les résultats obtenus et leur comparaison avec l'étude expérimentale en termes d'évolution de la microstructure et de la texture.

## IV.2. Méthodes de simulation du phénomène de recristallisation

### IV.2.1. Modèle de Phase-Champs (Phase-Field, PF)

Le modèle 'phase-field' a été introduit au début de 1980 comme une approche pour la modélisation de la solidification d'un métal pur fondu [145]. La principale différence entre ce modèle et les autres, est qu'il considère une interface relativement large entre deux phases (ou deux grains). L'idée est de remplacer l'interface étroite entre solide et liquide, par une interface diffuse artificielle continue et non conservée, en d'autres termes une phase-champ. Les premières tentatives théoriques pour la description de ce modèle ont commencé en 1893 par Van der Walls. Les derniers modèles [146-147] sont basés sur la théorie de la diffusion à l'interface de Cahn et Hillard [148].

La microstructure représentée sur la figure IV.1 comprend des régions cellulaires qui peuvent être des grains, des sous-grains ou un mélange des deux. La microstructure aura des cellules de différentes tailles avec une distribution de désorientations. Afin de simplifier l'analyse, il faut d'abord développer un modèle de champ moyen dans lequel l'analyse du comportement de croissance de cellules particulières de rayon ( $R$ ) et de joint de paramètres (désorientation  $\Theta$ , énergie  $\gamma$  et mobilité ( $M$ )) dans un assemblage de cellules de rayon moyen ( $\bar{R}$ ) avec les paramètres moyens des joints de grains : désorientation ( $\bar{\Theta}$ ), énergie ( $\bar{\gamma}$ ) et mobilité ( $\bar{M}$ ). Comme simplification, l'effet du plan sur l'énergie et la mobilité du joint n'est pas pris en compte.



**Fig. IV.1. Microstructure cellulaire idéalisée pour la simulation (PF) où les grains sont simulés à des sphères [3].**

Le modèle est basé sur la migration des joints de grains. Ceci est réaliste dans la plupart des cas, mais la possibilité que d'autres mécanismes puissent fonctionner dans certaines conditions ne doit pas être ignorée.

Considérons la croissance d'une quantité  $\Delta R$ , dans une microstructure tridimensionnelle, du grain ou sous-grain particulier de rayon  $R$ . L'augmentation conséquente de l'énergie du joint est donnée par :

$$\Delta E_{\text{joint}} = 8\pi\alpha\gamma R\Delta R \quad (\text{VI.1})$$

Si l'assemblage de grains a une énergie emmagasinée par unité de volume de  $E_v$ , l'énergie emmagasinée libérée pendant la croissance est :

$$\Delta E_{\text{emmagasinée}} = 4\pi\beta R^2 E_v \Delta R \quad (\text{VI.2})$$

La force sur le joint ( $\Delta E/\Delta R$ ) est donc :

$$F = 4\pi\beta E_v R^2 - 8\pi\alpha\gamma R \quad (\text{VI.3})$$

Où  $\alpha$  et  $\beta$  sont des constantes.

#### IV.2.2. Méthode des Vertex

Les modèles de Vertex sont basés sur l'hypothèse que la plus petite unité microstructurale pendant le recuit est un grain ou un sous-grain. La microstructure est représentée par une structure cellulaire. De nombreux modèles représentent la microstructure par «un ensemble idéal de grains» sans variation des propriétés des joints et ne peuvent donc modéliser que la croissance des grains. Cependant, des modèles plus sophistiqués, qui prennent en compte la dépendance à l'orientation des propriétés des joints, sont couramment utilisés [149].

Dans ces modèles, une microstructure constituée d'un réseau bidimensionnel de grains ou sous-grains est construite. Les (sous) grains sont représentés par les sommets  $N_j$  comme le montre la figure IV.2. Les positions de ceux-ci ainsi et de leurs voisins, sont stockées dans l'ordinateur. Une orientation cristallographique ( $O_j$ ) est attribuée à chaque sous-grain. La distribution des orientations peut être variée, de manière à représenter tous les gradients d'orientation. Les trois orientations associées à chaque sommet sont également stockées dans l'ordinateur.

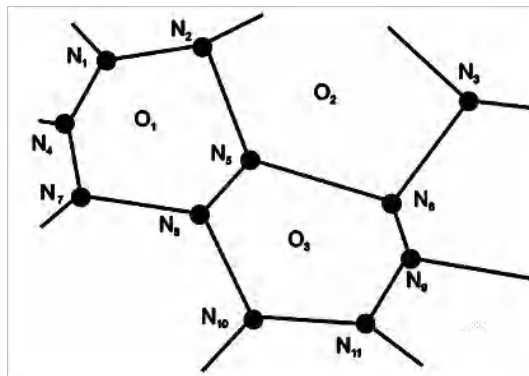
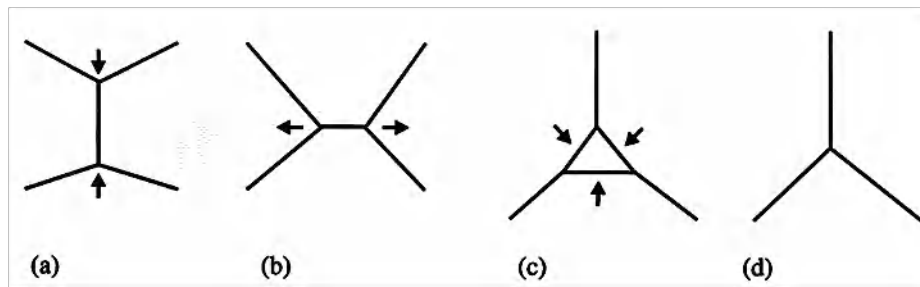


Fig. IV.2. Modèle à réseau dépendant de l'orientation [150].

Il s'agit d'un cadre flexible dans lequel des grains ou sous-grains de n'importe quelle distribution spatiale ou angulaire peuvent être introduits, il est possible de produire des microstructures qui sont des représentations raisonnablement réalistes de structures déformées ou restaurées. Un tel modèle peut facilement accueillir plus de 100 000 grains ou sous-grains. Étant donné que les orientations des grains adjacents sont connues, l'angle de désorientation des joints de grains est également déterminé, et leurs énergies et mobilités peuvent être calculées.

Une fois la microstructure initiale construite, souvent par un réseau de Voronoi, les événements ultérieurs sont déterminés par les équations régissant le mouvement des joints et des sommets. Comme aucun chemin aléatoire n'est choisi, les modèles sont véritablement

déterministes. Une action appropriée doit être incorporée dans le code informatique, pour gérer le mouvement des nœuds. Par exemple, les nœuds se déplaçant dans les directions indiquées sur la figure IV.3a changeront de partenaires comme indiqué sur la figure IV.3b. De même, les grains à trois côtés auront généralement tendance à rétrécir et à disparaître comme le montrent les figures IV.3c et IV.3d. La principale différence entre les différents modèles de vertex provient de la manière dont la dynamique est prise en compte.



**Fig IV.3. (a) et (b) Mouvements de nœud, (c) et (d) rétrécissement et disparition d'un grain à trois côtés, respectivement [3].**

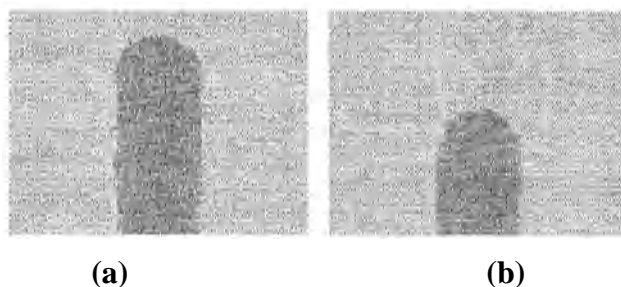
### IV.2.3. Dynamique moléculaire (DM)

L'outil ultime pour simuler les processus du recuit est peut-être la dynamique moléculaire (DM), qui est utilisée depuis plus de 40 ans pour étudier la dynamique hors équilibre dans les systèmes atomiques. Dans cette méthode, les trajectoires des atomes dans une cellule d'un matériau sont déterminées en intégrant les équations de mouvement de Newton sur des pas de temps finis. Le mouvement de l'atome est entraîné par les forces interatomiques, et celles-ci sont généralement modélisées en termes de potentiel de paire Lennard-Jones.

Le principal avantage de cette méthode par rapport aux autres simulations est que les seules entrées requises sont les lois de force interatomique. Les simulations ne font aucune hypothèse sur les propriétés physiques des joints de grains ou sur les mécanismes de migration. Les avantages significatifs par rapport aux autres simulations sont que la simulation utilise des échelles de longueur et de temps réelles. Cependant, la dynamique moléculaire est exigeante en termes de calcul ; actuellement, seuls de très petits réseaux d'atomes et des temps très courts peuvent être étudiés, même avec les meilleurs ordinateurs disponibles.

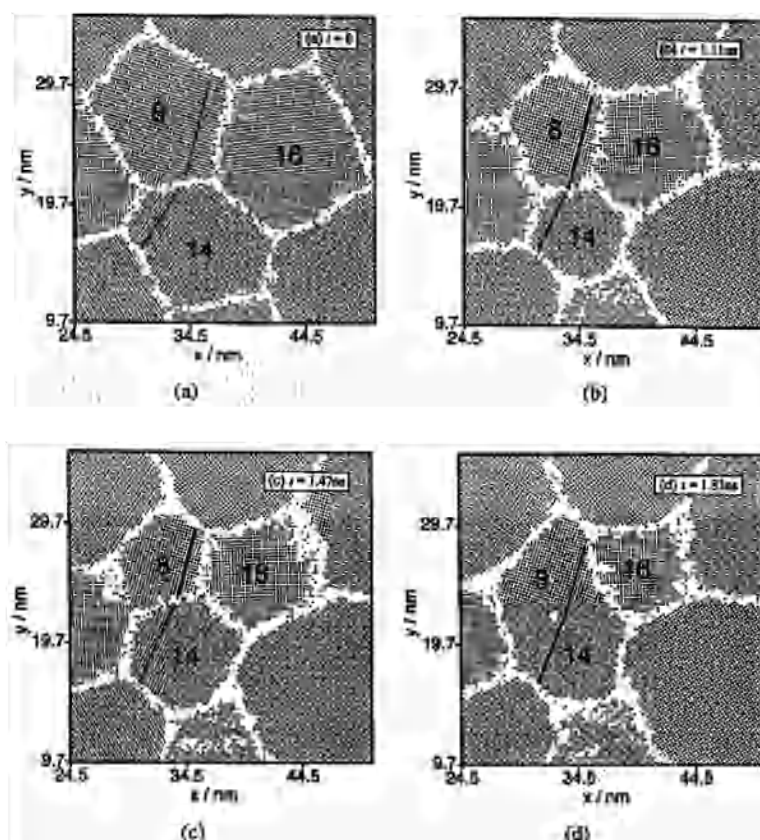
La première simulation **DM** de la migration des joints induite par la courbure a été réalisée par Jhan et Bristowe [151]. Cette technique a été également appliquée à des simulations 2D pour la migration des joints de grains induite par leurs courbures et désorientations (Fig.IV.4),

ainsi pour la migration des points triples, elle s'est avérée être en bon accord avec l'expérience [152-153].



**Fig. IV.4. Simulation DM du rétrécissement d'un grain à  $28,5^\circ$  de désorientation [152].**

Des simulations 3D de la croissance des grains colonnaires ont montré que la migration des joints et la rotation des grains peuvent se produire à des températures très élevées pour les très petits grains (Fig. IV.5) [154].



**Fig. IV.5. Simulation DM de la croissance des grains impliquant la rotation des grains, la coalescence et la migration des joints dans un polycristal colonnaire : (a)  $t=0$ , (b)  $t=1.11$  ns, (c)  $t=1.47$  ns, (d)  $t=1.83$  ns, [154].**

Bien que la dynamique moléculaire soit extrêmement puissante, ses exigences de calcul rendent très difficile de modéliser des processus nécessitant de larges matrices tels que la



recristallisation en 3D. Par exemple, dans la simulation de la figure IV.5, un réseau de  $\sim 390000$  atomes dans une cellule de  $(70 \times 70 \times 1,5) \text{ nm}^3$  a été utilisé pour modéliser la croissance de 25 grains de diamètre 15 nm pendant une période de  $\sim 7 \cdot 10^{-9} \text{ s}$  à une température de  $0.95 T_f$ .

#### IV.2.4. Automate cellulaire (AC)

Les modèles Automates Cellulaires (AC) sont étroitement liés aux modèles de Monte Carlo, où le matériau est divisé en cellules ou en blocs. Les modèles AC sont très efficaces et flexibles pour simuler des processus complexes, tels que la recristallisation primaire [155-57].

Un automate cellulaire consiste en une grille de cellules caractérisée par des paramètres tels que :

- La géométrie des cellules : le nombre, la taille, la forme et la disposition des cellules doivent être spécifiés;
- Le nombre et le type d'états qu'une cellule peut posséder : dans le cas le plus simple, les cellules peuvent être caractérisées comme recristallisées ou non recristallisées. En revanche, dans une microstructure de déformation, chaque cellule est caractérisée par des paramètres microstructuraux tels que la densité de dislocation, la taille de cellule ou de sous-grain et l'orientation cristallographique.
- La définition du voisinage d'une cellule: la question de savoir si la transition d'une cellule est affectée par ses voisins les plus proches ou si un voisinage plus étendu est considéré, varie selon les modèles.
- Les règles de transition pour une cellule: plus que le recuit progresse, des transitions peuvent se produire à l'intérieur des cellules, par exemple les changements de densité de dislocations. De plus, des événements provenant de cellules adjacentes telles que la croissance de grains recristallisés doivent être pris en compte.

Après avoir défini la microstructure initiale, le recuit est alors simulé sur une base statistique qui néglige les détails de l'événement. Par exemple, la germination peut être supposée à sites saturés (SSN : Sites Saturated Nucleation) ou se produire à une vitesse prédéterminée et les orientations peuvent être aléatoires ou liées à l'orientation de cellules spécifiques. Un tel modèle est efficace sur le plan informatique, permettant d'examiner de grands volumes et permettant d'inclure des effets tels que la mobilité des joints dépendant de l'orientation. La sortie de ces modèles comprend la cinétique de recristallisation, la texture, la taille des grains et la distribution de taille de grains.

Les automates cellulaires sont essentiellement des cadres spatiaux dans lesquels des modèles simples, tels que des équations analytiques ou empiriques qui décrivent les détails des mécanismes du recuit, peuvent être insérées. Ils ont l'avantage par rapport aux modèles qui ne sont pas résolus spatialement où les inhomogénéités de microstructure et la distribution spatiale de texture peuvent être facilement prises en compte.

### IV.3. Monte Carlo (MC)

Dans une série d'articles, Anderson et ses collègues [158-159] ont développé les méthodes de Monte Carlo pour la simulation de la croissance des grains en deux et trois dimensions. Puis, la même approche a été utilisée pour la simulation de la recristallisation primaire et la croissance anormale des grains.

#### IV.3.1. Application à la croissance de grains

Dans cette méthode, connue sous le nom du modèle de Potts, le matériau est divisé en un certain nombre de points discrets (blocs ou sites) qui représentent les centres de petites zones ou volumes du matériau et ces points sont disposés sur un réseau régulier ; ce sont les éléments fondamentaux du modèle, ainsi sont des régions à l'intérieur de lesquelles la microstructure est supposée être homogène et sans structure. Chaque site peut avoir un attribut tel que l'orientation et chaque région (grain) reçoit un numéro correspondant à une orientation du grain, comme le montre la figure IV.6. Un grain peut comprendre un ou plusieurs sites. Un joint de grains est donc caractérisé par les désorientations entre les sites.

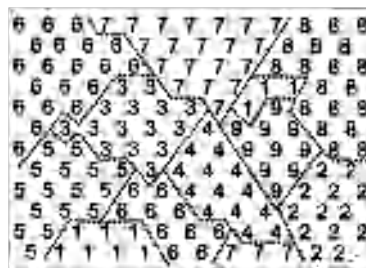
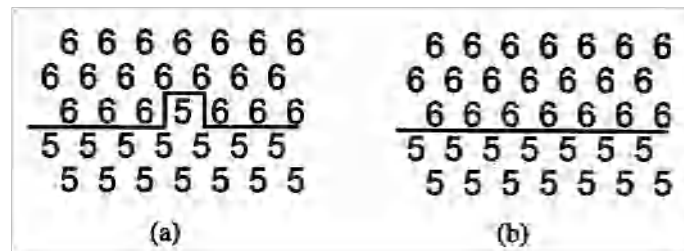


Fig. IV.6. Réseau de simulation Monte Carlo

Le modèle est exécuté en sélectionnant un site au hasard et en le réorientant vers l'une des orientations des grains adjacents. L'énergie du nouvel état est alors déterminée. Si le changement d'énergie ( $\Delta E$ ) est inférieur ou égal à zéro, la transition est acceptée. Cependant, si  $\Delta E$  est supérieure à zéro, la réorientation est alors acceptée avec une probabilité qui est typiquement de la forme  $\exp(\Delta E/\beta)$  où La constante  $\beta=kT$  est une température effective du réseau, souvent choisie sur une base empirique [160-162].

L'unité du temps dans la simulation est le pas de Monte Carlo qui représente  $N$  tentatives de transitions, où  $N$  est le nombre de blocs ou de sites du réseau dans le modèle.

Les transitions à l'intérieur d'un grain ne peuvent se produire en raison du changement énergétique, bien que les transitions aux joints de grain puissent se produire, donnant lieu à une migration du joint de grain. La figure IV.7 montre comment cela se produit. Si l'énergie d'interaction entre les sites similaires est égale à 0 et celle entre les sites différents est égale à 1, l'énergie de la configuration 2a est supérieure de 2 unités à celle de la configuration 2b, fournissant ainsi une force motrice pour réduire la courbure du joint.



**Figure IV.7. Migration d'un joint de grains dans le modèle Monte Carlo**

Bien que les techniques MC puissent être étendues à trois dimensions [163], la taille du réseau utilisé est assez limitée [164].

Les mesures quantitatives des structures développées dans les simulations 2D et 3D présentent de nombreuses caractéristiques de la croissance des grains, y compris la distribution de la taille des grains et la cinétique.

La croissance anormale des grains peut être également simulée par la méthode de Monte Carlo. Pour ce faire, un très gros grain typiquement d'une largeur égale à celle du réseau, est introduit dans une microstructure contenant des particules où la croissance normale des grains est stagnée.

### IV.3.2. Application à la recristallisation primaire

La technique de simulation de Monte Carlo a été étendue à la simulation de la recristallisation primaire [165-166]. Une structure de grain est d'abord développée par croissance comme discuté ci-dessus et une énergie emmagasinée ( $H$ ) est donnée à tous les sites dans chaque grain. Des germes de recristallisation, qui sont des grains comprenant généralement trois pixels avec  $H=0$ , sont ensuite introduits dans la structure. Tout comme pour la croissance des grains. L'effet de l'épinglage par des particules de seconde phase peut être incorporé.

Bien que l'on obtienne des cinétiques et des microstructures raisonnablement réalistes, l'utilisation de tels modèles pour la recristallisation n'a pas le même succès que pour la croissance des grains, et ce pour plusieurs raisons :

- Le volume du modèle est généralement trop petit par rapport à l'échelle de structure qui est importante pour déterminer la recristallisation des matériaux réels.
- Dans de nombreuses simulations de Monte Carlo, une particule de seconde phase est représentée par un seul point du réseau, ce qui est inadéquat, car l'effet des particules sur la recristallisation dépend fortement de la taille des particules ainsi que de leur espacement. Sekkak et al. ont développé une technique de partage de sites, pour introduire des tailles variables de particules [167].
- Les modèles utilisent des règles empiriques pour la germination, la restauration et l'énergie emmagasinée. l'étape de germination n'est pas correctement modélisée car elle dépend des variations de la microstructure sur des distances de l'ordre de 100 nm.

#### **IV.3.3. Succès et limites des modèles de Monte Carlo**

Le mérite de la méthode de Monte Carlo réside dans sa simplicité intrinsèque, sa facilité de programmation et sa mise en œuvre directe en 2D et 3D. La méthode de Monte Carlo est plus efficace lorsqu'elle est utilisée dans sa forme la plus simple, par exemple pour la croissance des grains dans les matériaux monophasés, car dans cette situation, le modèle nécessite très peu d'entrées. Lorsque la méthode est appliquée à des problèmes plus complexes tels que la recristallisation statique et dynamique, plus d'hypothèses empiriques ou analytiques, doivent être incluses dans le modèle et les sites du modèle doivent avoir un plus grand nombre d'attributs.

Les limites de la modélisation de Monte Carlo ont été soulignées dans des traitements des joints de grains. Bien que les effets de la désorientation des joints sur l'énergie et la mobilité puissent être incorporés [168], les effets du plan de joint sur ces paramètres ne peuvent pas être inclus. Cela a un effet significatif sur l'évolution de la microstructure et de la texture [169].

#### IV.3.4. Algorithme Monte Carlo pour la simulation de la recristallisation primaire

L'algorithme de la méthode de Monte Carlo (Algorithme de la simulation), pour la recristallisation primaire, est généralement défini comme suit :

- 1- Initiation de la microstructure avec  $N$  sites, d'une matrice déformée synthétique ou expérimentale sur un réseau carré ou triangulaire en 2D.
  - 2- Modélisation de la germination par l'introduction des germes sur la base d'un critère bien défini.
  - 3- Choisir aléatoirement un site  $\mathbf{i}$  d'orientation  $\mathbf{Q}_i$  ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) et calculer son énergie  $E_1$ .
  - 4- Choisir un site  $\mathbf{j}$  au hasard parmi les premiers voisins de  $\mathbf{i}$  et calculer son énergie  $E_2$ .
- $E_1$  et  $E_2$  sont donnée par la relation suivante :

$$\mathbf{E} = -\mathbf{j} \sum_{j=1}^n (\delta_{S_i S_j} - \mathbf{1}) + \mathbf{H}_\theta (\mathbf{Q}_{\text{Site}}) \quad (\text{IV.4})$$

Où :  $\delta$  est la fonction de Kronecker ;  $\mathbf{J}$  est une constante positive qui dépend de l'énergie du joint ( $\mathbf{J}=\mathbf{1}$ , pour le cas isotrope) ;  $\mathbf{n}$  est le nombre de coordination de la structure (dans un réseau carré :  $n = 8$ , dans un réseau hexagonal :  $n = 6$ ) ;  $\mathbf{H}$  : est une énergie volumique qui représente l'énergie emmagasinée de déformation par unité d'aire en 2D.

- 6- La réorientation du site  $\mathbf{i}$  est acceptée avec une probabilité  $\mathbf{P}$  en fonction de la différence d'énergie ( $\Delta E = E_1 - E_2$ ). Le changement d'orientation signifie le mouvement du joint de grain.
- 7- Répéter la procédure pour un autre site.

L'unité de temps dans la technique MC est le **MCS** (Monte Carlo Step), qui correspond au temps nécessaire à la tentative de réorientation de tous les sites de la matrice. Ce temps d'évolution n'est donc pas un temps réel, ce qui rend difficile la comparaison avec l'évolution expérimentale. Certains auteurs ont tenté de corrélérer le temps de simulation avec le temps réel [170].

La figure VI.8 présente l'algorithme utilisé pour la simulation de la recristallisation primaire, dans la présente étude.

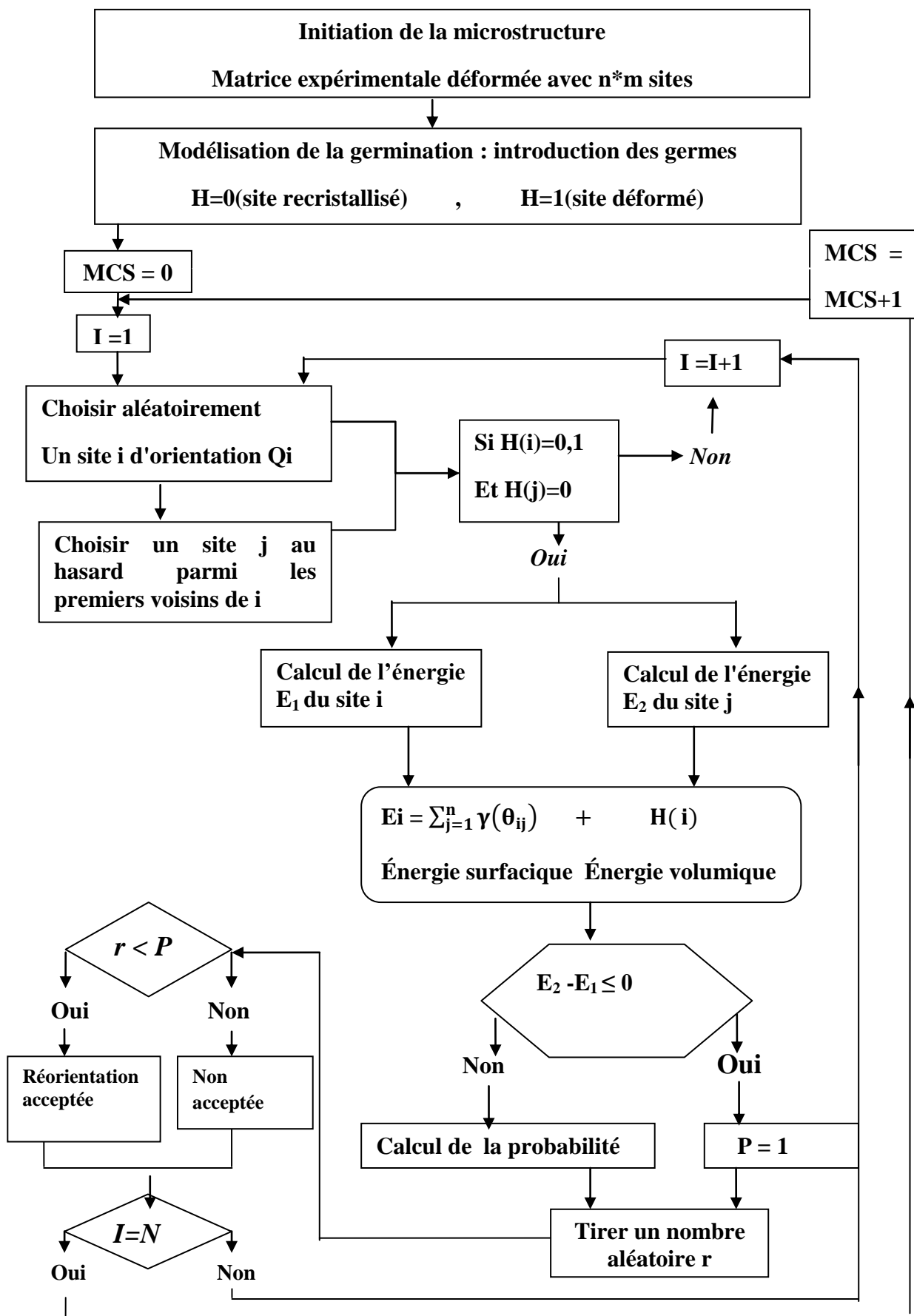


Fig. VI.8. Algorithme de notre simulation Monte Carlo de la recristallisation primaire

#### IV.3.4.1. Paramètres de l'algorithme de la présente étude

Pour la discrétisation de la microstructure dans ce travail de simulation 2D, nous avons utilisé un réseau carrée (identique à celui de la cartographie EBSD utilisée comme matrice d'entrée) avec la considération des premières et deuxièmes voisins. Le voisinage des pixels des bords et des 4 pixels des coins de la matrice est limité à 5 et 3 voisins, respectivement. L'énergie associée à chaque site (pixel)  $\mathbf{i}$  est donné par :

$$\mathbf{E}_i = \sum_{j=1}^n \gamma(\theta_{ij}) + \mathbf{H} \quad (\text{IV.5})$$

Où :

- $\mathbf{n}$  est le nombre de voisins du site  $\mathbf{i}$  ( $n=8, 5$  ou  $3$  respectivement pour les pixels du milieu, des bords et des coins de la matrice) ;
- $\gamma(\theta_{ij})$  : est l'énergie par unité de surface du joint de grains ayant la désorientation  $\theta$  entre les sites  $\mathbf{i}$  et  $\mathbf{j}$ . Si on ne considère pas le plan, l'énergie du joint de grains est en fonction uniquement de la désorientation  $\theta$  entre les sites  $\mathbf{i}$  et  $\mathbf{j}$ . Elle prend généralement la forme de Read- Shockley [170] :

$$\gamma_{\text{RS}}(\theta_{ij}) = \begin{cases} \frac{\theta}{\theta^*} \left[ 1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta^*}\right) \right] & \text{Si } \theta < \theta^* \\ 1 & \text{Si } \theta > \theta^* \end{cases} \quad (\text{IV.6})$$

Avec  $\theta^*$  l'angle à partir duquel, le joint de grains est considéré à grand angle. Nous avons utilisé  $\theta^*=15^\circ$  dans notre simulation.

- $\mathbf{H}$  : énergie emmagasinée de déformation, elle est nulle pour un site recristallisé.

La mobilité des joints de grains peut être décrite par la probabilité de réorientation en première approximation. La tentative de réorientation est acceptée avec une probabilité  $\mathbf{P}$  [168, 171]:

$$\mathbf{P} = \begin{cases} \frac{\mathbf{M}(\theta_{ij})}{\mathbf{M}_{\text{max}}} \frac{\gamma(\theta_{ij})}{\gamma_{\text{max}}} & \text{Si } \Delta\mathbf{E} \leq 0 \\ \frac{\mathbf{M}(\theta_{ij})}{\mathbf{M}_{\text{max}}} \frac{\gamma(\theta_{ij})}{\gamma_{\text{max}}} \exp\left(\frac{-\Delta\mathbf{E}}{\beta\gamma(\theta_{ij})}\right) & \text{Si } \Delta\mathbf{E} > 0 \end{cases} \quad (\text{IV.7})$$

$\Delta\mathbf{E}$  est la différence d'énergie entre l'état modifié final et l'état initial.  $\gamma_{\text{max}}$  et  $\mathbf{M}_{\text{max}}$  sont des constantes qui représentent le maximum d'énergie permise aux joints de grains et la mobilité maximale, respectivement. Toutes les deux sont égales à l'unité dans notre simulation. La constante  $\beta$  est une température effective du réseau, souvent choisie sur une base empirique

[172-173]. Le choix de la température du réseau est très important dans toute étude de simulation Monte Carlo. La valeur de la température de réseau  $\beta$  ne doit pas être, ni trop faible, au point de freiner les joints, ni trop élevée pour conduire à une distorsion du réseau [171, 174]. Après plusieurs tests, nous avons utilisé la valeur  $\beta = 0.7$  dans nos simulations.

#### IV.3.4.2. Modélisation de la germination

Les microstructures d'entrée pour les simulations peuvent être obtenues à partir des mesures expérimentales (cartographies EBSD), ce qui permet de prendre en compte la texture cristallographique par la mesure des angles d'Euler dans la définition des propriétés des joints de grains. La première étape consiste à bien choisir les germes à implanter (emplacements, orientations, nombre ...) et les conditions de leur croissance (vitesse, taille finale...) selon le modèle choisi.

Le mode de germination utilisé dans notre étude est basé sur un critère de désorientation interne, le KAM, où les germes sont placés sur les pixels ayant des KAM plus élevés, nous avons déjà montré que ce paramètre donne une bonne estimation de l'énergie emmagasinée (c.f. § III.6.2.). Pour ce mode, la recristallisation déclenche dans les zones ayant une énergie de déformation emmagasinée plus élevée, puis progresse dans les grains qui ont une énergie emmagasinée plus faible.

La microstructure utilisée comme matrice initiale pour la simulation est celle de l'échantillon laminé à 75% de réduction (S\_0). Rappelons que la cartographie de cette échantillons, qui contient un ensemble de 2.971.070 (1990 x1493) pixels, est obtenue avec un pas de mesure de 0.15 $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à une surface de  $S=0.0668 \text{ mm}^2$ .

Le nombre de germes implantés est estimé par la relation :

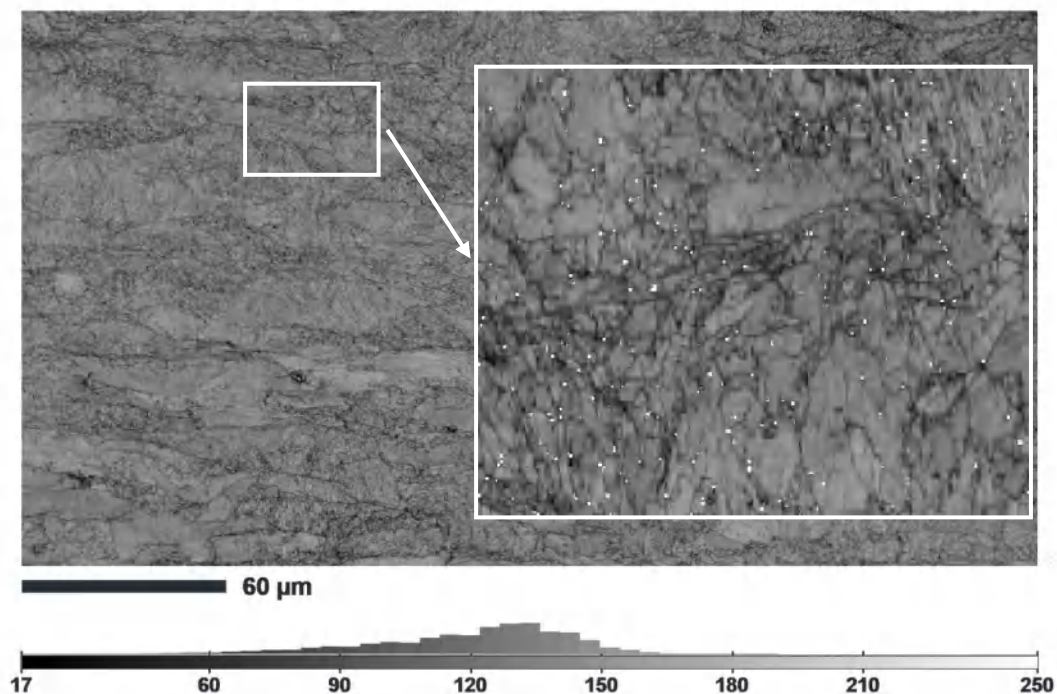
$$N_{\text{germes}} = \rho_{\text{germes}} S \quad (\text{IV.8})$$

A partir de ce qu'on a déduit de l'étude expérimentale, la densité de germes est  $\rho_{\text{germes}}=0.13 \text{ germes}/\mu\text{m}^2$ , cela donne un nombre de 8960 germes pour la cartographie d'entrée de simulation.

Afin de modéliser l'étape de germination, nous avons utilisé le mode de germination à sites saturés (SSN) où tous les germes sont implantés au début de la simulation, il s'est avéré que ce mode est le plus probable pour les aciers IF.



La figure IV.9 montre la distribution de ces germes sur la cartographie EBSD de l'échantillon (S\_0) qui est utilisée comme matrice d'entrée pour ce modèle. La valeur maximale de BC (BC=250) a été attribuée au germes (ou grains recristallisés) pour faciliter leurs détection lors de la simulation et pour mieux les visualiser ; ils apparaissent en blanc sur la zone agrandie de la figure IV.9. Les germes sont répartis préférentiellement dans les régions sévèrement déformées avec une énergie emmagasinée plus importante ou au voisinage des anciens joints de grains. En effet, c'est au voisinage de ces joints que sont stockées la majorité des dislocations, permettant donc la création de parois de fortes désorientations où la probabilité de création de germes de recristallisation, susceptibles à croître, est la plus probable [3].



**Fig. IV.9. Cartographie d'entrée (S\_0) pour la simulation montrant la distribution des germes pour une germination basée sur KAM.**

La figure IV.10 présente la texture de ces germes, leurs orientations appartiennent préférentiellement à la fibre  $\gamma$  avec un maximum de la FDOC de 9.2 situé sur la composante  $\{111\}\langle 112\rangle$ . Il est largement admis que la germination se produit dans les régions à haute énergie emmagasinée conduisant généralement à des germes d'orientations  $\{111\}$  c.à.d. de la fibre  $\gamma$  [176-177].

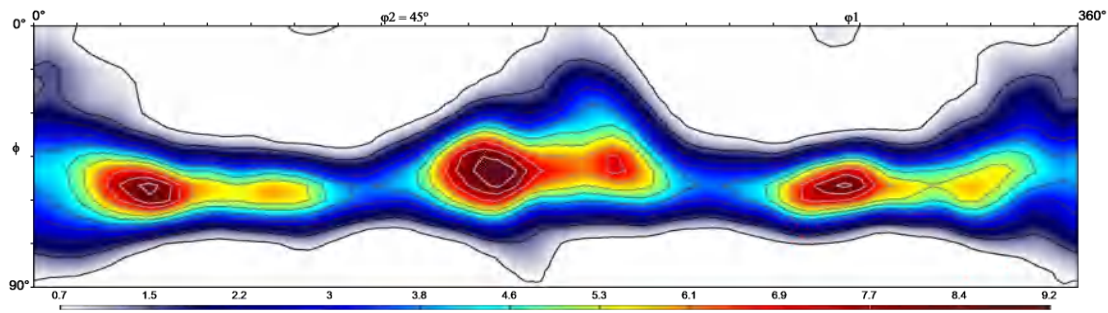


Fig. IV.10. Section  $\varphi_2 = 45^\circ$  de la FDOC présente la texture des germes

#### IV.4. Résultats de simulation

##### IV.4.1. Cinétique de recristallisation

La figure IV.11 présente l'évolution de la fraction recristallisée en fonction du pas de Monte Carlo (MCS). L'état en fin de recristallisation primaire (99% de fraction recristallisée) est obtenu à 130 MCS.

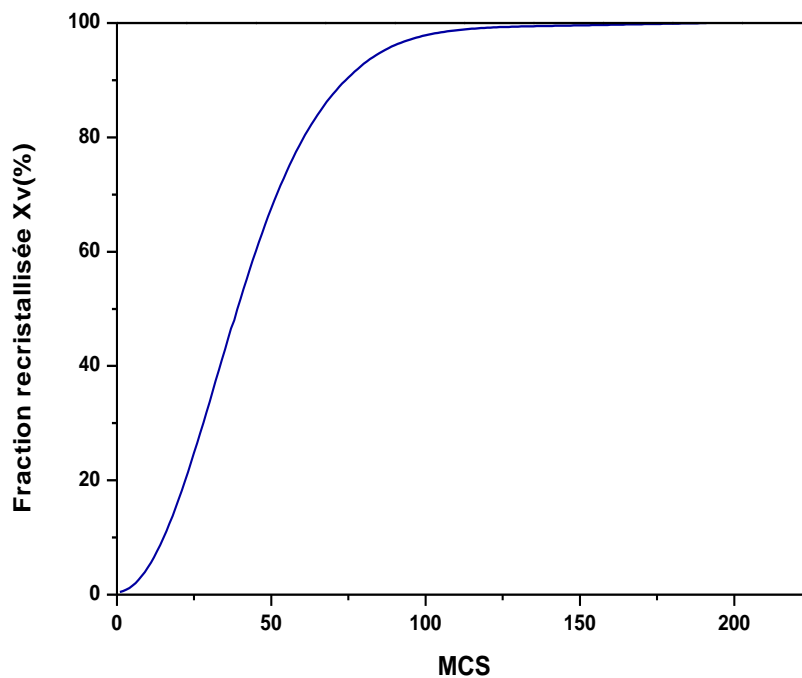
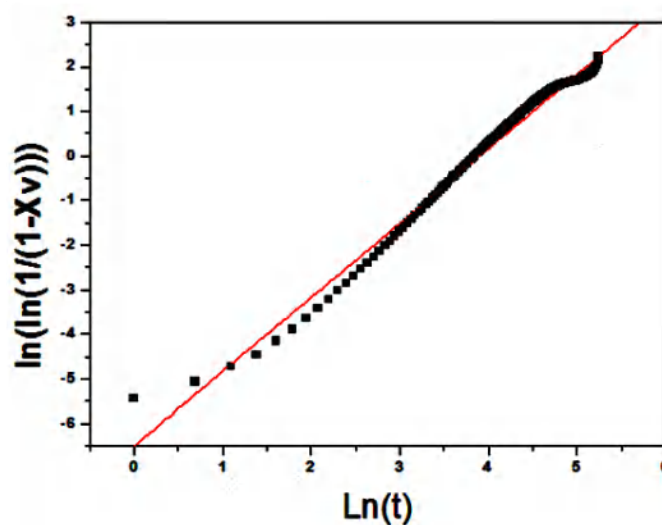


Fig. IV.11. Fraction recristallisée en fonction du pas Monte Carlo.

Ces cinétiques de recristallisation peuvent être décrites simplement par l'équation de JMAK (I.12).

En calculant la pente de la droite décrite par le graphe  $\ln(\ln(\frac{1}{1-X_v}))$  en fonction de  $\ln(t)$ , on peut obtenir la valeur de l'exposant d'Avrami  $n$  (c.f. § I.3.2.3).

L'ajustement de la courbe obtenue à une droite donne un exposant  $n$  égale à **1.8**. Cette valeur est proche de la valeur théorique  $n=2$  dans le cas d'une croissance en deux dimensions. Cet écart par rapport à la valeur théorique est peut être dû à la distribution non aléatoire des germes dans la microstructure initiale car la théorie de JMAK prévoit une distribution aléatoire des germes où la croissance d'un germe n'est pas perturbée par les autres. Ces résultats sont en concordance avec les travaux de Stüwe et al. [142].



**Fig. IV.12. Obtention de l'exposant d'Avrami**

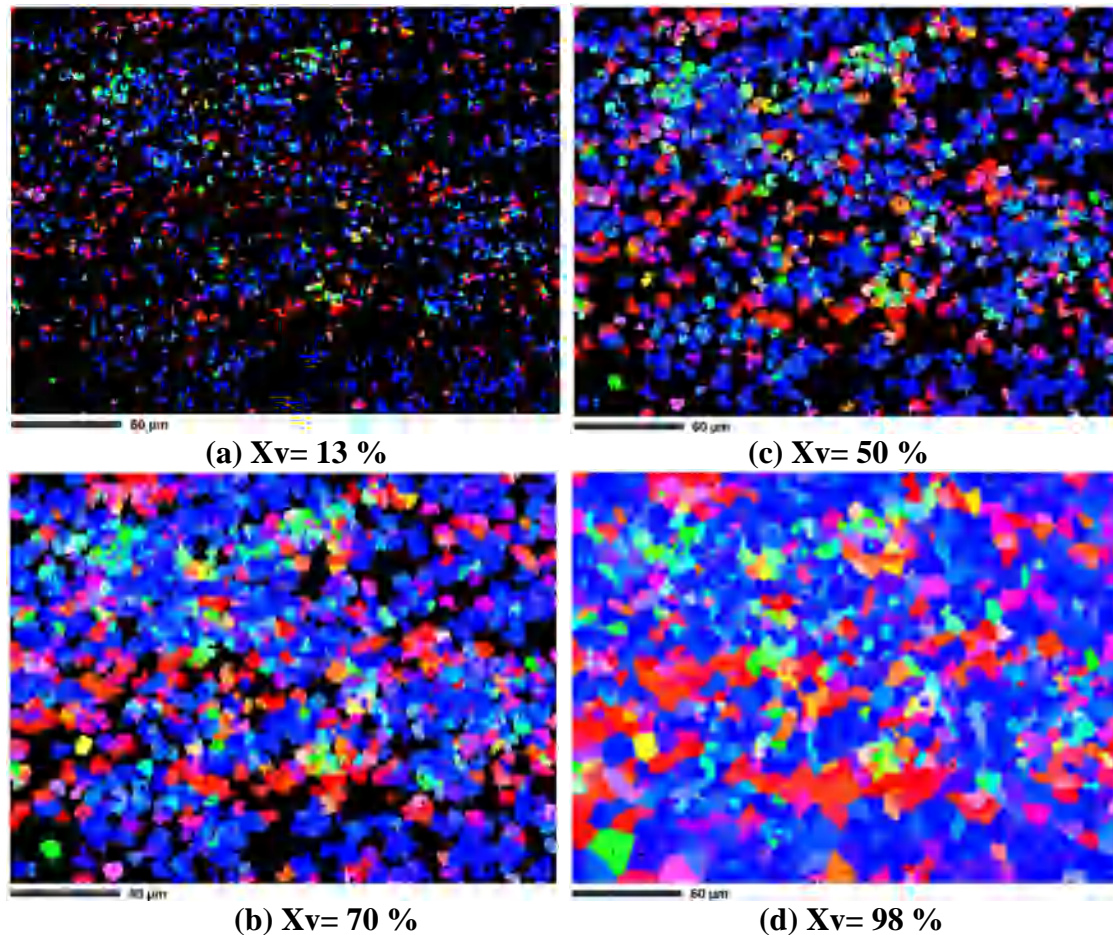
#### IV.4.2. Evolution de la microstructure et de la texture au cours de la recristallisation

Afin de comparer l'évolution de la microstructure et de la texture de simulation avec celle de l'expérimental, trois états partiellement recristallisés de:  $X_v=13\%$  (MCS=20) ,  $X_v=50\%$  (MCS=40) et  $X_v=70\%$  (MCS=55) sont choisis. Ces états sont comparables aux microstructures réelles des échantillons : S\_2 ( $X_v=11.4\%$ ), S\_3 ( $X_v=48.2\%$ ) et S\_4 ( $X_v=71.6\%$ ), respectivement. La comparaison portera sur l'évolution de la taille de grains, la distribution de tailles de grains et sur la texture cristallographique.

#### IV.4.2. Evolution de la microstructure

La figure (IV.13) présente l'évolution de la microstructure au cours de la simulation de la recristallisation primaire.

L'évolution observée des microstructures montre qu'au premier stade de recristallisation, la répartition des nouveaux grains (germes) est globalement homogène (Figure IV.13a et IV.13b). Après plusieurs pas de Monte Carlo, ces germes croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés, jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres pour permettre la compétition de la croissance de grains (Figures IV.13c et IV.13d), qui se produit simultanément avec la croissance des nouveaux grains au dépens de la matrice écrouie.



**Fig. IV.13. Evolution de la microstructure au cours de la simulation de la recristallisation primaire.**

La figure IV.14 présente l'évolution du nombre et de la taille de grains recristallisés au cours de la recristallisation primaire. L'évolution expérimentale de la taille de grains est également reportée sur la figure (en pointillé).

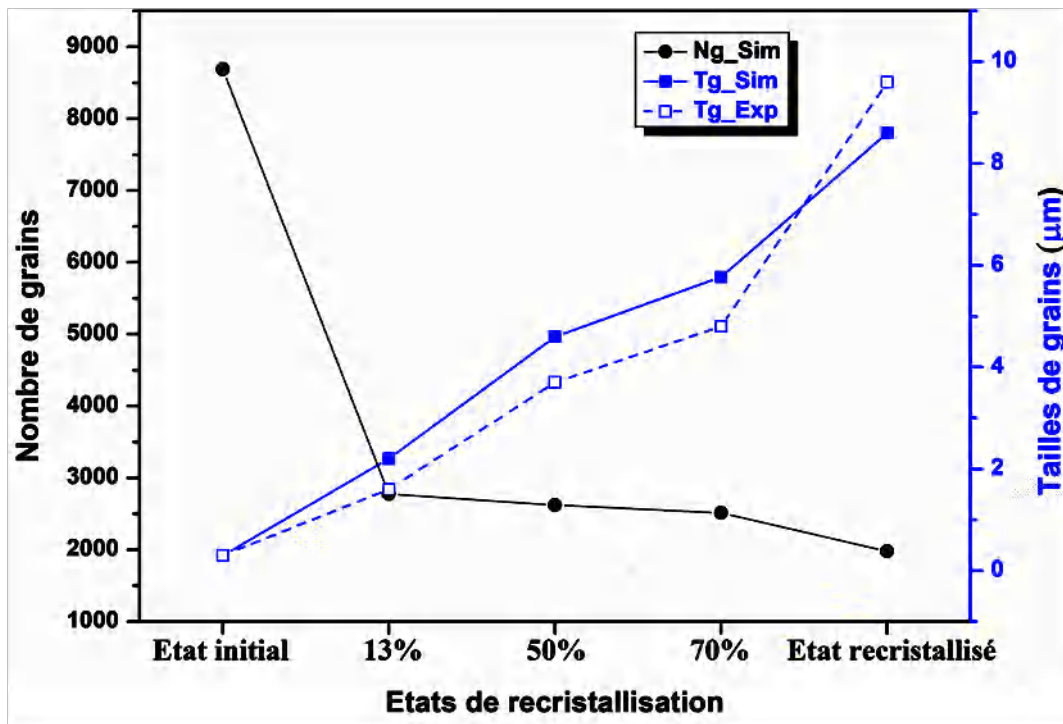


Fig. IV.14. Evolution de la taille (Tg) et du nombre de grains (Ng) au cours de la recristallisation.

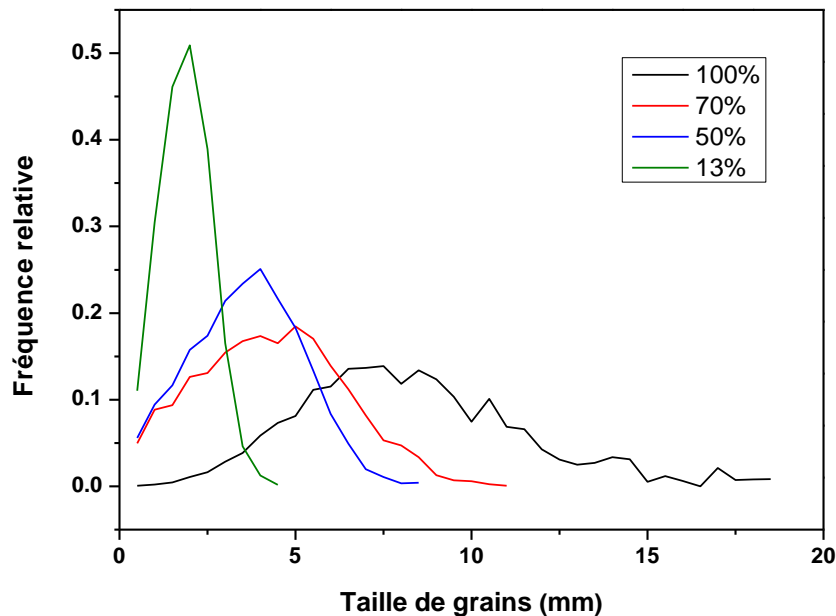
En simulation, après une diminution significative du nombre de grains recristallisés entre l'état initial (8960 germes) et 13% de recristallisation (2777 grains), probablement due à la coalescence de germes situés dans les mêmes zones de forte énergie emmagasinée, nous observons des diminutions relativement légères de celui-ci jusqu'à la fin de la recristallisation où le nombre finale atteint 1980 grains.

Parallèlement, la taille moyenne de grains augmente de façon presque linéaire pour atteindre la valeur de 8.6  $\mu\text{m}$  en fin de la recristallisation primaire. Cette taille de grains est inférieure à sa valeur expérimentale de 9.6  $\mu\text{m}$ . Par contre, la taille de grains obtenue par simulation est supérieure à celle de l'expérience pour tous les autres états intermédiaires (partiellement recristallisés).

La recristallisation primaire est gouvernée par deux mécanismes : la croissance des nouveaux grains (germes) dans la matrice déformée et la compétition de croissance entre les grains recristallisés. Nous avons déduit, de l'étude expérimentale, que ce dernier devient plus marqué au delà de 50% de recristallisation. Cependant, l'évolution presque linéaire de la taille de grains montre que la recristallisation primaire en simulation est prédominée uniquement par le premier mécanisme.

#### IV.4.3. Distribution de taille des grains

La Figure (IV.15) présente les distributions de tailles de grains pour les états de simulation : 13%, 50%, 70% et en fin de recristallisation (Fig.IV.15).



**Fig. IV.15. Distributions de taille de grains obtenues par simulation**

Les distributions de tailles de grains de simulations sont proches à une distribution gaussienne classique, excepté pour l'état en fin de recristallisation qui présente quelques classes supplémentaires de taille supérieures à la taille moyenne.

En effet, l'état de 13% de recristallisation présente une distribution de taille de grains étroite ou la majorité des grains ont une taille très proche de la taille moyenne. Au fur et à mesure que la recristallisation avance, la taille moyenne de grains augmente et la largeur des distributions de tailles de grains augmente indiquant l'augmentation de la dispersion de tailles de grains et de la déviation standard par rapport à la valeur moyenne de tailles de grains.

Les distributions de taille de grains des états de simulation sont largement différentes de celles de l'expérimental pour les stades avancés de recristallisation ; c.à.d. pour les fractions recristallisées de 50% (S\_3) et 70% (S\_4) où une longue queue vers les gros grains, beaucoup plus marquée que celle de l'état en fin de recristallisation (état de simulation de 100%), est observée (c.f. Fig.III.6). Il existe en effet un petit nombre de grains beaucoup plus grand que la taille moyenne des grains.

Effectivement, au début de la recristallisation, la répartition et la croissance de germes sont homogènes, que ce soit pour la simulation ou dans la réalité. Les grains sont donc moins épinglés et les joints de grains se déplacent plus vite dans la microstructure. Le mécanisme de croissance de grains recristallisés aux dépens de la matrice déformée gouverne le début de la recristallisation. Cependant, aux stades ultérieurs, l'énergie emmagasinée qui représente la force motrice de la croissance de germes diminue dans certaines zones d'une part et d'autre part, les grains commencent de se mettre en contact ouvrant donc la voie au mécanisme de compétition de croissance de grains, qui devient le plus dominant d'après ce que nous avons vu à partir de l'étude expérimentale. Cela va certainement altérer le mouvement de certains joints de grains par rapport aux autres ce qui permettrait probablement l'augmentation de la taille de grains pour certaines classes par rapport à la taille moyenne.

L'énergie emmagasinée de déformation n'est pas paramétrée dans la présente simulation de la recristallisation primaire, elle intervient uniquement dans l'implantation des germes. Un site recristallisé n'a pas donc de préférence de croissance par rapport aux sites voisins déformés, il les considère tous identiques, c.à.d. ayant la même énergie emmagasinée. Par conséquent, la croissance des nouveaux grains continue d'une manière homogène et ce mécanisme continue à dominer jusqu'aux derniers stades de la recristallisation primaire. Cela peut justifier l'évolution linéaire de la taille de grains et le fait que la vitesse de croissance des grains recristallisés en simulation soit supérieure à celle obtenue expérimentalement. En toute fin de la recristallisation, le mécanisme de la compétition de croissance de grains intervient forcément de façon plus marquée, conduisant ainsi aux distributions de tailles de grains observées.

#### IV.4.4. Evolution de la texture de simulation au cours de la recristallisation

La figure IV.16 montre l'évolution des textures cristallographiques des grains recristallisés obtenues par simulation.

Les sections  $\varphi_2=45^\circ$  de la FDOC obtenues par simulation de la recristallisation primaire montrent que la texture finale garde les mêmes caractéristiques de la texture des germes (c.f.§ IV.3.4.2). Les orientations des grains recristallisés appartiennent principalement à la fibre  $\gamma$  où la fonction de texture présente un maximum étalé autour de la composante  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Le maximum de la FDOC diminue de 9.2 à 7.0 en allant de l'état initial jusqu'à l'état en fin de recristallisation, respectivement.

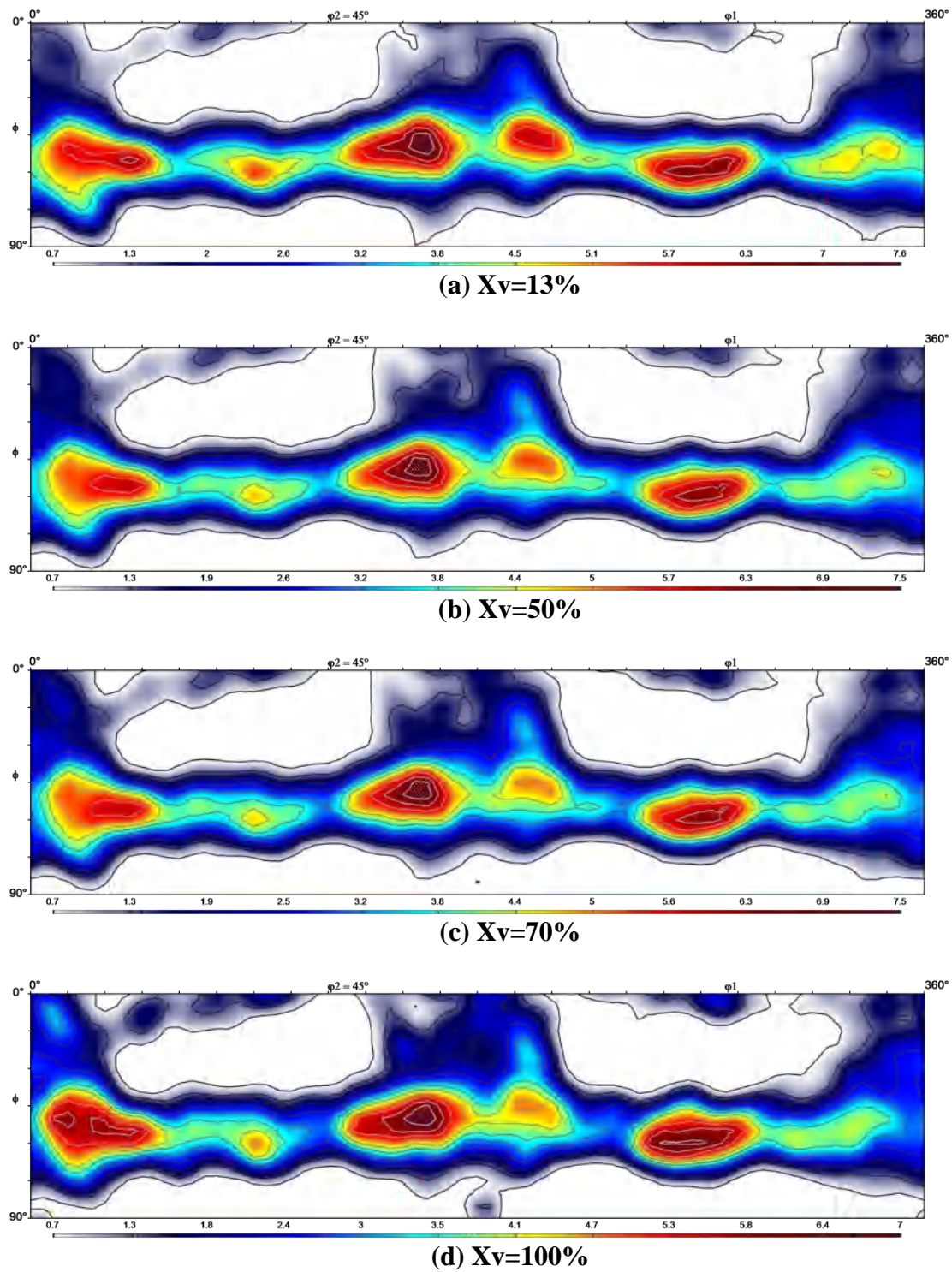


Fig. IV.16. Sections  $\varphi_2=45^\circ$  de la FDOC montrant l'évolution en simulation de la texture des grains recristallisés au cours de la recristallisation.



Les premiers stades de recristallisation ont montré que les germes ont des orientations de la fibre  $\gamma$ . Ces germes croissent d'abord dans les grains déformés ayant de forte énergie emmagasinée, dans lesquels ils sont apparus (grains ayant des orientations de la fibre  $\gamma$ ) avant de croître dans le reste de la matrice écrouie, conduisant à des grains recristallisés avec des orientations appartenant à la fibre  $\gamma$ . L'évolution en simulation de la recristallisation est donc basée sur un mécanisme de germination orientée où la texture finale est contrôlée par l'orientation des germes (c.f. § II.5)

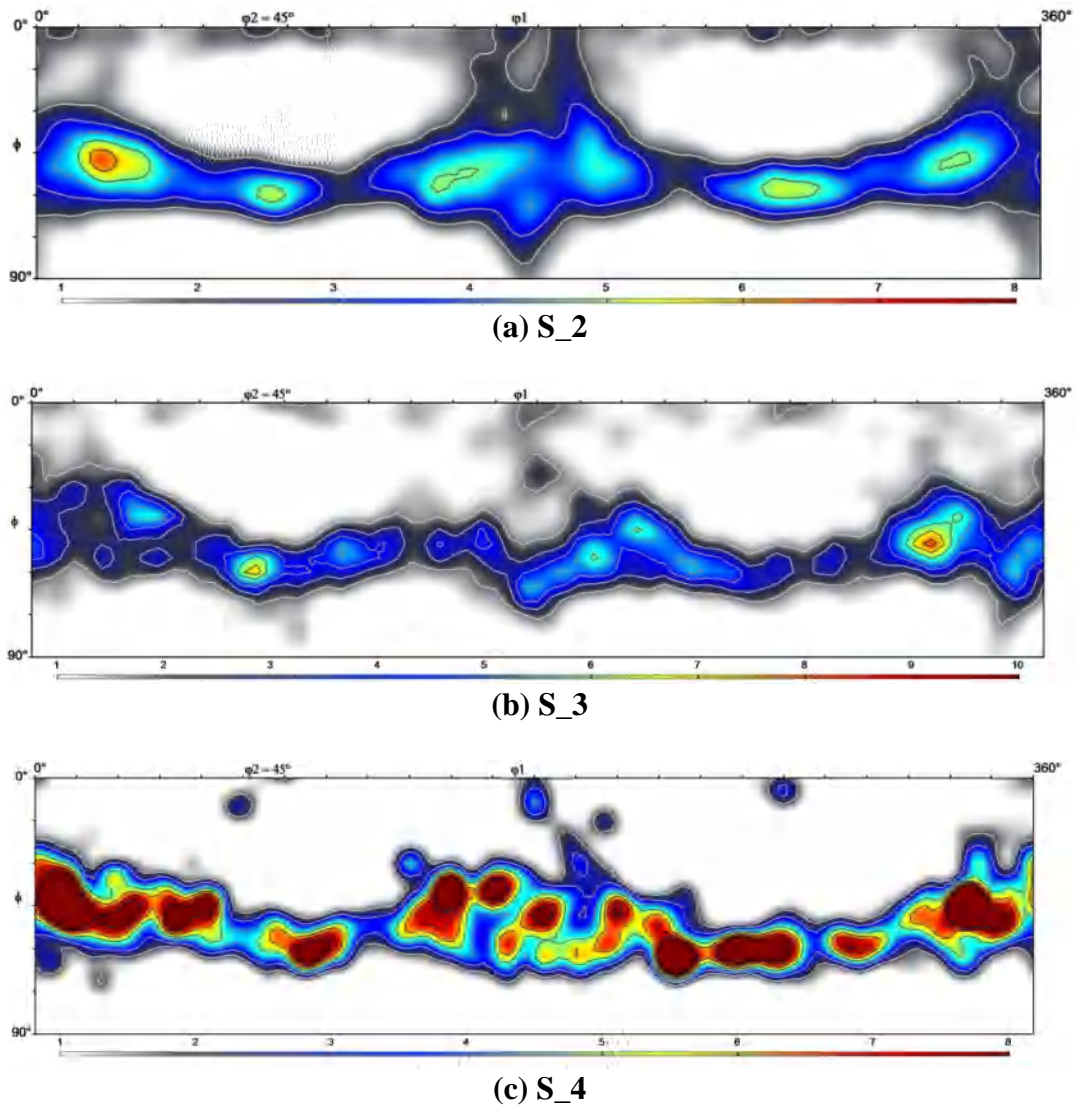
La comparaison de l'évolution des textures de simulation avec celle de l'expérimental à travers les 3 états S\_2, S\_3 et S\_4 montre que la simulation reproduit les caractéristiques globale de la texture expérimentale qui est constituée principalement d'orientations appartenant à la fibre  $\gamma$  (Fig. IV.17).

Par une simple inspection visuelle, la texture de simulation ressemble assez bien à celle de l'expérimentale uniquement pour les premières étapes de la recristallisation (Fig. IV.17a). Cela est confirmé quantitativement par le calcul de la fraction volumique de différence ( $V_{\Delta}$ ) et la **Corrélation directe** entre les textures réelles et celles de simulation pour les trois états recristallisés (Tableau IV.1).

Effectivement, le tableau IV.1 montre que l'état de 13% de fraction recristallisée possède le plus faible écart entre la texture réelle et celle de la simulation. Cette différence augmente avec l'évolution de la recristallisation ;  $V_{\Delta}$  augmente de 0.23 (entre les états de 13% de recristallisation) jusqu'à 0.37 (entre les états de 70% de recristallisation) et la corrélation directe diminue de 90% à 77% pour les deux fractions recristallisés, respectivement.

**Tableau IV.1. Comparaison des textures**

<b>Etats recristallisés</b>	<b>13%</b>	<b>50%</b>	<b>70%</b>
<b>Corrélation directe</b>	<b>90%</b>	67%	77%
<b><math>V_{\Delta}</math></b>	<b>0.23</b>	0.39	0.37



**Fig. IV.17. Sections  $\varphi_2=45^\circ$  de la FDOC montrant l'évolution en simulation de la texture des grains recristallisés au cours de la recristallisation.**

Les différences, entre les FDOC expérimentales et celles obtenues à partir de la simulation ne sont pas principalement liées aux orientations des grains recristallisés mais plutôt aux caractéristiques topologiques, parmi lesquelles citons : la taille des grains individuelles qui joue un rôle important lors de recristallisation, le voisinage des grains et la répartition de l'énergie emmagasinée à l'intérieure de la microstructure déformée.

L'amélioration des résultats de simulations nécessite l'incorporation d'une énergie emmagasinée différenciée (proportionnelle aux valeurs de KAM, par exemple) et de fortes hypothèses pour la mobilité des joints de grains, tout en favorisant le mécanisme de

compétition de croissance entre grains recristallisés, observé expérimentalement au delà de 50% de recristallisation.

#### IV.5. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons utilisé la méthode de Monte Carlo pour la simulation de la recristallisation primaire dans un acier IF. Produire une carte EBSD virtuelle d'un état recristallisé à partir de celle expérimentale, d'un état déformé, est un défi risqué car on utilise une modélisation 2D pour un phénomène 3D où l'énergie emmagasinée n'est connue que très approximativement. Nous avons proposé un mode basé sur KAM pour l'identification de l'énergie emmagasinée et modéliser le stade de germination. Les résultats de simulation et leur comparaison avec le comportement expérimental sont :

- Ce modèle conduit à une cinétique parabolique prévu par la loi JMAK.
- L'évolution de la taille de grains est presque linéaire indiquant que le mécanisme qui contrôle la recristallisation est la croissance de nouveaux grains aux dépens de la matrice déformée.
- Trois états partiellement recristallisés (13%, 50% et 70%) ont été utilisés pour comparer les résultats de simulation avec les expériences. Les tailles de grains recristallisés sont très proches, cependant les distributions de tailles de grains recristallisées montrent quelques différences pour les stades avancés de la recristallisation.
- La simulation reproduit les mêmes caractéristiques de la texture expérimentale. La texture des grains recristallisés est concentrée dans la fibre  $\gamma$  et ressemble assez bien à celle des premiers stades de la recristallisation.

L'incorporation des énergies emmagasinées proportionnelles aux valeurs de KAM, de fortes hypothèses sur la mobilité des joints de grains et prendre en compte le mécanisme de compétition de croissance entre grains recristallisés au delà de 50% de recristallisation, peut améliorer les résultats de simulation.

## **Conclusions et perspectives**

Ce travail est une contribution à la quantification et à la modélisation de la recristallisation primaire dans les aciers IF. Cette dernière est caractérisée par la germination et la croissance des grains recristallisés (ou germes) jusqu'à la consommation de toute la matrice déformée. A cette évolution de la microstructure, est associée une modification de la texture. En effet, la texture finale est une conséquence directe des mécanismes et de la cinétique de la recristallisation. Cette texture est l'une des propriétés essentielles à contrôler lors du traitement thermomécanique pour optimiser l'emboutissabilité des tôles d'aciers IF.

L'objectif principal de cette étude est de pouvoir identifier expérimentalement les caractéristiques qui permettent une meilleure compréhension des mécanismes fondamentaux qui contrôlent l'évolution de la microstructure et de la texture, puis modéliser cette évolution.

Pour l'étude expérimentale de la recristallisation primaire, un ensemble d'échantillons, à plusieurs stades de recristallisation, a été caractérisé et analysé en utilisant des cartographies obtenues par EBSD. Dans les échantillons partiellement recristallisés, il est indispensable de détecter, parmi tous les grains, ceux qui sont déjà recristallisés afin de comprendre comment la recristallisation évolue. Par conséquent, nous avons développé un concept original basé sur une combinaison de deux critères ( $GOS < 2.5^\circ$  et  $GOS/D < 1^\circ/\mu m$ ) pour détecter les grains recristallisés.

L'analyse des cartes d'EBSD a permis de quantifier, plusieurs aspects de la recristallisation primaire notamment sur :

- l'étape de germination où plusieurs informations sur les germes deviennent disponibles : la plupart des germes apparaissent au début de la recristallisation (germination à sites saturés), la densité de germes est comprise entre  $0,08$  et  $0,11/\mu m^2$  et leurs orientations préférentielles sont réparties de manière assez homogène le long de la fibre  $\gamma$  ;
- l'énergie emmagasinée de déformation qui joue un rôle essentiel pour la recristallisation primaire car la différence d'énergie emmagasinée entre les grains induit une pression motrice sur les joints de grains. Les valeurs de KAM et densités de GND ont été calculées pour tous les pixels de l'état déformé. En calculant les textures associées aux pixels ayant les valeurs les plus élevées pour ces quantités et en les comparant à la texture des germes, il a été montré que les deux quantités peuvent être considérées comme des indicateurs de l'énergie emmagasinée avec un léger avantage pour le KAM ;
- l'évolution de la microstructure au cours de la recristallisation primaire : l'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés a montré qu'il existe deux régimes ; jusqu'à environ

50% de recristallisation, la croissance des grains dans la matrice déformée est le mécanisme dominant, alors qu'au-delà de 50%, la compétition de croissance entre grains recristallisés devient le régime principal.

- L'évolution de la texture : qui est fortement liée aux différents mécanismes décrits ci-dessus. La germination sélectionne un sous-espace d'orientation avec des orientations préférentielle le long de la fibre  $\gamma$ . Au cours du premier stade (croissance principalement dans la matrice déformée), cette fibre  $\gamma$  est légèrement renforcée avec une distribution relativement homogène le long de cette fibre. La compétition de croissance des grains qui devient importante dans le second stade conduit à la formation de quelques pics le long de la fibre  $\gamma$ .

Cependant, à travers un paramètre original qu'on a appelé paramètre de désorientation du voisinage des grains, il n'a pas été possible de conclure que la mobilité intrinsèque de certains joints à grands angles soit relativement élevée, pour expliquer l'existence de quelques grains recristallisés beaucoup plus gros que la taille moyenne des grains dans les état partiellement recristallisé. Ce paramètre est significativement plus important pour les plus gros grains recristallisés sauf à la fin de la recristallisation primaire.

A partir des données expérimentales, nous avons considérés la technique de Monte Carlo pour la simulation de la recristallisation primaire dans l'acier IF. Nous avons proposé un mode basé sur KAM pour l'identification de l'énergie emmagasinée et modéliser le stade de germination. La microstructure utilisée pour l'initialisation de la simulation est celle de l'échantillon laminé à 75%. Nous avons considéré le mécanisme de germination à sites saturés où tous les germes sont implantés au début de la recristallisation. La microstructure évolue à chaque pas de simulation selon des paramètres de germination et des règles probabilistes pour la minimisation de l'énergie emmagasinée de déformation. Afin de comparer les résultats de simulation avec l'expérience, trois états partiellement recristallisés (13%, 50% et 70%) équivalents à ceux de l'expérimental ont été considérés. Les résultats obtenus sont :

- Ce modèle conduit à une cinétique parabolique avec un exposant d'Avrami égal à 1.8.
- L'évolution de la taille de grains en simulation est presque linéaire indiquant que le mécanisme qui contrôle la recristallisation est la croissance des nouveaux grains aux dépens de la matrice déformée. Les tailles de grains recristallisés obtenues par simulation sont très proches de l'expérimental, cependant les distributions de tailles de grains recristallisées montrent quelques différences pour les stades avancés de la recristallisation.

- La simulation reproduit les mêmes caractéristiques de la texture expérimentale. La texture des grains recristallisés est concentrée dans la fibre  $\gamma$  et ressemble assez bien à celle des premiers stades de la recristallisation.

Ces résultats montrent qu'il n'y a pas de règle simple pour prévoir la texture de recristallisation et que ces différences ne sont pas principalement liées aux orientations des grains recristallisés, mais plutôt aux caractéristiques topologiques, parmi lesquelles citons : la taille des grains individuelles qui joue un rôle important lors de recristallisation, le voisinage des grains et la répartition de l'énergie emmagasinée à l'intérieure de la microstructure déformée et à l'évolution de l'équilibre entre les différents mécanismes.

En Effet, l'incorporation d'une énergie emmagasinée différenciée (proportionnelle aux valeurs de KAM, par exemple) et de fortes hypothèses pour la mobilité des joints de grains, tout en favorisant le mécanisme de compétition de croissance entre grains recristallisés au delà de 50% de recristallisation peut palier les écarts entre la simulation et l'expérience.

A l'issue de ce travail, nous pouvons considérer plusieurs perspectives, parmi lesquelles :

- L'incorporation dans la simulation d'une énergie emmagasinée différenciée (proportionnelle aux valeurs de KAM, par exemple) et d'autres hypothèses sur la mobilité des joints de grains et la favorisation du mécanisme de compétition de croissance entre grains recristallisés au delà de 50% de recristallisation.

- L'extension de notre modèle 2D à un modèle 3D : cette procédure nécessite l'utilisation de microstructures d'entrée en 3D ou des coupes 2D ce qui est accessible maintenant soit par le biais de générateurs des microstructures synthétiques ou par des caractérisations expérimentales en volume, accessibles par les nouveau microscopes 'Dual Beam'.

## **Références bibliographiques**



- [1] Novikov V., grain growth and control of microstructure and texture in polycrystal, (1977).
- [2] Hensger K.E., Strukturveränderung beim erwärmten plastisch verformten Metallen, MWT, (1977).
- [3] Humphreys F. J. and Hatherly M., Recrystallization and related annealing phenomena, second edition, Elsevier, Oxford (2004).
- [4] Bilby B.A., Types of dislocation source, in Defects in crystalline solids. Report of the Conference of the International Union of Physics, Bristol, London: The Physical Society, (1955).
- [5] Read W.T., Dislocations in Crystals, Mc Graw-Hill (1953).
- [6] Doherty R.D, Hugues D.A, Humphreys F. J, Jonas J.J., D. Jensen J., Kassner.E., King W.E, Nelly T.R., Queen H.J., Rollet A.D., Mat. Sei. & Eng., A268, (1997), 219-2740.
- [7] Orowan E., communication à la Société Française de Métallurgie, (1947).
- [8] Viswanathan R., Baver C.L., Acta. Met., 23, (1975), 831.
- [9] Sandstrom R., Acta. Met., 25, (1977), 905-911
- [10] Carn R.W., Recrystallization, Grain Growth and Textures, Ed. Metals Park, Ohio (1965), 102.
- [11] Doherty R.D, Recrystallization of Metallic Materials, (1978).
- [12] Lüke K., Stüwe, II Recrystallization, Grain Growth and Textures, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, (1965), 171-201.
- [13] Beck P.A., Sperry P.R., Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum, Appl Phys, 21 (1950), 150-152.
- [14] Theyssier M.C., Driver J.H., Recrystallization nucleation mechanism along boundaries in hot deformed Al bicrystals, Mat Sci Eng A, 272, (1999), 73-82.
- [15] Bailey J.E., Hirsch P.B., The recrystallization process in some polycrystalline metals, Proc. R. Soc. Lond. A, 267, (1962) 11-30.
- [16] Bate P., Hutchinson B., A re-evaluation of the mechanism of SIBM, Scripta Mater, 36 (1997) 195-198.
- [17] Higginson R., Bate P., Substructure drag effects and recrystallization textures in aluminium, Acta Mater, 47, (1999), 1079-1090.
- [18] Julliard F., Etude des mécanismes de recristallisation dans l'Invar, alliage Fe-36%Ni, Phd, Université Paris Sud, Orsay (2001).
- [19] Robson J.D., Henry D.T., Davis B., Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: particle stimulated nucleation, Acta Mater, 57, (2009), 2739-2747.

- [20] Leslie W.C., Michalak J.T., Aul F.W., The annealing of cold-worked iron, In Iron and its dilute solid solution, New York, (1963), 103-119.
- [21] Humphreys F.J., The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium, *Acta Mater*, 25, (1977), 1323-1344.
- [22] Humphreys F.J., Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel, *Scripta Mater*, 43,(2000), 591-596.
- [23] Nes E., Recovery revisited. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(6), 1995, 2189-2207.
- [24] Aust K.T., Rutter J.W., *Trans. Met. Soc. AIME*, 215, (1959), 119.
- [25] Haessner F., Recrystallization of metallic material, Dr. Riederer Verlag Gmbh, Stuttgart (1978).
- [26] Stüwe H.P., Haessner F., Driving and dragging forces in recrystallization. *Recrystallization of metallic materials*, 1978, 11-21.
- [27] Kalu P.N., Waryoba D.R., A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure, *Mat Sci Eng A*, 464, (2007), 68-75.
- [28] Avrami M., Kinetics of Phase Change:General Theory, *J Chem Phys*, 7, (1939) 1103-1112.
- [29] Christian J.W., The theory of transformations in metals and alloys: Advanced Textbook in Physical Metallurgy, (2nd ed.), Oxford: Pergamon Press, (1975).
- [30] Weiping Y., Le Gall R., Saindrenan G., *Mater. Sci. and Eng*, A332, (2002), 41–46.
- [31] Balluffi R.W., Interfacial segregation, W. C. Johnson and J. M. Blakely (Eds), American society for metals, USA, 193, (1977).
- [32] Burke J.E., Turnbull D., *Prog. Metal Phys*, 3 ,(1952), 220–244.
- [33] Gladman T., *Proc. R. Soc*, A294, 289, (1966)
- [34] Bernard J., Michel A., Philibert J., *Métallurgie générale*, Masson et Cie, (1969).
- [35] Nes E., Ryum N., Hunderi O., On the Zener drag, *Acta Mater*, 33, (1985), 11-22.
- [36] Ashby M.F., *1'1 RisfJ National Laboratory*, (1980).
- [37] Coulomb P., *Les textures dans les métaux de réseau cubique*, Ed. Dunod, Paris, (1972).
- [38] Mathon M.H, *Caractérisation des textures par diffraction neutronique*, EDP Sciences, 9, (2008), 49–64.
- [39] Battacharyya D., The development of textures and microstructures in  $\alpha/\beta$  titanium alloys, *Materials science and engineering*, The Ohio State University, (2004).

- [40] Battaini M, Pereloma E.V., Davies C.H.J., Orientation effect on mechanical properties of commercially pure titanium at room temperature, *Metallurgical and Materials Transactions*, A38, (2007), 276–285,
- [41] Cullity B.D., *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley publisher, MA, (1978).
- [42] Bargel H.J, Schulze G, *Werkstoffkunde*, Dusseldorf VDI-Verlag GmbH, (1988).
- [43] Bunge H.J., Esling C., *Quantitative Texture Analysis*, (1982).
- [44] Raabe D., *Acta Metall Mater*, 43, (1995), 1531-1540.
- [45] Bunge H.J., *Z Metallkunde*, 56, (1965), 872-874.
- [46] Hatherly M., Hutchinson B., *Introduction to Texture Analysis Macrotexture, Microtexture, and orientation Mapping*, (1979).
- [47] Cahn R.W, in *Processing of Metals and Alloys*, ed. Cahn, VCH, Weinheim, (1991), 429.
- [48] Randle V., Engler O., *An Introduction to Texture Analysis*, (2000).
- [49] Rouag N., *Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques*, Université Paris XI - Orsay, (1988).
- [50] Roe R.J., *J. Appl. Phys*, 36, (1965), 2024-2031.
- [51] Ruer D., *Méthode vectorielle d'analyse de la texture*, Thèse de l'Université de Metz, (1976).
- [52] Matthies S., *Phys. Status Solidi*, 92, (1979), 135.
- [53] Schaeben H., *Phys. Status Solidi*, 123, (1984), 425.
- [54] Wagner F., Bozzolo N., Dewobroto N., Gey N., *Materials Science Forum*, 408-412, (2002),143.
- [55] Hutchinson B., Ryde L., *Proc. Thermomechanical processing and theory, Modelling and practice*, (1997), 145-161.
- [56] Hutchinson W.B., *Development and Control of Annealing Textures in Low- Carbon Steels*, *Int. Met. Rev.*, 29, (1984), 25.
- [57] Von Schlippenbach U., Lücke, K *ICOTOM 7*, eds. Barakman et al. Noordwijkerhout, (1984), 159.
- [58] Emren F., von Schlippenback U., Lücke K., *Acta. Met.* 34, (1986), 2105.
- [59] Kiaei M., *Etude des mécanismes de recristallisation des les aciers bas carbone*, Thèse Université Paris 13, (1996).
- [60] Hutchinson B., Ryde L., *Proc. 16th Riso inter. Symp. Mat. Sci.*, , Riso Nat.l Lab, Roskilde, Denmark, (1995), 105-117.
- [61] Vanderschueren D., Yoshinaga N., Koyama K., *ISIJ inter*, 36 (8 ), (1996), 1046-1054.
- [62] Miroux A., *Thèse de PhD . France: Université Paris 13*, (1999).
- [63] Hutchinson W.B., *Int. Met. Rev.*, 29, (1984), 25-41.

- [64] Goitstein G., L.S. SHVINDLERMAN, Scripta. Met., 27, (1992), 1515-1520.
- [65] Wassermann G., Grewen J., Texturen metallischer Werkstoffe, Springer-Verlag. 2nd edition, (1962).
- [66] Dingley D.J., Proceeding of ICOTOM 8, Santa Fe, Ed. Khallend J.S. et Gottstein G., The Metallurgical society, (1988), 189.
- [67] Dingley D.J., Baba-Kishi K., European Microscopy and Analysis, 29, (1990).
- [68] Schulz L.G., Journal of Applied Physics, 20, (1949), 1030-1033.
- [69] Gey N., Thèse de Doctorat, Université de Metz, France, (1997).
- [70] Bunge H. J., Mathematische Methoden der Texturanalyse. Akademie Verlag, Berlin, (1969).
- [71] Wagner F., Humbert M., Muller J., Esling C. Textures and Microstructure, 25, (1996) 197.
- [72] Ayad A., Etude de l'influence de l'anisotropie sur la recristallisation et la croissance des grains, thèse de doctorat, Université Constantine 1, (2013).
- [73] Maitland T., Sitzman S., Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, Scanning Microscopy for Nanotechnology – Techniques and Applications, Springer, (2006), 41-76.
- [74] Baudin, Analyse EBSD – Principe et cartographies d'orientation, Techniques de l'ingénieur, Paris (2013).
- [75] Black M.P., Higginson R.L., Scripta Materialia, 41 (2), (1999), 125–129.
- [76] Ayad A., Allain-Bonasso N., Rouag N., Wagner F., Mater. Sci. For, 702–703, (2012), 269-272
- [77] Bridier F., Villechaise P., Mendez J., Slip and fatigue crack formation processes in an  $\alpha/\beta$  titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales, Acta Materialia, 56(15), (2008), 3951-3962.
- [78] Petrov R.H., Kestens L., Wasilkowska A., Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique, Materials Science and Engineering: A, 447, (2007), 285-297.
- [79] Villechaise P., Sabatier L., Girard J.C., On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy, Materials Science and Engineering: A, 323, (2002), 377-385.
- [80] Caul M., Randle V., Microtexture Analysis of Interstitial-Free Steel, Materials characterization, 38, (1997), 155-163.

- [81] Mineur M., Villechaise P., Mendez J., Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless, *Materials Science and Engineering: A*, 286, (2000), 257-268.
- [82] Buchanan P.J., Randle V., Flewitt P.E.J., A simple procedure for the assessment of plastic strain in electron in electron back-scatter diffraction patterns, *Scripta Materialia*, 37(10), 1997, 1511-1518.
- [83] Beausir B., Funderberger J.J., Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, Université de Lorraine - Metz, (2017).
- [84] Schwarzer R. A.; *Micron*, 28, (1997), 249.
- [85] Wright S.I., Proceedings of the twelfth International Conference on Texture of Materials, (1999), 105.
- [86] Alvi M.H., Cheong S.W., Weiland H., Rollett A.D., Microstructural evolution during recrystallization in hot rolled Aluminum Alloy 1050' Metallurgical Modeling For Aluminum Alloys, Proceedings From Materials Solutions Conference: 1st International Symposium On Metallurgical Modeling For Aluminum Alloys, (2003),191-197.
- [87] Diehl M., Kertsch L., Traka K., Helm D., Raabe D., Site-specific quasi in situ investigation of primary static recrystallization in a low carbon steel, *Materials Science and Engineering: A*, 755, (2019), 295-306.
- [88] Wang X.X. , Zhan M. , Gao P.F. , Ma P.Y. , Yang K. , Lei Y.D. , Li Z.X., Deformation mode dependent mechanism and kinetics of dynamic recrystallization in hot working of titanium alloy *Materials Science and Engineering*, (772), (2020), 138804.
- [89] Kulakov M. , Huang J. , Ntovas M. & Moturu S., Microstructure Evolution During Hot Deformation of REX734 Austenitic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions* 51, (2020), 845–854.
- [90] Brewer L.N., Field, D.P., Merriman C.C., Mapping and assessing plastic deformation using EBSD, In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, New York: Springer, (2009), 251-262.
- [91] Sanjari M., Mehdi M., He Y., Hilinski E.J., Yue S., Kestens L.A.I., A. Edrisy, Tracking the evolution of annealing textures from individual deformed grains in a cross-rolled non-oriented electrical steel, *Metall. Mater. Trans*, 48, (2017), 6013–6026.
- [92] Kapoor I., Lan Y., Rijkenberg A., Li Z., Janik V., Quasi in-situ analysis of geometrically necessary dislocation density in  $\alpha$ -fibre and  $\gamma$ -fibre during static recrystallization in cold-rolled low-carbon Ti-V bearing microalloyed steel, *Mater. Charact.*, 145, (2018), 686–696.

- [93] Ogawa T., Dannoshita H., Adachi Y., Ushioda K., Effect of initial microstructures prior to cold-rolling and intercritical annealing on ferrite recrystallization and ferrite-to-austenite phase transformation in Nb bearing low-carbon steels, *IOP Conf. Series: J. Phys.* 1270, (2019).
- [94] Wright S.I., Proceedings of the 12th International Conference on Textures, (2011), 104–109.
- [95] Nye J.F., *Acta Metall*, 1, (1953), 153.
- [96] Pantleon W., *Scripta Mater*, 58, (2008), 994.
- [97] Beausir B., Fressengeas C., *J. Solids Struct Scripta Mater*, 50, (2008), 137.
- [98] Demir E., Raabe D., Zaafarani N., Zaefferer S., *Acta Mater*, 57, (2013), 559.
- [99] Field D.P., Merriman C.C., Allain-Bonasso N., Wagner F., *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng*, 20, (2012).
- [100] Ruggles T.J., Fullwood D.T., *Ultramicroscopy*, 133, (2013), 8.
- [101] Gao H., Huang Y., Nix W.D., and Hutchinson J.W., *J. Mech. Phys. Solids*, 47, (1999), 1239.
- [102] Kubin L., Mortensen A., *Scripta Mater*, 48, (2003), 119.
- [103] Liu Q., Juul Jensen D., Hansen N., *Acta Mater*, 46, (1998), 5819.
- [104] Kiaei M., Henri J., Bacroix B., Schmitt J. H., Proc. 16th Riso inter. Symp. of Mat. Sci., éd. par Hansen N., Juul Jensen D., Yui Y. L., B. Ralph, Riso Natio. Lab, Roskilde, Denmark, (1995), 399-304.
- [105] Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P., *ISIJ inter*, 38 (7), (1998), 759-765.
- [106] Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, 2nd ed., Springer, New York, (2009).
- [107] Chauve T., Montagnat M., Barou F., Hidas K., Tommasi A., Investigation of nucleation processes during dynamic recrystallization of ice using cryo-EBSD, (2017).
- [108] Chen, B., Yeh, A., Yeh, J., Effect of one-step recrystallization on the grain boundary evolution of CoCrFeMnNi high entropy alloy and its subsystems, 6, (2016).
- [109] Xu X., Li J., Li W., Liu Q., Liu D., Wang X., Wang J., Shang C.a, Misra R.D.K., Experimental and theoretical study on static recrystallization of a low-density ferritic steel containing 4 mass% aluminum, *Materials & Design*, Volume , 180, (2019).
- [110] Dzaszyk S., Payton E.J., Friedel F., Marx V., Eggeler G., On the characterization of recrystallized fraction using electron backscatter diffraction: a direct comparison to local hardness in an IF steel using nanoindentation. *Mater. Sci. Eng*, 527, (2010), 7854–7864.

- [111] Tarasiuk J., Gerber P.H., Bacroix B., Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data. *Acta Mater*, 50, (2002), 1467–1477.
- [112] Barbier D., Germain L., Hazotte A., Gouné M. and Chbihi A., Microstructures resulting from the interaction between ferrite recrystallization and austenite formation in dual-phase steels. *J Mater Sci*, 50, (2015), 374–381.
- [113] Black M.P., Higginson R.L., *Scripta Materialia*, 41 (2), (1999), 125–129.
- [114] Tarasiuk J., Gerber Ph., Bacroix B., *Acta Materialia*, 50, (2002), 1467–1477.
- [115] Tarasiuk J., Gerber P.H., Bacroix B., Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data. *Acta Mater*, 50, (2002), 1467–1477.
- [116] Gazder A.A., Sanchez-Araiza M., Jonas J.J., Pereloma E.V., Evolution of recrystallization texture in a 0.78 wt.% Cr extra-low-carbon steel after warm and cold rolling, *Acta Mater*, 59, (2011), 4847-4865.
- [117] Moussa C., Bernacki M., Besnard R., Bozzolo N., *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 89, (2015).
- [118] Kamaya M., *Ultramicroscopy*, 111 ,(2011), 99.
- [119] Field D.P., Trivedi P.B., Wright S.I. and Kumar M *Ultramicroscopy*, 103, (2005), 33–39.
- [120] Schneider C.A., Rasband W.S., Eliceiri K.W., *Nat Methods*, 9, (2012).
- [121] Gurao N.P., Kumar P, Bhattacharya B., Haldar A. and Suwas S., *Metall. Mater. Trans*, (2012).
- [122] Zhong Y., Yin F., Sakaguchi T., Nagai K., Yang K., *Acta Mater*, (2007).
- [123] Ogawa T., Maruyama N., Sugiura N. and Yoshinaga N., *ISIJ Int*, 50 ,(2010).
- [124] Rollett A.D., Taheri M.L., El-Dasher B.S., *Texture-Dependent measurement of recrystallization kinetics using electron backscatter diffraction*, (2002), 42.
- [125] Dong-K., Won-W.P, Ho W., Seong H.K., Im Y.T., *Adaptive characterization of recrystallization kinetics in IF steel by electron backscatter diffraction*, *Journal of Microscopy*, 252, (2013), 204–216.
- [126] Gerber P.H., Tarasiuk J., Chiron R. and Bacroix B., Estimation of the recrystallized volume fraction from local misorientation calculations, *Archives of Metallurgy and Materials*, 50, (2005), 747-755.
- [127] Park J.W., Jeong H.J., Jin S.W., Kim M.J., Lee K., Kim J.J., Hong S.T., Han H.N., Effect of electric current on recrystallization kinetics in interstitial free steel and AZ31 magnesium alloy, *Materials Characterization*, 133, (2017), 70-76.

- [128] Kalia K., Frazier W.E., Field D.P. and Joshi V.V., Observation of grain growth in U-10Mo alloy, IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf, 1270, (2019).
- [129] Zouar M., Bozzolo N., Roland E.L., Mean field modelling of dynamic and post-dynamic recrystallization during hot deformation of Inconel718 in the absence of  $\delta$  phase particles, Materials Science&Engineering, A655, (2016), 408–424.
- [130] Kerisit C., Jacomet S., Bozzolo N., Houillon M., Geslin W., Llorca V., Logé R.E., Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation, Nantes France, (2010).
- [131] Malta P.O., Alves D.S., Aline Oliveira V.F., Dutra M.I., Arriel P.D., Dagoberto B.S., Static Recrystallization Kinetics and Crystallographic Texture of Nb-Stabilized Ferritic Stainless Steel Based on Orientation Imaging Microscopy, Metallurgical and Materials Transactions, A 48, (2017), 1288–1309.
- [132] Wu G., Juul Jensen D., Automatic determination of recrystallization parameters based on EBSD mapping, Mater. Charact, 59, (2008), 794–800.
- [133] Ayad A., Ramoul M., Rollet A.D., Wagner F., Quantifying primary recrystallization from EBSD maps of partially recrystallized states of an IF steel, Materials Characterization 171 (2020).
- [134] Park J-W., Jeong H-J., Jin S-W., Kim M-J., Lee K., Kim Jae J., Hong S-T., Heung N.H., Effect of electric current on recrystallization kinetics in interstitial free steel and AZ31 magnesium alloy, Materials Characterization, 133, (2017), 70-76.
- [135] Kestens L., Jonas J.J., Modeling texture change during the static recrystallization of interstitial free steels, Metallurgical and Materials Transactions, A 27, (1996), 155-164.
- [136] Hutchinson B., Artymowicz D., Mechanisms and Modeling of Microstructure/Texture Evolution in Interstitial-free Steel Sheets, ISIJ International, 41, (2001), 533-541.
- [137] Okuda K., Rollett A. D., Monte Carlo simulation of elongated recrystallized grains in steels, Computational Materials Science, 34, (2005), 264-273
- [138] Bennett T.A., Kalu P.N. and Rollett A.D., Strain-Induced Selective Growth in 1.5% Temper-Rolled Fe~1%Si, Microscopy and Microanalysis, 17, (2011), 362-367.
- [139] Gottstein G., and Schvindlerman L. S., Grain Boundary Migration in Metals, 2nd edition, CRC Press, (2010).
- [140] Melton, K.N., Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 357, (1999).
- [141] Ricks R.A., Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 357, (1999).
- [142] Stüwe H.P., Padilha A.F., Siciliano F., Competition between recovery and recrystallization. Mat Sci Eng A, 333, (2002), 361-367.



- [143] Kalu P.N., Waryoba, D.R., A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure, *Mat Sci Eng A*, 464, (2007) 68-75.
- [144] Avrami M., Kinetics of Phase Change: I General Theory, *J Chem Phys*, 7, (1939), 1103-1112.
- [145] Fix G.J., *Theory Appl*, 2, (1983), 580.
- [146] Tirake V., Holm E.A., Fan D., Chen L.-Q., *Acta Materialia*, 47(1), (1998), 363–371.
- [147] Chen L.Q., *Annu. Rev. Mater. Res.*, 32, (2002), 113–140.
- [148] Cahn J. W., Hilliard J. E., *Journal of Chemical Physics*, 28, (1958), 258-267.
- [149] Maurice C., In: Gottstein, G., *Recrystallization and Grain Growth*. Aachen. Springer-Verlag, Berlin, (1991), 123.
- [150] Humphreys F.J., *Mats. Sci. Tech.*, 135, (1992).
- [151] Jhan R.J., Bristowe, P.D., *Scr. Metall.*, 24, (1990).
- [152] Upmanyu M., Srolovitz D.J., Shvindlerman L.S., Gottstein, G., *Acta Mater.* 47, (1999).
- [153] Upmanyu M., Srolovitz, D.J., Shvindlerman, L.S., Gottstein, G., *Acta Mater.* 50, (2002).
- [154] Haslam A.J., Phillpot, S.R., Wolf, D., Moldovan, D., Gleiter, H., *Mats. Sci. Eng. A* 318, (2001), 293.
- [155] Hesselbarth H.W., Gobel, I.R., *Acta Metall. Mater.* 39, (1991).
- [156] Marx V., Reher, F.R., Gottstein, G., *Acta Mater.* 47, (1999).
- [157] Raabe D., Becker R.C., In: *Proc. ICOTOM 12, Montreal*. Szpunar, (1999) , 112.
- [158] Anderson M.P., Srolovitz D.J., Grest G.A., Sahni P.S, *Acta Metall*, 32, (1984), 783.
- [159] Anderson M.P., *Proc. 7th Int. Risø Symposium*, ed. Hansen, Risø, Denmark, 15, (1986).
- [160] Holm E.A., Hassold G.N., Miodownik M.A., *Acta Mater*, 49, (2001).
- [161] Winning M., Rollett A.D., Gottstein G., Srolovitz D.J., Lim A., Shvindlerman L.S., *Phil. Mag*, 90, (2010).
- [162] Raabe D., *Acta Mater.* 48, (2000).
- [163] Anderson M.P., Grest G.S., Srolovitz D.J., *Scripta Metall*, 19, (1985), 225.
- [164] Miodownik M., Holm E.A., Hassold G., *Scr. Mater*, 42, (2000).
- [165] Srolovitz D.J., Grest G.S., Anderson M.P., *Acta Metall*, 34, (1986).
- [166] Rollett A.D., Srolovitz D.J., Doherty R.D., Anderson M.P., *Acta Metall*, 37, (1989), 627.
- [167] Sekkak C., Rouag N., Penelle R., *Ceramic Transactions*, 200, (2008), 293-299.
- [168] Holm E.A., Zacharopoulos N., Srolovitz D.J., *Acta Mater.* 46, (1998), 953.

- [169] Bate P.S., Proc. Int. Conf. on Recrystallization and Grain Growth, Aachen, eds. G. Gottstein and D. Molodov, Springer-Verlag, Berlin, 39, (2001),
- [170] Maazi N., Conversion of Monte Carlo Steps to Real Time for Grain Growth Simulation, Advances in Mathematical Physics, (2017).
- [171] Read W.T., Shockly W., Dislocation models of crystal grain boundaries., Phys. Rev., 78, (1950), 275.
- [172] Gruber J., Miller H.M., Hoffmann T.D., Rohrer G.S., Rollett A.D., Misorientation texture development during grain growth. Part I: Simulation and experiment, Acta Mater, 57(20), (2009), 6102–6112.
- [173] Rollett A.D., Manohar P., The Monte Carlo Method., Continuum scale simulation of engineering materials, (2004), 77-114.
- [174] Wang S., Holm E.A., Suni J., Alvi M.H., Kalu P.N., Rollett A.D., Modeling the recrystallized grain size in single phase materials ., Acta Mater, 59(10), (2011),3872–3882.
- [175] Holm E.A., Miodownik M.A., Rollett A.D., Acta Mater., 51, (2003), 2701–271.
- [176] Inagaki H., Suda T, Texture, 1, (1972), 129.
- [177] Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P. et Vanderschueren D., Scrip Mater. 37(6), (1997), 869-874.

# **Contribution to the modeling of primary recrystallization of IF steels.**

## **Experimental study and simulation**

### **Abstract**

This work is a contribution to the quantification and simulation of primary recrystallization in IF steels. IF steels are alloys with high drawing capacity and are intended for the automotive industry. To do this, we followed the evolution of the microstructure and the texture during recrystallization using an original combination of two criteria, GOS (Grain Orientation Spread) and normalized GOS (GOS/D) for grain detection. recrystallized from experimental maps obtained by EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). The grain size distributions of the different stages of recrystallization and the evolution of the average size of recrystallized grains showed the existence of two regimes of microstructural evolution: up to about 50% recrystallization, the growth of new grains in the deformed matrix is the most dominant mechanism whereas beyond 50%, growth competition between recrystallized grains becomes the most dominant. During the first regime, the  $\gamma$  fiber strengthens slightly with a homogeneous distribution of intensity along this fiber. However, the texture is reinforced with the appearance of some peaks along the  $\gamma$  fiber during the second regime. The simulation is designed from the parameters deduced from the experimental study and its results are compared to the real evolution where an experimental cartography is used for the initiation of the simulation and for the implantation of the seeds according to a criterion based on KAM (Kernel Average Misorientation). The evolution of the simulation texture produces the same characteristics of the experimental one, however the evolution of the grain size and the grain size distribution is a little different for the advanced states of recrystallization. The incorporation of a differentiated stored energy and strong assumptions on grain boundary mobility, while taking advantage of the growth competition mechanism between recrystallized grains beyond 50% recrystallization can improve the simulation results.

**Keywords :** IF steel, recrystallization, EBSD, detection of recrystallized grains, GOS, stored energy, KAM, simulation Monte Carlo, microstructures, texture.

## المساهمة في نمذجة إعادة التبلور الأولية لل فولاذ IF.

### دراسة تجريبية ومحاكاة

#### ملخص

هذا العمل هو مساهمة في القياس الكمي ومحاكاة إعادة التبلور الأولي في فولاذ IF. الفولاذ IF عبارة عن سبائك ذات قدرة سحب عالية ومخصصة لصناعة السيارات. للقيام بذلك ، تابعنا تطور البنية المجهرية والملمس أثناء إعادة التبلور باستخدام مزيج أصلي من معيارين GOS (انتشار اتجاه الحبوب) ونظام GOS الموحد (GOS / D) لاكتشاف الحبوب المعاد بلورتها من الخرائط التجريبية التي تم الحصول عليها بواسطة EBSD (حيود تشتت الإلكترون الخلفي). أظهرت توزيعات حجم الحبيبات للمراحل المختلفة من إعادة التبلور وتطور متوسط حجم الحبوب المعاد بلورتها وجود نظامين للتطور البنيوي المجهرية: ما يصل إلى حوالي 50% من إعادة التبلور ، فإن نمو الحبوب الجديدة في المصفوفة المشوهة هو الآلية المهيمنة بينما تتجاوز نسبة 50% ، يصبح التنافس في النمو بين الحبوب المعاد بلورتها هو الأكثر انتشاراً. خلال النظام الأول ، تقوى الألياف  $\gamma$  قليلاً مع توزيع متجانس للكثافة على طول هذه الألياف. ومع ذلك ، يتم تعزيز النسيج بظهور بعض القمم على طول الألياف خلال النظام الثاني. تم تصميم المحاكاة من المعلومات المستخلصة من الدراسة التجريبية ومقارنة نتائجها بالتطور الحقيقي حيث يتم استخدام رسم الخرائط التجريبي لبدء المحاكاة ولغرس البذور وفقاً لمعيار يعتمد على KAM (نواة متوسط سوء التوجيه). ينتج عن تطور نسيج المحاكاة نفس الخصائص التجريبية ، إلا أن تطور حجم الحبيبات وتوزيع حجم الحبوب يختلف قليلاً عن الحالات المتقدمة لإعادة التبلور. يمكن أن يؤدي دمج الطاقة المخزنة المتباينة والافتراضات القوية حول تنقل حدود الحبوب ، مع الاستفادة من آلية منافسة النمو بين الحبوب المعاد بلورتها التي تتجاوز 50% من إعادة التبلور إلى تحسين نتائج المحاكاة.

#### الكلمات الدلالية:

فولاذ IF ، إعادة التبلور ، EBSD ، الكشف عن الحبوب المعاد بلورتها ، GOS ، الطاقة المخزنة ، KAM ، محاكاة مونت كارلو ، الهياكل الدقيقة ، الملمس .

## Résumé

Ce travail est une contribution à la quantification et la simulation de la recristallisation primaire dans les aciers IF. Les aciers IF sont des alliages à grande capacité d'emboutissage et sont destinés à l'industrie d'automobile. Pour ce faire, nous avons suivi l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la recristallisation en utilisant une combinaison originale de deux critères, GOS (Grain Orientation Spread) et GOS normalisé (GOS/D) pour la détection des grains recristallisés à partir de cartographies expérimentales obtenues par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). Les distributions de tailles de grains des différents stades de recristallisation et l'évolution de la taille moyenne de grains recristallisés ont montré l'existence de deux régimes d'évolution microstructurale : jusqu'à environ 50% de recristallisation, la croissance des nouveaux grains dans la matrice déformée est le mécanisme le plus dominant alors qu'au delà de 50 %, la compétition de croissance entre grains recristallisés devient la plus dominante. Pendant le premier régime, la fibre  $\gamma$  se renforce légèrement avec une distribution homogène d'intensité le long de cette fibre. Cependant, la texture se renforce avec l'apparition de quelques pics le long de la fibre  $\gamma$  lors du deuxième régime. La simulation est conçue à partir des paramètres déduits de l'étude expérimentale et ses résultats sont comparés à l'évolution réelle où une cartographie expérimentale est utilisée pour l'initiation de la simulation et pour l'implantation des germes selon un critère basé sur KAM (Kernel Average Misorientation). L'évolution de la texture de simulation produit les mêmes caractéristiques de celle de l'expérimental, cependant l'évolution de la taille de grains et de la distribution des tailles de grains est un peu différente pour les états avancés de recristallisation. L'incorporation d'une énergie stockée différenciée et de fortes hypothèses sur la mobilité des joints de grains, tout en avantageant le mécanisme de compétition de croissance entre grains recristallisés au delà de 50 % de recristallisation peut améliorer les résultats de la simulation.

**Mots clés :** aciers IF, recristallisation, EBSD, détection de grains recristallisés, GOS, énergie emmagasinée, KAM, simulation Monte Carlo, microstructures, texture.