

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE CONSTANTINE 1
FACULTE DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :

Série :

THESE

PRESENTEE POUR OBTENIR LE DIPLOME DE DOCTORAT EN SCIENCES EN PHYSIQUE

SPECIALITE

SCIENCES DES MATERIAUX

THEME

***Etude de l'influence de l'anisotropie sur la
recristallisation et la croissance des grains.
Simulation et application aux aciers IF.***

Par

Abdelhak AYAD

Soutenu le : 26 /06 /2013

Devant le jury

<i>Président</i>	<i>O. KHALFALLAH</i>	<i>Prof.</i>	<i>Univ. Constantine 1</i>
<i>Rapporteurs</i>	<i>N. ROUAG</i>	<i>Prof.</i>	<i>Univ. Constantine 1</i>
	<i>F. WAGNER</i>	<i>Prof.</i>	<i>Univ. Lorraine, France</i>
<i>Examineurs</i>	<i>Z. LAROUK</i>	<i>Prof.</i>	<i>Univ. Constantine 1</i>
	<i>A.D. ROLLETT</i>	<i>Prof.</i>	<i>Univ. Carnegie Mellon, USA</i>
	<i>A. BOUMAIZA</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Univ. Jijel</i>

Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué au Laboratoire de Microstructure et Défauts (LMDM) du département de Physique, Université Constantine 1. Il a été mené en étroite collaboration avec le laboratoire de Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3, ex LETAM), Université de Lorraine (Metz), dans le cadre d'une bourse algérienne PNE. Je remercie les directeurs successifs du LEM3, Mr Alain Hazotte et Laszlo TOTH pour m'avoir accueilli dans leur laboratoire. Je tiens à souligner que ce travail n'aurait pu voir le jour sans les contributions ni le soutien de nombreuses personnes que je vais tenter de remercier.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Nadjet ROUAG, professeur à l'université Constantine 1, pour avoir encadré ce travail de thèse. Je la remercie pour son aide, toujours avec dynamisme, patience bonne humeur et encouragements. Je la remercie pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons eues. Ses compétences, son esprit critique et ses conseils, m'ont largement aidé à réaliser ce travail. Je lui exprime ma profonde reconnaissance.

Je souhaite également remercier Francis WAGNER qui a co-encadré ma thèse. Grace à ses compétences, sa disponibilité et ses conseils avertis, il m'a permis de réaliser ce travail dans les meilleures conditions. Qu'il trouve ici, l'expression de ma sincère reconnaissance.

Je remercie Mr Omar KHALFALLAH, professeur à l'université Constantine1, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider mon jury de thèse. J'adresse mes sincères remerciements aux examinateurs de cette thèse : M^{elle} Zeghda LAROUK, professeur à l'université Constantine 1, Mr Anthony ROLLETT, Professeur à Carnegie Mellon University (Pittsburg, USA), et Ahcène BOUMAIZA, maître de conférences à l'université de Jijel, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant de l'examiner.

J'exprime ma gratitude à Mr Anthony ROLLETT, examinateur de cette thèse, pour sa contribution à ce travail, notamment en ce qui concerne le développement de la simulation numérique. Je remercie également Mr David P. FIELD de l'université de Washington pour son aide et pour nos discussions fructueuses sur l'estimation de la fraction recristallisée.

J'adresse mes remerciements aux collègues des laboratoires LMDM et LEM ainsi qu'à tous ceux qui ont participé d'une manière directe ou indirecte à la réalisation de ma thèse. C'est un devoir agréable pour moi de remercier : Chiraz SEKKAK, Nathalie JEY, Nathalie ALLAIN-BONNASSO, Lionel GERMAIN, Jean Jacques FUNDENBERGER et Benoît BEAUSIR pour l'aide que j'ai trouvée auprès d'eux. Je remercie également les techniciens et ingénieurs de laboratoire : Luc MOHRAIN, Laurent PELTIER, Olivier PERROUD, Auriane MANDRELLI, Jérôme SLOWENSKY pour leur précieuse aide.

J'exprime toute ma reconnaissance à Thierry GROSDIDIER, acteur de cette collaboration entre l'université de Constantine 1 et l'université de Lorraine, et Albert TIDU, chef de l'équipe TMP, de m'avoir permis de mener à bien mon travail dans leur équipe de recherche.

Je remercie tous les thésards et toutes les personnes qui ont contribué à la bonne ambiance qui a entouré mon séjour au LEM3 : Elodie, Sara, Wafa, Julien, José, Alban, Youcef, Cecile, Alexandre, Muslim, Jean-Christophe, Nicolas,...sans oublier mes amis Hamlaoui, Adel, Walim, Abdou, Djamel, Fares, Youcef, Sabri, Rahim, Réda, Dali, Chiba...

Un grand merci à mes parents, ma femme, mes frères et sœurs pour leurs soutien et encouragements.

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Chapitre I : Le phénomène de recristallisation	5
Première Partie : Analyse phénoménologique	5
INTRODUCTION	6
I-1- PHENOMENE DE RECRISTALLISATION	6
I-1-1- Etat de déformation	6
I-1-2- Minimisation de l'énergie libre	6
I-1-3- Restauration	7
I-1-4- Recristallisation primaire	10
<i>I-1-4-1- Mécanismes de recristallisation primaire</i>	10
<i>I-1-4-2- Lois de la recristallisation primaire</i>	10
I-1-5- Croissance des grains	11
I-1-6- Les joints de grains en recristallisation et croissance	12
<i>I-1-6-1- Définition du joint de grains</i>	12
<i>I-1-6-2- Spécialité des Joints de grains</i>	13
<i>I-1-6-3- Energie du joint de grains</i>	14
<i>I-1-6-4- Mobilité du joint de grains</i>	15
I-1-7- Force de recristallisation	16
I-1-7-1- Force motrice	16
I-1-7-2- Force de freinage	17
Deuxième Partie : Texture	19
I-2-1- Introduction	20
I-2-2- Orientation d'un grain	20
I-2-3- Désorientation entre deux grains	23
I-2-4- Représentation des textures	24
<i>I-2-4-1- Figure de pôles directe</i>	24
<i>I-2-4-2- Figure de pôles inverse</i>	25
<i>I-2-4-3- Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC)</i>	26
<i>I-2-4-4- Mesure de fractions volumiques des composantes de texture</i>	27
I-2-5- Textures de déformation	27
I-2-6- Textures de recristallisation	29
I-2-7- Techniques d'étude de la recristallisation	32
<i>I-2-7-1- Techniques indirectes</i>	32
<i>I-2-7-2- Techniques directes</i>	32
Références bibliographiques	34
Chapitre II : Modélisation de la croissance des grains	36
II-1- INTRODUCTION	37
II-2- MODELISATION DE LA CROISSANCE DE GRAINS	37
II-2-1- Modèles statistiques	38
II-2-2- Modèles déterministes	40
II-3- ASPECT TOPOLOGIQUE DE LA CROISSANCE DE GRAINS	43
II-4- TECHNIQUES DE SIMULATION	44

II-4-1- La Dynamique Moléculaire (DM)	44
II-4-2- Le modèle des Vertex	45
II-4-3- L'Automate Cellulaire (AC)	46
II-4-4- Le Modèle 'Phase-Field' (PF)	48
II-4-5- La méthode Monte Carlo	50
II-4-5-1- Introduction	50
II-4-5-2- Historique	50
II-4-5-3- La méthode MC en croissance de grains (le modèle de Potts)	53
Références bibliographiques	57
Chapitre III : Matériaux et techniques	60
INTRODUCTION	61
III-1- MATERIAU ETUDIE	61
III-1-1- Aciers IF	61
III-1-2- Composition chimique	62
III-2- PREPARATION DES ECHANTILLONS	62
III-3- ANALYSE DES TEXTURES CRISTALLOGRAPHIQUES	63
III-3-1- Mesure des Textures par Diffraction des rayons X (DRX)	63
III-3-1-1- Principe	63
III-3-1-2- Conditions de mesure	65
III-3-2- Mesure des orientations locales par EBSD	65
III-3-2-1- Principe de l'EBSD	67
III-3-2-2- Mesure de la taille de grains	67
III-3-2-3- Distribution de taille de grains	68
III-3-2-4- Distribution des désorientations	68
III-3-2-5- Avantages des mesures par EBSD	69
III-3-2-6- Conditions expérimentales	70
III-4- Méthodes d'estimation de la fraction recristallisée	71
III-4-1- Mesure de Microdureté	71
III-4-2- Représentation en fonction de l'indice de qualité IQ (contraste de bandes)	72
III-4-3- Kernel Average Misorientation (KAM)	74
III-4-4- Grain Orientation Spread (GOS)	74
III-4-5- Le 'Grain Orientation Spread' normalisé (GOS/D)	76
Références bibliographiques	78
Chapitre IV : Etude expérimentale de la recristallisation et de la croissance normale	79
IV-1- INTRODUCTION	80
IV-2- MICROSTRUCTURE ET TEXTURE DE LAMINAGE	80
IV-2-1- Morphologie	80
IV-2-2- Textures	81
IV-3- MICROSTRUCTURES ET TEXTURES DE RECRISTALLISATION	84
IV-3-1- Evolution de GOS avec le recuit	85
IV-3-2- Cinétique de recristallisation	86
IV-3-3- Texture de recristallisation	90
IV-4- MICROSTRUCTURES ET TEXTURES DE CROISSANCE NORMALE	91
IV-4-1- Cinétique de croissance	91
IV-4-2- Textures de croissance	93

IV-5- CONCLUSION	94
Références bibliographiques	96
Chapitre V : Simulation de la croissance normale de grains	97
V-1- INTRODUCTION	98
V-2- ROLE DE LA TAILLE DE GRAINS DANS L'EVOLUTION DE LA TEXTURE	98
V-3- MODIFICATION DU POTTS MODEL	100
V-3-1- Paramètres de l'algorithme classique	100
V-3-2- Paramètres de l'algorithme accéléré (modifié)	102
V-3-3- Données d'entrée pour la simulation	105
V-3-3-1- <i>Matrice initiale</i>	105
V-3-3-2- <i>Température du réseau (β)</i>	106
V-3-4- <i>Test de l'algorithme modifié</i>	109
V-4- RESULTATS ET DISCUSSION	109
V-4-1- Influence du facteur de taille sur la vitesse de croissance des grains	109
V-4-2- Comparaison des résultats de simulation avec l'évolution expérimentale	109
V-4-2-1- <i>Cinétiques</i>	109
V-4-2-2- <i>Distributions de tailles de grains</i>	111
V-4-2-3- <i>Distribution du caractère des joints de grains</i>	114
V-4-2-4- <i>Texture de croissance</i>	115
V-5- CONCLUSION	119
Conclusions et Perspectives	123
Annexe n°1 : Algorithme standard de la simulation Monte Carlo	128
Annexe n°2 : Microstructures de la croissance des grains	129

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Il est bien établi actuellement que la microstructure gouverne en grande partie les propriétés d'usage des matériaux, entre autres les pertes magnétiques, la résistance à la rupture, la tenue à la fatigue et au fluage, l'aptitude à la mise en forme et la recristallisation.

Le terme microstructure recouvre un grand nombre de paramètres ; parmi les principaux, citons 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.

La maîtrise de la microstructure et de la texture pour l'optimisation des propriétés des matériaux industriels, nécessite la compréhension des différents phénomènes physico-chimiques qui régissent les étapes du processus de recristallisation.

Les tôles d'acier doux destinées aux pièces de peau des automobiles ont des propriétés d'emboutissage qui dépendent fortement des textures cristallographiques qui se développent tout au long de leur élaboration.

Ces tôles sont produites par laminage à chaud, à des températures généralement supérieures au point de transformation de phases ferrite-austénite, puis par laminage à froid. Considérablement durcies par la déformation, elles subissent ensuite un traitement thermique essentiellement destiné à leur restaurer un niveau de ductilité compatible avec toute mise en forme ultérieure.

Les changements microstructuraux qui interviennent tout au long de l'élaboration des tôles minces affectent leur état de précipitation, leur microstructure (y compris la distribution des précipités) et leur texture cristallographique (par déformation, recristallisation et transformation de phase). Il est essentiel de bien connaître et de modéliser les mécanismes par lesquels sont modifiés ces paramètres, et en particulier les textures cristallographiques, puisque les propriétés de mise en forme, notamment en emboutissage, en dépendent fortement.

Le travail de cette thèse constitue une contribution dans la compréhension et la modélisation des mécanismes physiques gérant les changements de texture cristallographique. Il s'agit notamment de comprendre et de modéliser les changements microstructuraux qui ont lieu pendant la recristallisation et la croissance normale, qui déterminent les propriétés finales du produit.

Nous effectuons une étude détaillée de l'évolution de la microstructure et de la texture, depuis l'état de déformation à froid, au cours de la recristallisation primaire et de la croissance de grains, des aciers IF destinés à la mise en forme par emboutissage, pour l'industrie de l'automobile. Il s'agit d'abord de pouvoir identifier les caractéristiques qui permettent une meilleure compréhension des mécanismes fondamentaux, qui contrôlent l'évolution des textures, puis de modéliser cette évolution au cours de l'étape de croissance normale de grains. Deux approches parallèles et complémentaires constituent la base de ce travail :

- D'une part, nous avons effectué une caractérisation expérimentale des microstructures et textures, à l'état déformé, pendant la recristallisation et pendant la croissance de grains. Nous avons travaillé avec une tôle d'aciers IF, fortement laminée à froid (jusqu'à 75 % de réduction d'épaisseur). Le choix des conditions de recuit a été fait de manière à bien distinguer les phases de recristallisation et de croissance de grains. Cette précaution est importante, pour bien différencier l'effet de chacune de ces deux étapes sur l'évolution de la texture et l'identification des mécanismes correspondants. Cette étude a été effectuée en combinant différentes techniques expérimentales. La diffraction des rayons X permet de suivre l'évolution de la texture globale. La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron Back Scattered Diffraction) couplée à la microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à la fois à la microstructure et à la texture locale, ce qui constitue un outil particulièrement pertinent pour une étude des mécanismes métallurgiques.
- D'autre part, le développement considérable des ressources informatiques permet actuellement la simulation de l'évolution microstructurale des matériaux polycristallins lors du processus de recristallisation. Dans ce travail, nous considérons en simulation Monte Carlo l'évolution de la microstructure et de la texture en croissance normale à partir des données expérimentales. Les microstructures expérimentales, utilisées comme matrices initiales en simulation Monte Carlo, sont obtenues par la technique EBSD. La technique Monte Carlo a été largement appliquée à la croissance des grains. En général, les résultats obtenus ont montré que cette méthode de simulation permet de vérifier la plupart des lois classiques de croissance de grains. Nous avons introduit un concept original de prise en compte modulable de la taille des grains, qui est basé sur les textures partielles de certaines sous-populations de grains et leur rôle dans le contrôle de la texture finale. Cela permet, à la fois, de mieux rendre compte de la pression aux joints de grains et d'accélérer les volumineux calculs de manière très significative.

Le plan que nous avons adopté dans ce document pour présenter notre étude est le suivant :

Le **premier chapitre** comporte deux parties : la première est consacrée à une analyse phénoménologique de la recristallisation et de la croissance des grains, aux forces mises en jeu pour la migration des joints de grains et l'influence des textures. Nous présentons dans la deuxième partie des rappels bibliographiques sur les textures, en particulier les textures de déformation et de recristallisation des aciers IF.

Le **second chapitre** regroupe les différents modèles utilisés généralement en croissance. Ces modèles sont partagés en deux catégories : modèles statistiques et modèles déterministes. Les différentes techniques de simulation utilisées en croissance sont également considérées.

Le **troisième chapitre** est consacré à la présentation du matériau considéré dans son état de réception et les différentes techniques utilisées pour estimer la fraction recristallisée ainsi les méthodes expérimentales de détermination de la texture.

Le **quatrième chapitre** regroupe les différents traitements thermiques utilisés pour suivre l'état métallurgique du matériau pour l'état déformé, l'état recristallisé et la croissance. Nous analysons l'évolution des textures cristallographiques et les différentes cinétiques de recristallisation et de croissance.

Le **cinquième chapitre** est consacré à la simulation de la croissance normale dans les aciers IF. Nous présentons notre contribution à la méthode Monte Carlo avec une comparaison entre les résultats de simulation et expérimentaux.

Dans la conclusion de ce mémoire, après un rappel des principaux résultats obtenus, nous présentons et discutons les perspectives, en simulation et expérimentales.

Chapitre I

Le phénomène de recristallisation

Première Partie

Analyse phénoménologique

INTRODUCTION

Les propriétés mécaniques des matériaux métalliques sont étroitement liées à la microstructure. Par conséquent, le contrôle de l'évolution de la microstructure joue un rôle important dans l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux traités. Le traitement thermique est un des moyens les plus importants pour améliorer l'aptitude à la mise en forme et contrôler la microstructure. Le traitement thermique des matériaux déformés regroupe des processus de relaxation de la microstructure, la restauration et plus particulièrement la recristallisation.

I-1- PHENOMENE DE RECRISTALLISATION

I-1-1- Etat de déformation

Au cours de la déformation par laminage à froid, la déformation plastique est assurée par la multiplication et le glissement des dislocations. Le changement de forme des grains qui, en première approximation suit la déformation macroscopique, est accompagné d'une évolution de la texture. Une partie de l'énergie de déformation est stockée sous forme de dislocation. Pendant la déformation, ces dislocations s'organisent en structures afin de réduire l'énergie qui leur est associée. Toutes ces évolutions et ces caractéristiques ont potentiellement une influence sur le déroulement de la recristallisation, ce qui explique la nécessité de caractériser au mieux l'état de déformation pour comprendre les mécanismes de recristallisation.

I-1-2- Minimisation de l'énergie libre

La densité de défauts acquise pendant la déformation plastique constitue un état instable, le simple fait d'élever la température du matériau conduit à l'apparition de certains processus thermiques qui diminuent son énergie libre. En effet, l'activation thermique des atomes leur permet de remonter facilement la barrière de potentiel qui les sépare de l'état d'équilibre initial, perdu au cours de la déformation. Les processus fondamentaux de relaxation peuvent se répartir en :

- annihilation de défauts ponctuels ;
- annihilation de dislocations et rétrécissement des boucles ;
- réarrangement des dislocations en configurations plus stables ;
- absorption des dislocations et des défauts ponctuels par les joints de grains en mouvement ;
- réduction de la surface totale des joints de grains.

Les trois premiers processus correspondent à la restauration et les deux derniers à la recristallisation. Si le troisième processus contribue à la formation de joints à grands angles, il peut être considéré comme le premier stade de la recristallisation, c'est-à-dire, la germination. Le réarrangement des dislocations conduisant à la formation des joints à faibles angles (formation de sous-grains) est appelé parfois "polygonisation". Si la déformation s'opère à haute température, on parle de restauration et/ou de recristallisation dynamique [Haessner, 1978].

I-1-3- Restauration

La restauration est un processus qui permet la réduction du nombre de défauts et leur réarrangement dans de nouvelles configurations de moindre énergie, sans création de nouveaux grains.

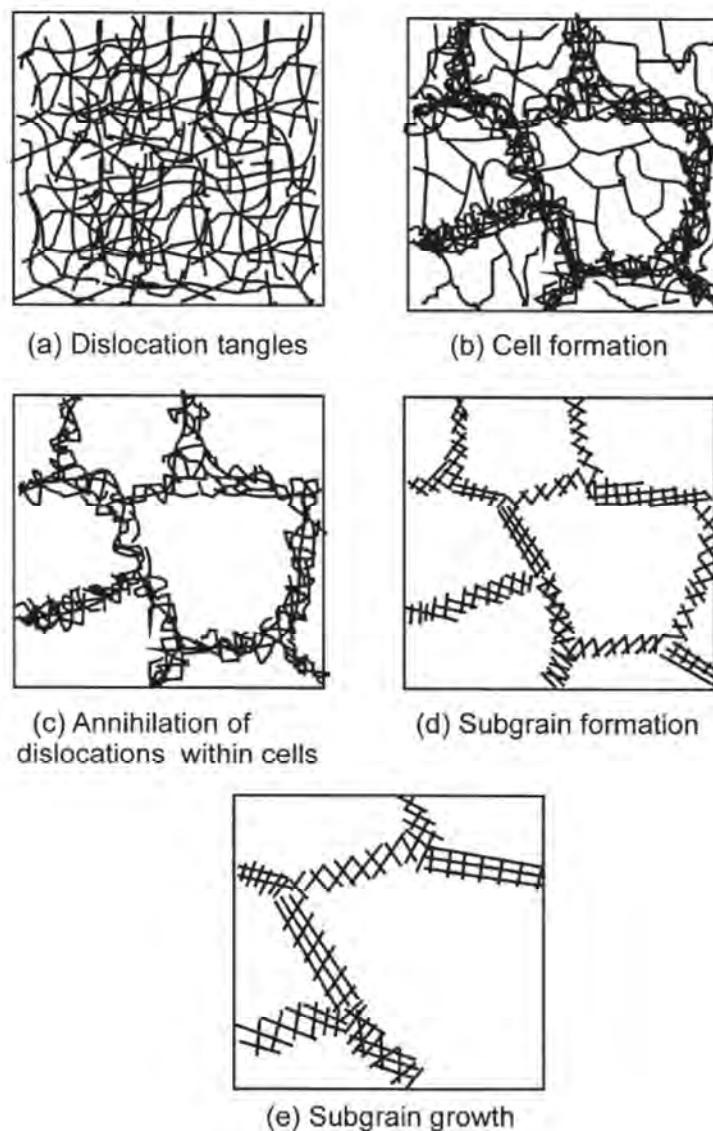


Fig. I-1 : Mécanismes de restauration des métaux déformés plastiquement [Humphreys et Hatherly, 2004].

La restauration est généralement classée dans les étapes de recristallisation, bien qu'elle n'en fasse pas réellement partie. C'est un phénomène qui peut précéder ou se faire en parallèle avec la recristallisation.

L'étape de restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal, elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations. Elle est peut être aisément détectée par mesure de résistivité électrique [Drew et al., 1984].

La restauration n'est pas un processus microstructural unique, c'est une série de micromécanismes qui sont schématisés sur la figure (I-1). La restauration implique :

- L'annihilation des défauts ponctuels et des dislocations ; elle est assurée par le glissement et la montée des dislocations ;
- Le réarrangement des dislocations dans des configurations plus stables : l'annihilation de toutes les dislocations de signes opposés (Fig. I-2a) est impossible (Fig. I-2b). Avec le chauffage, l'excès de dislocations s'arrange dans une configuration de faible énergie, en rangées régulières (Fig. I-2c) ou en joints de grains à faibles angles (LAGB : Low Angle Grain Boundaries). Ce mécanisme est appelé polygonisation. Les murs de dislocations de la figure (I-2c) sont appelés des joints de flexion. En général, la structure de dislocations obtenue après une déformation relativement élevée et un recuit ultérieur des matériaux polycristallins est plus compliquée. Par exemple, dans un aluminium déformé à 10%, les dislocations sont arrangées dans des structures cellulaires, les murs de ces cellules sont constitués par des enchevêtrements de dislocations (Fig. I-3a). Après un recuit de 2 minutes à 250 °C, ces murs deviennent des réseaux réguliers de dislocations avec une diminution du nombre de dislocations à l'intérieur des cellules qui deviennent des sous-grains (Fig. I-3b).
- La croissance des sous-grains : la croissance se fait soit par migration des sous joints ou par rotation et coalescence des sous grains.

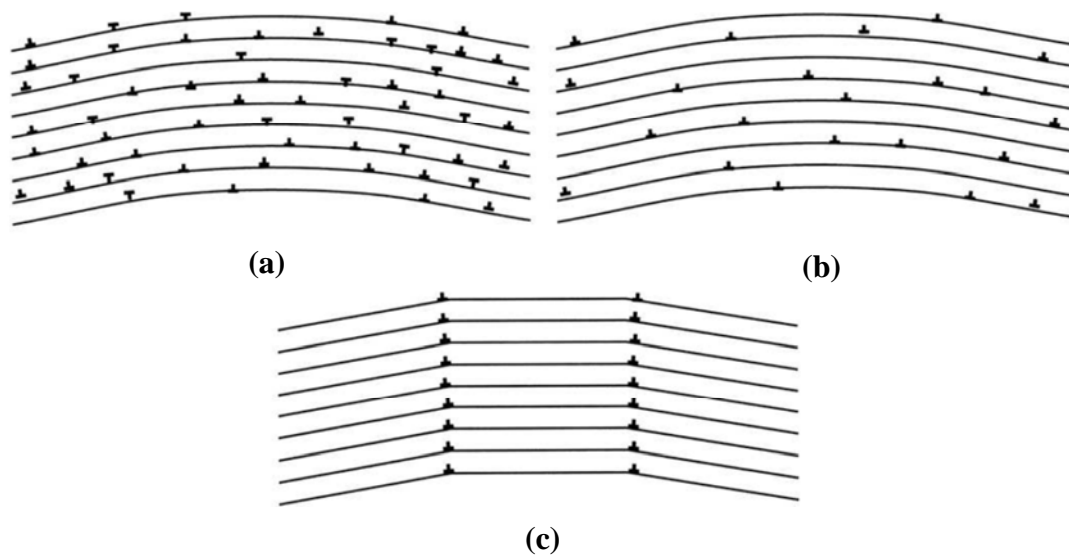


Fig. I-2 : Polygonisation d'un cristal contenant des dislocations coins :
(a) après déformation, (b) après annihilation des dislocations,
(c) formation de joints de flexion [Humphreys & Hatherly, 2004].

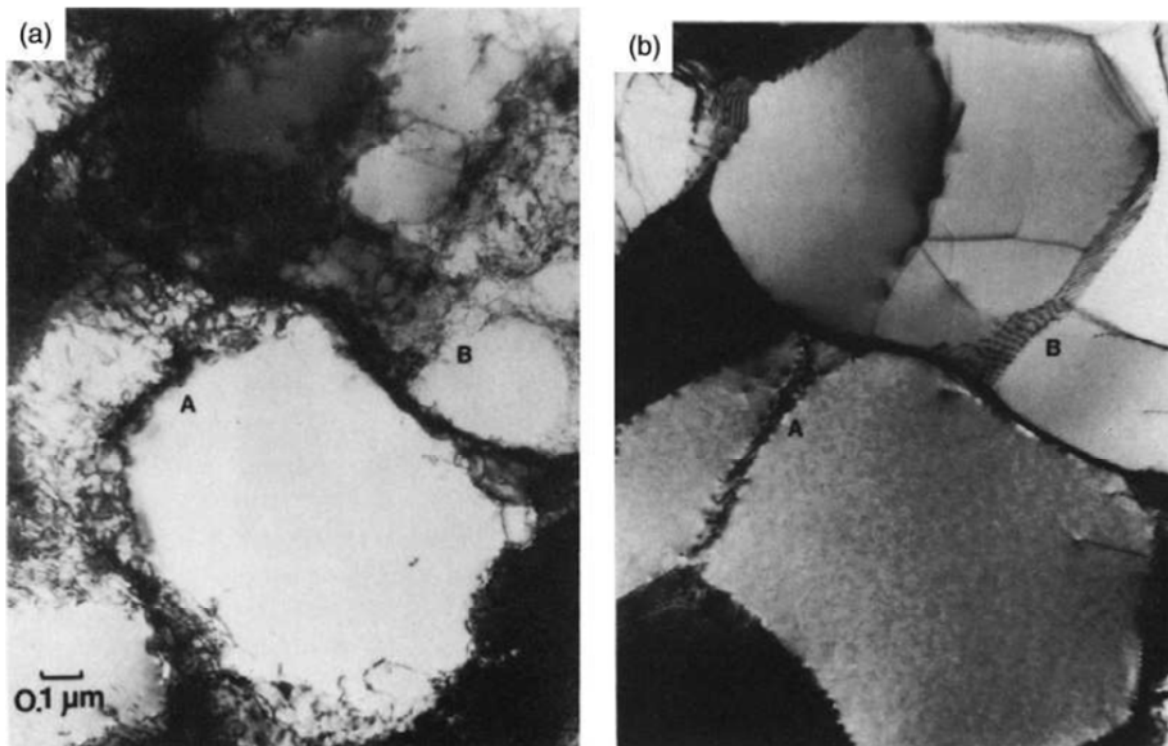


Fig. I-3 : Micrographies par microscopie électronique en transmission d'un aluminium déformé (10%) et recuit in-situ : (a) structure déformée ; (b) la même plage après un recuit de 2 minutes à 250°C [Humphreys & Hatherly, 2004].

I-1-4- Recristallisation primaire

I-1-4-1- Mécanismes de recristallisation primaire

La recristallisation d'une microstructure suffisamment déformée est appelée recristallisation primaire. La recristallisation d'un métal déformé comprend généralement deux stades, germination et croissance de germes stables aux dépens de la matrice déformée.

La germination implique la formation de petits volumes relativement parfaits, qui sont partiellement bordés par des joints à grands angles, à l'intérieur de la matrice déformée [Humphreys et Hatherly, 2004]. Pour que les germes soient viables, ces volumes doivent avoir des tailles suffisantes pour continuer à croître dans la matrice écrouie. Par définition, un germe de recristallisation est une cristallite de faible énergie interne, séparée de la matrice déformée par des joints à grand angle, et capable de croître. La croissance des germes implique la migration des joints à grands angles à l'intérieur de la matrice déformée.

I-1-4-2- Lois de la recristallisation primaire

La recristallisation primaire est la formation, dans le matériau déformé, de grains à faible densité de défauts, ce processus est possible par la formation et la migration de joints à grand angle. Nous pouvons admettre les caractéristiques suivantes pour le processus de recristallisation primaire :

- Un minimum de déformation pour l'initiation de la recristallisation : la déformation doit être suffisante pour produire des germes de recristallisation stables et pour fournir la force motrice nécessaire à leur croissance.
- La température à laquelle se produit la recristallisation diminue lorsque le temps de recuit augmente : cela montre que les mécanismes de recristallisation sont activés thermiquement. La relation entre le taux de recristallisation et la température suit une loi de type Arrhenius. La température à partir de laquelle la recristallisation peut se produire est en général comprise entre $0.4T_f$ et $0.5T_f$ où T_f est la température absolue de fusion du métal ou de l'alliage étudié.
- Quand le taux de déformation augmente, la température de recristallisation diminue : l'énergie emmagasinée qui fournit la force motrice en recristallisation est proportionnelle au taux d'écrouissage.
- La taille des grains recristallisés dépend du taux de déformation, elle est plus petite pour les déformations élevées. 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.

I-1-5- Croissance des grains

La recristallisation primaire s'achève si l'état écroui disparaît complètement. Il en résulte généralement une structure instable, conduisant à une croissance homogène des grains recristallisés. Dans cette étape, certains grains grossissent aux dépens de certains d'autres, qui disparaissent, et le diamètre moyen de des grains augmente. La compétition de croissance entre grains recristallisés peut commencer localement dès les premiers stades de la recristallisation primaire, lorsque les nouveaux grains ne sont pas repartis de manière homogène dans la microstructure. La force motrice qui provoque la croissance de grains étant due à la réduction de l'énergie associée à la surface totale des joints. On parle de croissance normale ou continue.

La vitesse de la croissance normale est inférieure à celle de la recristallisation primaire. La vitesse des joints de grains est plus faible relativement à la recristallisation primaire et est plus affectée par les effets d'épinglage (pinning) des joints de grains par les impuretés et les particules d'une seconde phase. 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.

Les principaux facteurs qui peuvent influencer la croissance de grains sont :

- La température: la croissance des grains implique la migration des joints à grands angles (HAGB) et la cinétique sera donc fortement influencée par la dépendance en température de la mobilité des joints de grains. La force motrice de la croissance des grains est généralement très faible, une croissance significative de grains est obtenue uniquement à des températures très élevées.
- Les solutés et les précipités: la croissance de grains est inhibée par un certain nombre de facteurs, l'épinglage des joints de grains par solutés et par des particules d'une deuxième phase est particulièrement le plus important de ces facteurs.
- la taille de l'échantillon : le taux de croissance des grains diminue lorsque leur taille devient supérieure à l'épaisseur de l'échantillon. Dans ce cas, les grains deviennent colonnaire et incurvés seulement dans une direction, ce qui réduit la force motrice des joints de grains et ralentit la croissance.

- la texture : un matériau fortement texturé contient inévitablement de nombreux joints à faibles angles de faible énergie, cela réduit significativement la force motrice de croissance de grains.

Il existe des circonstances où quelques grains peuvent croître excessivement en consommant d'autres grains recristallisés, cette croissance est qualifiée indifféremment d'anormale, d'exagérée ou de discontinue. Elle ne peut démarrer que si la croissance normale est bloquée [Dunn & Walter, 1966; Detert, 1978; Afer, 2003].

L'intérêt technologique de l'étude de la croissance normale se trouve dans les propriétés mécaniques qui peuvent être obtenues, en particulier celles qui dépendent de la taille de grains. Une bonne compréhension de la croissance permet un meilleur contrôle de la microstructure et une bonne prédiction du comportement mécanique ultérieur, au cours d'un cycle de déformation ultérieur.

I-1-6- Les joints de grains en recristallisation et croissance

Un fait essentiel lors de la recristallisation primaire et lors de la croissance de grains est le mouvement des joints de grains ; de ce fait, les caractéristiques des joints sont fondamentales dans l'étude du phénomène de migration.

I-1-6-1- Définition du joint de grains

Le joint de grains est la région qui sépare deux monocristaux de même nature, de même structure et d'orientations différentes. Si les deux cristaux sont de nature ou de structures différentes, le joint est dit joint de phases. En général, on parle d'interfaces.

La description géométrique d'un joint de grains fait intervenir cinq paramètres : trois paramètres pour caractériser la désorientation relative, entre les deux cristaux adjacents, et deux paramètres pour situer le plan du joint. En recristallisation et croissance, le joint de grains est toujours en mouvement, on ne tient compte généralement que des trois paramètres de désorientation.

Considérons deux repères liés chacun à un grain, la relation entre ces deux repères est définie par une rotation R déterminée soit par un axe et un angle, soit par les trois angles d'Euler, on parle de désorientation. Les joints de grains sont classés en fonction de cette désorientation.

On parle de joint de flexion, si l'axe de rotation appartient au plan du joint, de joint de torsion si l'axe de rotation est perpendiculaire au plan du joint (Fig. I-4) [Martin et al., 1973].

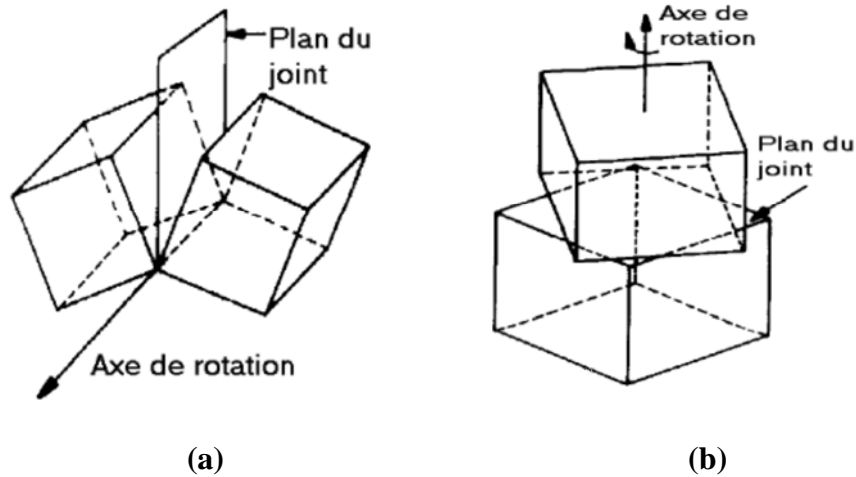


Fig. I-4 : Joints particuliers [Martin et al. 1973]

(a) joint de flexion ; (b) joint de torsion.

I-1-6-2- Spécialité des Joints de grains

On distingue les joints à faible angle (LA : Low Angle), les joints caractérisés par une coïncidence (C. S. L : Coincidence Site Lattice ou C. A. D Coincidence Axis Direction) et les joints généraux, sans caractéristiques particulières. Pour étudier la structure des joints de grains, leurs propriétés en migration ainsi que les mécanismes de recristallisation et de croissance, ces différents types de joints interviennent différemment.

a- Joints à faible angle (LA)

Les joints de grains à faible angle, encore appelés sous-joints, peuvent être décrits en termes de réseaux de dislocations. Pour les joints de flexion à faible angle, le joint se compose de dislocations coin de même signe ; pour les joints de torsion, il se compose de dislocations vis de même signe aussi.

Pour la description des joints LA, Read et ont proposé un modèle simple, basé sur la théorie élastique des dislocations [Read & Shokley, 1950]. L'énergie du joint à faible angle est donnée par la relation :

$$\gamma = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta) \quad (\text{I-1})$$

$$\text{avec } \gamma_0 = Gb/4\pi(1-\nu) \quad (\text{I-2})$$

$$\text{et } A = 1 + \ln(b/2\pi r_0) \quad (\text{I-3})$$

Où : G , b , r_0 , v , d et θ sont respectivement le module de cisaillement, le vecteur de Burgers, le rayon du cœur de dislocation, le coefficient de Poisson, la distance séparant deux dislocations et l'angle de désorientation du joint : $\theta=b/d$.

L'énergie γ est généralement normalisée par rapport à l'énergie limite de transition des joints à faibles angles vers les joints à grands angles (γ_m), la relation (I-1) devient :

$$\frac{\gamma}{\gamma_m} = \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right) \right) \quad (\text{I-4})$$

Les joints dont l'angle de désorientation est supérieur à θ_m ($\theta_m=15^\circ$) sont des joints à grands angles [Read & Shokley, 1950].

b- Les joints C.S.L (Coincidence Site Lattice)

Pour certaines désorientations, il existe des sites atomiques communs aux deux cristaux, ces sites forment un réseau de sites en coïncidence (C.S.L). Ce réseau de coïncidence est un sous-réseau du réseau primitif du cristal, et sa maille élémentaire est un multiple de la maille du réseau. Une coïncidence est définie par un nombre de coïncidence Σ défini par :

$$\Sigma = \frac{\text{volume de la maille de coïncidence}}{\text{volume de la maille élémentaire}} \quad (\text{I-5})$$

Ce rapport montre que le nombre de sites communs est d'autant plus grand que Σ est plus faible. En pratique, on considère généralement qu'un joint de grains est de type C.S.L pour $\Sigma \leq 25$ et un joint de type LA correspond à $\Sigma 1$ [Martin et al., 1973] .

c- Les joints CAD (Coincidence Axis Directions)

Si le joint ne peut pas être classé en CSL mais possède un axe de désorientation de faibles indices, le joint est classé suivant la spécialité CAD. Dans ce type de joint, l'angle de désorientation n'est pas pris en compte. Dans les cubiques, on retient généralement les axes $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 210 \rangle$ et $\langle 211 \rangle$.

Dans le cadre de cette thèse, Nous ne considérons comme spéciaux que les joints LA et CSL

I-1-6-3- Energie du joint de grains

L'énergie du joint de grains intervient dans la force motrice de migration et, en présence de précipités, dans la force de freinage. Cette énergie dépend des caractéristiques cristallographiques du joint [Goodhew,1980]. Les joints à faible désorientation et les joints de coïncidence ont une faible énergie, relativement aux joints généraux.

I-1-6-4- Mobilité du joint de grains

Les joints de grains ont une mobilité qui varie très fortement suivant leurs caractéristiques cristallographiques et leur teneur en impuretés. Cependant, il n'existe pas de modèle unique pour expliquer la variation du caractère de mobilité de joints. On décrit généralement la mobilité par une loi exponentielle d'activation thermique (loi d'Arrhenius) :

$$M=M_0\exp(-Q/RT) \quad (\text{I-6})$$

Q est l'énergie d'activation, M_0 est le coefficient pré-exponentiel.

La vitesse de migration des joints à faible angle est inférieure à celle des joints à grand angle. Plusieurs paramètres peuvent influencer leur mobilité :

- **Effet de la température :** C'est l'effet le plus important. A température élevée, les joints ordonnés perdent leurs propriétés à cause du changement de leur structure et, par conséquent, du transfert atomique ; l'énergie d'activation croit, ils deviennent plus mobiles. Il faut remarquer que ce paramètre prépondérant est souvent pris égal à 0°K en simulation, pour pouvoir suivre l'évolution des paramètres structuraux.
- **Effet d'orientation :** Dans les métaux CFC les joints de flexion de désorientation 25-30° autour de <110> sont les plus rapides ; c'est pour les joints 30-40° <100> dans les CC et 30° <0001> l'hexagonal qu'on observe ce comportement, les joints de torsion de même désorientation que les précédents sont plus lents. L'orientation du plan du joint de grains a également une forte influence sur la migration. Ces effets anisotropes de migration s'expriment davantage aux basses températures qu'aux températures élevées, et sont généralement observés pour des joints de grains avec Σ petit.
- **Effet des impuretés :** L'effet des impuretés sur la mobilité des joints dépend de leur concentration, de la température et des caractéristiques des joints. La mobilité des joints est faible si la concentration est élevée, elle augmente avec la diminution de cette dernière. A haute température, les joints sont plus mobiles, l'énergie d'activation du mouvement atomique augmentant avec la température. En mobilité, la cristallographie et la spécialité des joints jouent un rôle important sur l'effet des impuretés, les joints spéciaux sont moins freinés par les impuretés que les joints généraux.

I-1-7- Force de recristallisation

I-1-7-1- Force motrice

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 à la différence d'énergie libre entre l'état initial de déformation et l'état d'équilibre caractéristique de la température de recristallisation.

La force motrice a la dimension d'énergie par unité de volume qui est équivalent au concept de pression, c-à-d., la force qui agit par unité de surface de joints de grain.

- **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 :

$$F_m = E_d (\rho_e - \rho_r) \approx E_d \rho_r \quad (\text{I-7})$$

Où :

- E_d est l'énergie par unité de longueur de dislocation.

- ρ_e est la densité de dislocations dans le grain écroui ($\sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$).

- ρ_r est la densité d'équilibre des dislocations dans le grain recristallisé ($\sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$).

La force motrice pour la recristallisation primaire est environ 10^4 N/cm^2 .

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

$$F_s = K \left(\frac{1}{R} \right) \gamma_{JG} \quad (\text{I-8})$$

Où :

- K est une constante qui dépend du modèle retenu à partir de la morphologie du système, γ_{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 :

$$F_s = \frac{3\gamma_{JG}}{D} = \frac{3}{2} \frac{\gamma_{JG}}{R} \quad (\text{I-9})$$

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

Gladman [Gladman, 1966] 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 :

$$F = 2 \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right) \frac{\gamma_{JG}}{D} \quad (\text{I-10})$$

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 [Benard, 1969].

I-1-7-2- Force de freinage

La présence des particules d'une seconde phase dans une matrice a une influence sur la vitesse de migration des joints de grains. Les particules exercent une force de freinage du fait de l'interaction joint-particule.

Le premier auteur qui a quantifié cet effet est Zener. Il a proposé une force de freinage par particule [Zener, 1948] :

$$F = \pi \gamma r \quad (\text{I-11})$$

Où :

- γ est l'énergie du joint de grains,
- r est le rayon de la particule supposée sphérique.

S'il y a n précipités coupant une surface unitaire de joint :

$$F = nF_f \quad (\text{I-12})$$

n est donné par :

$$n = \frac{3f_v}{2\pi r^2} \quad (\text{I-13})$$

Où f_v est la fraction volumique de particules.

On a, par unité d'aire:

$$F_v = \frac{3}{2} \gamma \frac{f_v}{r} \quad (\text{I-14})$$

F_f est exprimé généralement à partir du facteur de Zener ($Z = f_v \pi r^2$) par:

$$F_f = \frac{3}{2} \gamma Z \pi r \quad (\text{I-15})$$

Au cours de la recristallisation primaire, cette force de freinage est négligeable devant la force motrice volumique ($F_v = 10^7 \text{ N/cm}^2$) ; par contre, comme la force motrice interfaciale F_s est faible en croissance ($F_s = 10^4 \text{ N/cm}^2$), la force de freinage devient importante à ce stade de la recristallisation.

Il conviendra donc d'envisager la force nette agissant sur le joint. Cette force motrice effective est la somme de toutes les forces qui agissent sur le joint :

$$F_{\text{eff}} = \sum_i F_{m_i} - \sum_j F_{f_j} \quad (\text{I-16})$$

Où :

- F_{m_i} est la force motrice,
- F_{f_j} est la force de freinage.

Chapitre I

Le Phénomène De Recristallisation

Deuxième Partie

Texture

I-2-1- Introduction

Les matériaux présentent une anisotropie cristallographique ou texture lorsque les grains possèdent une ou plusieurs orientations préférentielles (Fig. I-5). Cette texture est obtenue après un traitement thermique ou une déformation mécanique, lors de processus thermo-mécaniques. La solidification, la déformation, la recristallisation et/ou les transformations de phases sont des processus orientés et sont à l'origine de la création et de l'évolution des textures.

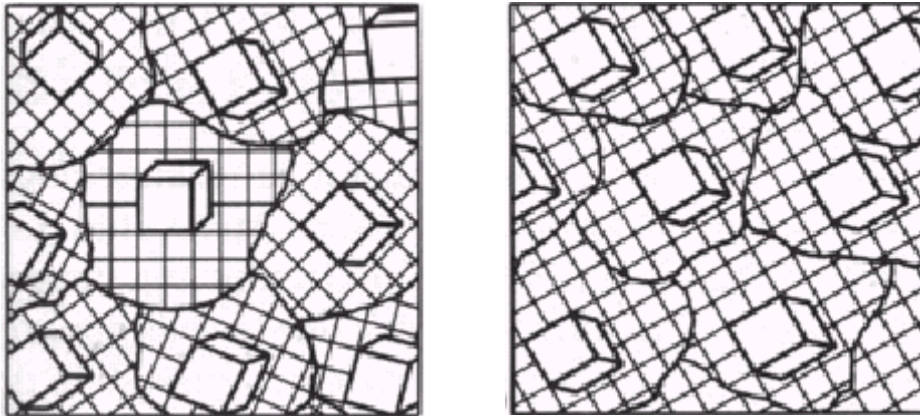


Fig. I-5 : Distribution d'orientations cristallographiques de grains dans une structure : (a) isotrope, (b) texturée [Bargel et al., 1988].

I-2-2- 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.

Pour déterminer l'orientation d'un grain, on définit :

- un référentiel lié à l'échantillon, généralement décrit par la direction de laminage (DL), la direction transverse (DT) et la direction normale au plan de laminage (DN), pour les tôles (Fig.I-6).
- un référentiel lié au cristal, caractérisé à partir des vecteurs de base du réseau cristallin par exemple [100], [010] et [001] pour une maille cubique (Fig. I-6).

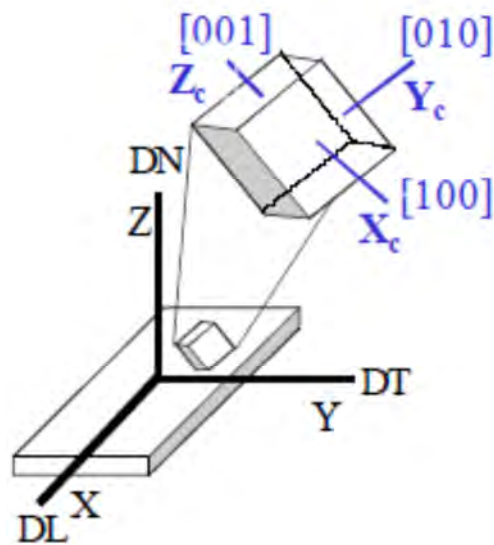


Fig. I-6 : Référentiel échantillon (X, Y, Z) ou (DL, DT, DN) et référentiel cristal (X_c, Y_c, Z_c).

Les trois paramètres d'orientation définissent la rotation qui met le référentiel échantillon parallèle au référentiel cristal.

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 [Bunge & Esling, 1982] :

- une direction cristallographique n et l'angle de rotation ω autour de cette direction soit $\{n, \omega\}$.
- 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. I-7) :

φ_1 : l'angle de rotation autour de l'axe oz .

ϕ : l'angle de rotation autour de l'axe ox' .

φ_2 : l'angle de rotation autour de l'axe oz' .

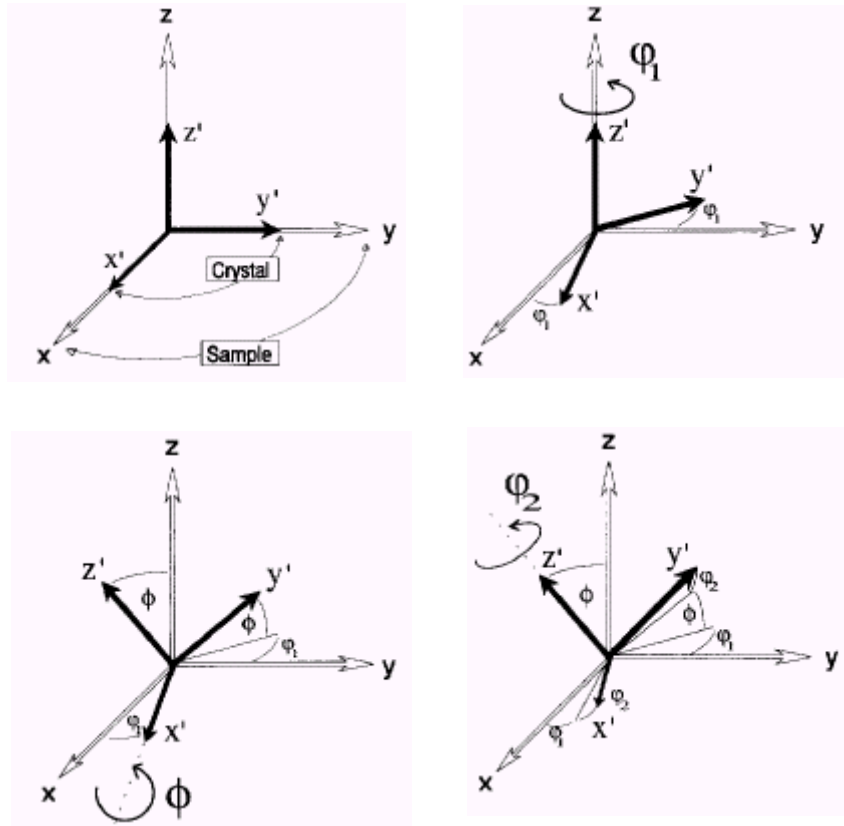


Fig. I-7 : Définition des trois angles d’Euler dans le formalisme de Bunge [Raabe, 1995].

La dernière méthode est la plus utilisée pour définir une orientation $g = (\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ dans l’étude quantitative des textures. C’est la triple rotation définie dans l’espace d’Euler, dans le formalisme de Bunge [Bunge, 1965]. Chacune de trois rotations est décrite par une matrice, et le produit des trois matrices donne la matrice de rotation correspondant à l’orientation g :

$$g = (\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \mathbf{g}_{\varphi_2}^z * \mathbf{g}_{\phi}^{x'} * \mathbf{g}_{\varphi_1}^{z'} \tag{I-17}$$

$$g = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_2) & \sin(\varphi_2) & 0 \\ -\sin(\varphi_2) & \cos(\varphi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & \sin(\phi) \\ 0 & -\sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1) & \sin(\varphi_1) & 0 \\ -\sin(\varphi_1) & \cos(\varphi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{I-18}$$

soit :

$$g = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\phi) & \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\phi) & \sin(\varphi_2)\cos(\phi) \\ -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\phi) & -\sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2)\cos(\phi) & \cos(\varphi_2)\sin(\phi) \\ \sin(\varphi_1)\sin(\phi) & -\cos(\varphi_1)\sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \tag{I-19}$$

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 (Eq. I-19) on peut déduire :

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

$$\begin{cases} \tan(\phi) \cos(\varphi_2) = k/l \\ \tan(\varphi_2) = h/k \\ \cos(\phi) \tan(\varphi_1) = lw/(ku-hv) \end{cases} \quad \text{(I-20)}$$

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

$$\begin{cases} h = \sin(\phi) \sin(\varphi_2) \\ k = \sin(\phi) \cos(\varphi_2) \\ l = \cos(\phi) \\ u = \cos(\varphi_1) \cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1) \sin(\varphi_2) \cos(\phi) \\ u = -\cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi \\ w = \sin(\varphi_1) \sin(\phi) \end{cases} \quad \text{(I-21)}$$

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

$$\psi = \varphi_1 - \pi/2, \theta = \phi, \phi = \varphi_2 + \pi/2 \quad \text{(I-22)}$$

Remarque : à cause des symétries du cristal, plusieurs rotations, dites équivalentes, correspondent à une orientation (par ex. 24 rotations équivalentes dans le cubique).

I-2-3- Désorientation entre deux grains

La désorientation existant entre deux grains est décrite par une rotation qui permet de passer du référentiel du premier grain au référentiel du second grain. En négligeant la translation qui peut exister entre les deux grains, cette rotation est généralement définie par une matrice de désorientation R :

$$R = g * g'^{-1} \quad \text{(I-23)}$$

g et g' sont les matrices d'orientation des deux grains dans le repère échantillon.

L'angle et l'axe de rotation sont définis à partir des éléments R_{ij} de la matrice R par :

$$\theta = \text{Arcos}\left(\frac{\text{trace}(R)-1}{2}\right) \quad (\text{I-24})$$

$$u = R_{32} - R_{23} \quad (\text{I-25})$$

$$v = R_{13} - R_{31} \quad (\text{I-26})$$

$$w = R_{21} - R_{12} \quad (\text{I-27})$$

Le nombre de descriptions possibles et équivalentes varie en fonction des groupes de symétrie de la structure du matériau. Dans le cas de la structure cubique par exemple, 24 opérations de symétrie sont possibles (24 matrices équivalentes), ce qui mène à 1152 possibilités pour décrire la désorientation. Par convention, on retient comme désorientation normalisée celle qui correspond au plus petit angle et l'axe correspondant [Goux, 1961]. Une méthode analytique de normalisation mise au point par [Grimmer, 1974] pour les cristaux cubiques a été généralisée pour l'application à une structure quelconque par [Bonnet, 1980].

I-2-4- Représentation des textures

La première représentation des textures est généralement graphique, la caractérisation de la texture des matériaux est décrite qualitativement à partir des figures de pôles expérimentales. La texture est traditionnellement représentée par la Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC) $f(g)$. La détermination de $f(g)$ nécessite alors la résolution de relations analytiques la reliant à des données expérimentales telles que par exemple des figures de pôles ou des orientations individuelles.

I-2-4-1- Figure de pôles directe

C'est la méthode de représentation des textures la plus utilisée, elle est le moyen le plus direct de présenter les résultats des déterminations radiocristallographiques.

Une figure de pôles directe (FDP) est la projection stéréographique sur un plan de l'échantillon de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon. Pour représenter les faces du cube dans la projection stéréographique, on détermine le point d'intersection du vecteur normal de chaque face du cube avec la surface de la sphère unité, et reliant les points d'intersection avec le pôle sud on obtient les points d'intersection (1', 2', 3') dans le plan équatorial (Fig. I-8) [Coulomb, 1972].

Un cristallite d'orientation $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ donnera des figures de pôles directes constituées d'un nombre fini de points. Ces figures sont d'autant plus simples que la multiplicité des plans $\{hkl\}$ et des directions $\langle uvw \rangle$ est faible.

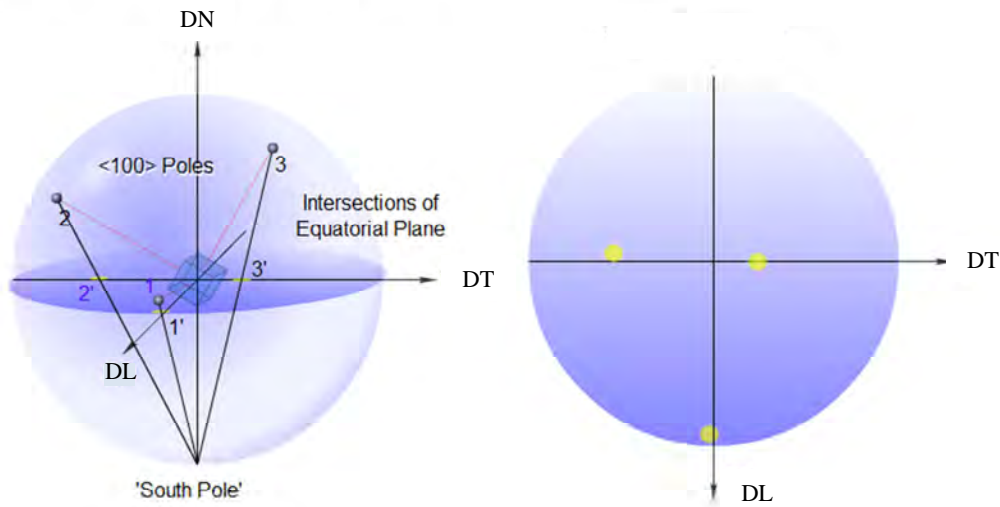


Fig. I-8 : Obtention d'une figure de pôles directe.

I-2-4-2- Figure de pôles inverse

Une figure de pôles inverse est la distribution, sur une projection stéréographique liée au cristal, de la densité de pôles des différentes familles de plans $\{hkl\}$ dans une direction donnée de l'échantillon (Fig.I-9a). La symétrie du système cubique implique la possibilité d'une représentation dans le triangle stéréographique standard $[001][011][111]$ (Fig. I-9b). La méthode la plus satisfaisante pour représenter une texture de fibre (texture possédant un axe de révolution, comme celle de notre matériau) est la figure de pôles inverse.

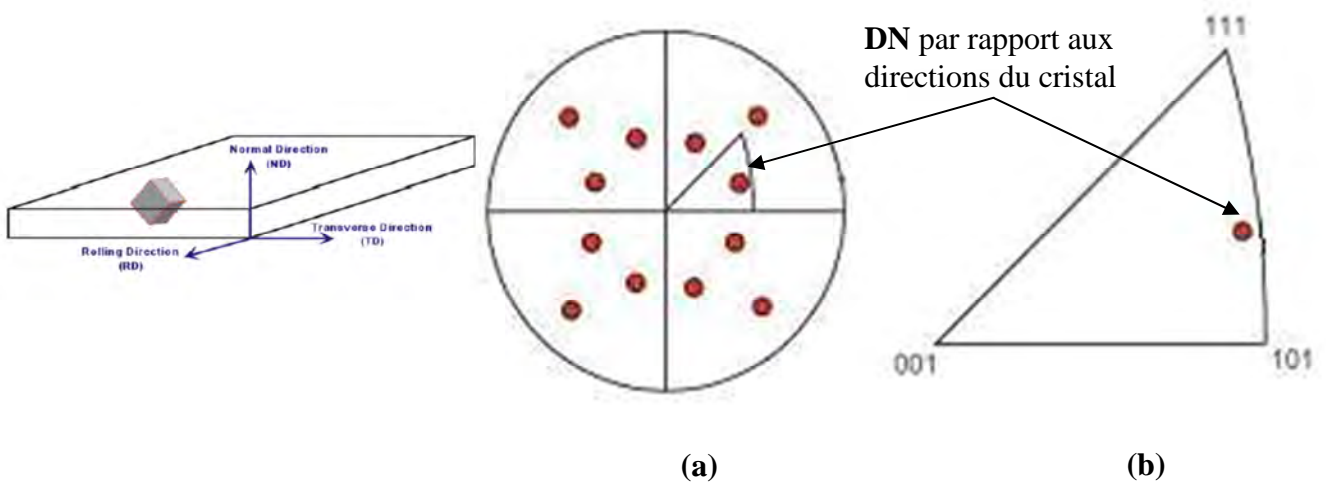


Fig. I-9 : Description d'une figure de pôles inverse.

I-2-4-3- 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 $f(g)$ est proportionnelle à la fraction volumique $\Delta V(g)$ des grains dont l'orientation est comprise entre g et $g+\Delta g$.

La FDOC est alors définie par :

$$\frac{\Delta V(g)}{V} = f(g)\Delta g \quad (\text{I-28})$$

$$\Delta g = \frac{1}{8\pi^2} \sin(\Phi)d\phi_1d\Phi d\phi_2 \quad (\text{formalisme de Bunge}) \quad (\text{I-29})$$

ou
$$\Delta g = \frac{1}{8\pi^2} \sin(\theta)d\Phi d\theta d\Psi \quad (\text{formalisme de Roe}) \quad (\text{I-30})$$

Le calcul de la FDOC peut être réalisé en utilisant différentes approches comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes. La méthode harmonique utilise un développement en série sur des bases d'harmoniques. Elle a été proposée dans les années soixante par Bunge [Bunge, 1965] et Roe [Roe, 1965]. L'ordre de développement est imposé par le nombre de figures de pôles expérimentales. La méthode discrète, méthode développée par Ruer et Baro [Ruer et Baro, 1976] et plus récemment par Matthies [Matthies, 1979] et Schaeben [Schaeben, 1984] qui ont fait évoluer les méthodes discrètes. 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.

La FDOC est en général représentée par des courbes de niveau (d'isodensité) dans des coupes ou sections de l'espace d'Euler.

I-2-4-4- Mesure de fractions volumiques des composantes de texture

Le tracé des figures de pôles et le calcul de la FDOC sont très utiles pour déterminer les principales composantes d'une texture indéterminée. Lorsque les principales composantes d'une texture sont connues et que l'on souhaite la comparer à une autre texture du même type, le calcul des fractions volumiques de texture est la solution la plus simple, bien que ce soit possible à partir des FDOC. La fraction volumique $V_f(g)$ d'une composante de texture ayant une dispersion $d\Omega$ autour d'une orientation idéale g connue, est donnée par :

$$V_f(g) = \frac{\Delta V(g)}{V_{\text{total}}} = \int_{d\Omega} f(g) dg = \int_{\varphi_1 - \Delta\varphi_1}^{\varphi_1 + \Delta\varphi_1} \int_{\Phi - \Delta\Phi}^{\Phi + \Delta\Phi} \int_{\varphi_2 - \Delta\varphi_2}^{\varphi_2 + \Delta\varphi_2} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) dg \quad (\text{I-31})$$

Les données issues d'une cartographie EBSD représentent souvent plusieurs centaines de milliers d'orientations. Chaque orientation étant traitée individuellement, on attribue une orientation à une et une seule orientation idéale si et seulement si leur désorientation est inférieure à une valeur seuil classiquement égale à 15° (qui correspond à la désorientation minimale d'un joint de grains).

I-2-5- Textures de déformation

L'observation des textures de déformation par traction est assez peu utilisée par suite de la difficulté d'obtenir une déformation suffisamment importante [Calnan & Williams, 1952 ; Wolfenden, 1969]. Différentes techniques comme le mandrinage, le tréfilage et le laminage ont été plus utilisées pour l'étude des textures. Pour une illustration simple des textures de déformation, nous procédons à un rappel sur les textures de laminage.

Cinq orientations sont généralement utilisées pour la description des textures de laminage du fer et des aciers à bas carbone : $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{111\}\langle 123\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$. Elles sont représentées sur la figure de pôles $\{200\}$ de la figure (I-10a) [Hutchinson, 1984]. On remarque deux textures de fibre. La première a un axe de fibre $\langle 111\rangle$ perpendiculaire à la surface de tôle, elle comprend les orientations $\{111\}\langle hkl\rangle$ et s'étale de $\{111\}\langle 110\rangle$ jusqu'à $\{111\}\langle 112\rangle$, elle se trouve dans la section $\varphi_2 = 45^\circ$ à $\varphi = 55^\circ$, c'est la fibre γ . La deuxième est une texture de fibre incomplète, elle a un axe de fibre $\langle 110\rangle$ parallèle à la direction de laminage et elle comprend les orientations $\{hkl\}\langle 110\rangle$, elle se trouve dans la section $\varphi_2 = 45^\circ$ à $\varphi_1 = 0^\circ$ et s'étend de $\{001\}\langle 110\rangle$ jusqu'à $\{110\}\langle 110\rangle$, c'est la fibre α (Fig. I-10b) [Emren et al., 1986 ; Von Schlippenbach et al., 1986].

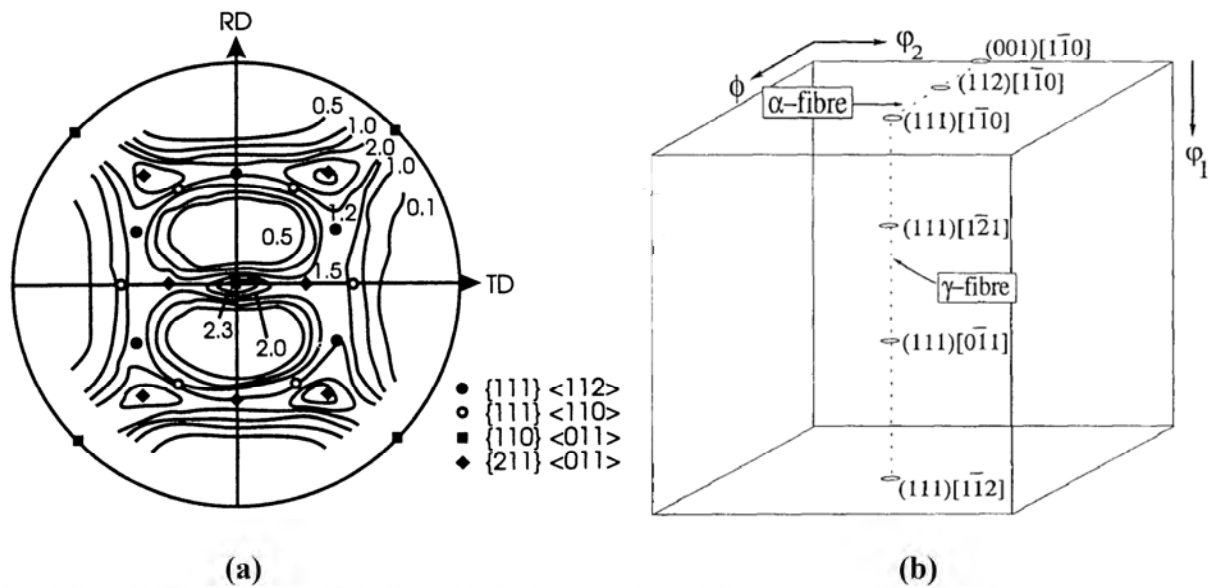


Fig. I-10 : Figures de pôles des aciers à bas carbone laminés jusqu'à 90% :

(a) Figure de pôles {200} [Hutchinson, 1984].

(b) Représentation des fibres α et γ dans l'espace d'Euler [Raabe, 1995].

Les résultats obtenus pour différentes nuances d'acier à basse teneur en carbone montrent que l'intensité des deux fibres α et γ augmente pendant le laminage à froid. Lors de cette évolution, deux parties sont généralement distinguées : la première, jusqu'à 70 % de réduction, est caractérisée par une augmentation plutôt uniforme des deux fibres, la fibre α plus intense que la fibre γ , avec parfois la formation d'un maximum sur la première. La seconde partie, au delà de 70 % de réduction, conduit à un renforcement du maximum proche de l'orientation {112}<110> sur la fibre α et une saturation de l'intensité de la fibre γ . Cette évolution est classiquement illustrée par les résultats de Schlippenbach et al. obtenus avec un acier à bas carbone (Fig. I-11) [Schlippenbach et al., 1986].

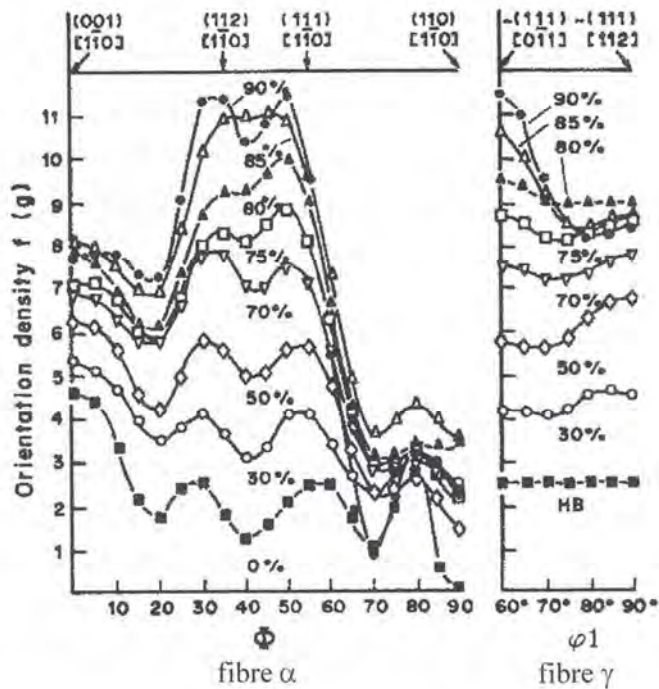


Fig. I -11 : Evolution de l'intensité de la FDOC ($f(g)$) le long des fibres α et γ pour différents taux de réduction par laminage à froid, d'un acier à bas-carbone [Schlippenbach et al., 1986]

Les résultats montrent que l'intensité de la fibre γ sature dès 50% de réduction tandis que l'intensité de la fibre α augmente de façon continue sur tout l'intervalle de réduction utilisé. Urabe et Jonas observent, après 70 % de réduction par laminage d'un acier IF-Ti-Nb, un maximum sur la fibre α . Ensuite, entre 70% et 85 % de réduction, les deux fibres α et γ augmentent dans les mêmes proportions [Urabe et Jonas, 1994]. De façon générale, après des taux de laminage importants, les textures sont caractérisées par une fibre α plus intense que la fibre γ et par un maximum situé sur la fibre α proche de l'orientation $\{112\}\langle 110\rangle$ [Samajdar et al., 1997a].

I-2-6- Textures de recristallisation

Les grandes lignes de la formation des textures de recristallisation sont les mêmes pour tous les alliages de structure cubique centrée ; elles ont été particulièrement étudiées sur les aciers doux et les alliages fer-silicium à cause de leur importance industrielle : tôles d'emboutissage profond et tôles pour l'industrie électrique.

Les textures de laminage du fer et des aciers à bas carbone consistent en deux fibres :

- La première fibre est la fibre γ avec les composantes $\{111\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$ et $\{111\}\langle 123\rangle$. Après un recuit, l'intensité des composantes de cette fibre diminue au début, puis elle augmente. Cette fibre reste toujours la plus dominante (Fig. I-12).

- La deuxième est la fibre α , avec des maxima à $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$. Après un recuit, l'intensité de la composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ augmente et celle de la composante $\{001\}\langle 110 \rangle$ diminue (Fig. I-12). D'après la figure (I-12) l'évolution de la texture de recuit ne s'arrête pas avec la fin de la recristallisation primaire, elle continue avec la croissance de grains.

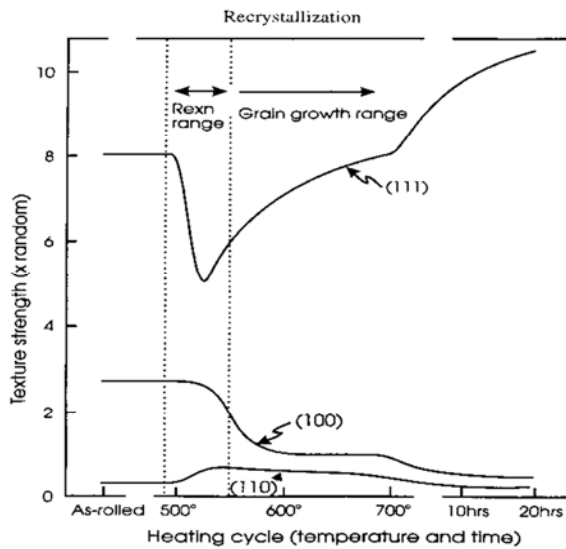


Fig. I-12 : Variation des principales composantes de texture d'un acier à bas carbone [Lücke & Engler, 1992].

L'évolution des textures pendant le recuit à 700°C, d'un acier doux, montre une accentuation de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ et une diminution des composantes $\{112\}\langle 110 \rangle$ et $\{001\}\langle 110 \rangle$, l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ demeure stable (Fig. I-13) [Emren et al., 1986].

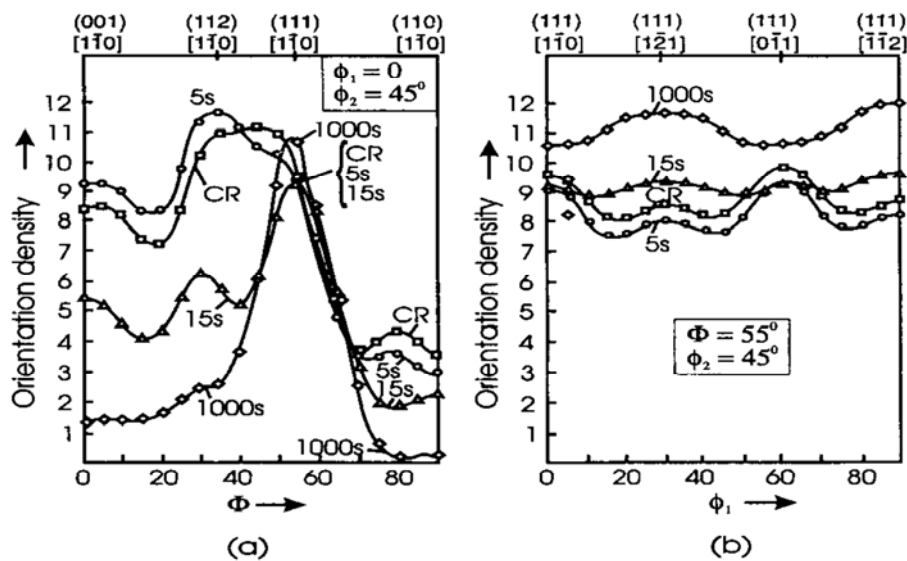


Fig. I-13 : Densités d'orientation après 85% de réduction, d'un acier recuit à 700°C, le long de : (a) la fibre α , (b) la fibre γ [Emren et al., 1986].

Emren et ses collaborateurs [Emren et al., 1986] ont fait une étude détaillée sur le comportement des textures de recristallisation d'un acier IF. La figure (I-14) montre une figure de pôles d'un acier IF laminé jusqu'à 80 % et recuit à 700 °C.

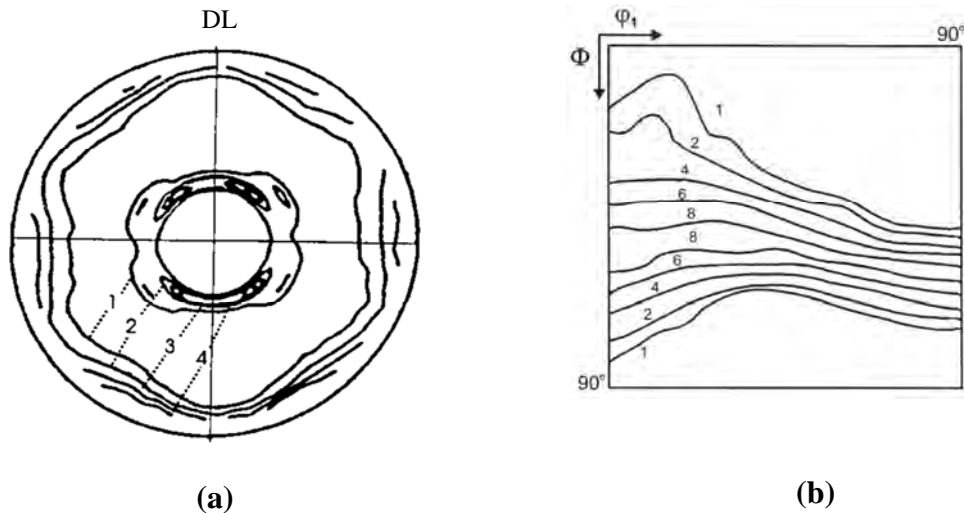


Fig. I-14 : Textures de recristallisation des aciers IF :

(a) Figure de pôles {110} d'un acier (IF) recristallisé après 80% de réduction [Emren et al., 1986]. (b) FDOC ($\phi_2=45^\circ$) d'un acier (IF) recristallisé [Hutchinson & Ryde, 1997].

L'effet le plus important de la recristallisation est la réduction de l'intensité de la fibre α . La fibre γ reste relativement stable. L'évolution de la texture globale au cours de la recristallisation se fait généralement en deux étapes : jusqu'à une fraction recristallisée comprise entre 50% à 70%, la texture globale évolue peu tandis qu'au delà de ce pourcentage, l'évolution de la texture est caractérisée par une décroissance de l'intensité de la fibre α et une augmentation de l'intensité de la fibre γ . 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.

Les résultats obtenus sur des Al-K et des IF-Ti laminés à un taux de réduction de 70% [Kiaei, 1996], sur un IF-Ti laminé à 75% [Hutchinson & Ryde, 1995] et sur un IF-Ti laminé à 80% par [Vanderschueren et al., 1996] ont montré que les orientations des premiers germes appartiennent à la fibre γ . 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 γ [Miroux, 1999].

I-2-7- Techniques d'étude de la recristallisation

Plusieurs méthodes sont utilisées pour étudier les différentes étapes de la recristallisation. Le choix d'une technique particulière nécessite la considération des propriétés étudiées, l'état et les caractéristiques particulières du matériau utilisé avant la déformation, comme la taille des grains, la texture, la présence d'une dispersion de particules, leur nature, leur concentration et les conditions de la déformation plastique.

Les techniques expérimentales sont classées en deux groupes, techniques indirectes et techniques directes.

I-2-7-1- Techniques indirectes

Ces techniques ont été les premières à être développées, pour l'étude de la recristallisation primaire et la croissance des grains. Nous pouvons citer l'analyse par diffraction (des rayons X, des électrons ou des neutrons) qui donne des informations cristallographiques et topologiques sur le matériau ; les techniques associées aux propriétés mécaniques (analyse de la variation de la microdureté et de la résistivité, analyse calorimétrique) sont assez complexes dans leurs applications, car les propriétés mécaniques sont peu sensibles aux défauts ponctuels.

D'autres techniques peuvent également être utilisées, telle la spectroscopie des électrons Auger (AES), la spectroscopie des électrons secondaires (ESCA) et la spectroscopie de masse d'ions secondaires (SIMS) ; elles sont liées à la détermination de la ségrégation et donnent des informations qui peuvent fournir des interprétations sur la recristallisation.

I-2-7-2- Techniques directes

Elles permettent l'observation directe de la microstructure. La plus ancienne méthode utilisée dans ce domaine est la microscopie optique. La microscopie électronique en transmission a permis ensuite d'identifier plusieurs paramètres expérimentaux, inaccessibles à l'échelle

optique, comme la vitesse des joints de grains et la concentration des impuretés dans la microstructure. Cette méthode est restée la méthode la plus utilisée, couplée à la diffraction X, jusqu'au début des années 90, qui ont vu l'introduction de la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD (Electron Back Scattering Diffraction), couplée à un microscope électronique à balayage. Contrairement à la diffraction des rayons X ou des neutrons, la technique EBSD donne des informations à caractère local et global, à partir de la détermination des orientations individuelles des grains. Par rapport à la microscopie électronique en transmission, elle offre l'avantage de l'utilisation d'échantillons massifs, sans préparation particulière.

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 de recristallisation et croissance.

Références bibliographiques

- Afer H., mémoire de magister en physique, université Mentouri Constantine (2003).
- Bargel H.J. et Schulze.G. Werkstoffkunde, Dusseldorf VDI-Verlag GmbH (1988).
- Benard J., Michel. A, Philibert. J, Métallurgie générale, Masson et Cie, éditeurs (1969).
- Bonnet R., Acta Cryst. 36(1980)116.
- Bunge H.J et Esling.C., Quantitative Texture Analysis (1982).
- Bunge H.J., Z.Metallkunde. 56(1965)872-874.
- Calnan E.A. et Williams B.E., Transactions A.I.M.E. 194(1952) 743.
- Coulomb.P., Les textures dans les métaux de réseau cubique. Ed. Dunod Paris (1972).
- Detert, K., in Recrystallization of Metallic Materials, ed. F. Haessner, Dr. Riederer-Verlag GmbH, Stuttgart, (1978)97.
- Drew.R.A.L, Muir.W.B et Williams.W.M. Metals Technology 11(1984)550.
- Dunn, C.G. and Walter J.L., in Recrystallization Grain Growth and Textures, ASM, Ohio, (1966)461.
- Emren F., Von Schlippenbach U. et Lücke K.,Acta Metall. 34 (1986) 2105.
- Gladman T., Proc. R. Soc, A294(1966) 289.
- Goodhew P. J., Grain boundary structure and kinetics, Ed. Balluffi R. W., Metals Park, Ohio A.S.M. (1980) 155.
- Goux, Mem Scient Rev Met. LV III, 9(1961) 661.
- Grimmer H., Acta crys. A30(1974) 685.Haessner F., Recrystallization of metallic material, Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart (1978).
- Humphreys F. J. and Hatherly M., Recrystallization and related annealing phenomena, second edition, Elsevier, Oxford (2004).
- Humphreys F.J., Materials Science Forum 467-470 (2004)107.
- Hutchinson B. et Ryde L., Proc. 16th Riso inter. Symp. Of Mat. Sci., éd. Par N. Hansen, D. Juul Jensen, Y. L. Yui and B. Ralph, Riso National Lab, Roskilde, Denmark (1995)105-117.
- Hutchinson B. et Ryde L., Proc. Thermomechanical processing and theory, Modelling and practice (TMP 2)(1997) 145-161.
- Hutchinson W.B., Int Met Rev. 29(1984)25.
- Kiaei M., Etude des mécanismes de recristallisation des les aciers bas carbone. Thèse Université Paris 13 (1996).
- Lücke K. et Engler O., Proc 3rd Int Conf on Aluminium Alloys. Trondheim (1992) 439.
- Martin G., Levy J., Oudar. J, Saada G., Sainfort G., Interfaces et surfaces en métallurgie,

- Trans. Tech Publications (1973).
- Matthies S., Phys. Status Solidi (b) 92(1979) 135.
- Miroux A., Thèse de PhD . France: Université Paris 13, (1999).
- Raabe D., Acta Metall Mater. 43(1995) 1531-1540.
- Read W. T. and Shockly W., Phys. Rev. 78 (1950) 275.
- Roe R.J., J. Appl. Phys. 36 (1965) 2024-2031.
- Ruer D., Méthode vectorielle d'analyse de la texture, Thèse de l'Université de Metz, (1976).
- Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P. et Vanderschueren D., Scripta Mater. 37 (6)(1997a) 869-874.
- Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P. et Vanderschueren D., Materials Science and Engineering A238 (1997b) 343–350.
- Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P., ISIJ inter. 38 (7) (1998) 759-765.
- Schaeben H., Phys. Status Solidi(b) 123 (1984) 425.
- Urabe T. et Jonas J.J., ISIJ inter. 34 (5) (1994) 435-442.
- Vanderschueren D., Yoshinaga N., Koyama K., ISIJ inter. 36 (8)(1996)1046-1054.
- Von Schlippenbach U., Emren F. et Lücke K., Acta Metall. 34(1986) 1289.
- Wagner F., Stosse M. et Nauer-Gerhardt C., Colloque C4, supplément au Journal de Physique III, 6 (1996) 307.
- Wolfenden A., Scripta Metall. 3(1969) 429.
- Zener (Smith. C. S), Trans. Metall. Soc. A.I.M.E, 175 (1948)15.

Chapitre II

Modélisation de la croissance des grains

II-1- INTRODUCTION

Ce chapitre présente un rappel bibliographique sur la modélisation de la croissance de grain. Nous présentons les différentes théories de croissance, qui se partagent entre statistiques et déterministes. Nous terminons le chapitre par un rappel des techniques utilisées pour la simulation de la croissance de grains et leur historique telles que : le modèle des vertex, l'Automate Cellulaire, le modèle 'Phase-Field' et la méthode de Monte Carlo. Un intérêt particulier sera donné à cette dernière, car elle est utilisée dans notre travail de thèse.

II-2- MODELISATION DE LA CROISSANCE DE GRAINS

Les premières tentatives pour décrire la croissance des grains datent d'une soixantaine d'années. Burke et Turnbull [Burke et Turnbull, 1952] ont montré que la vitesse de croissance normale dans une structure homogène suit une loi parabolique, avec l'hypothèse que l'énergie de surface du joint génère la force motrice de migration et que le joint migre vers son centre de courbure, pour réduire son aire et donc son énergie. Dans le cas d'un métal pur, la vitesse de migration est donnée par l'expression suivante :

$$V = M P \quad (\text{II-1})$$

Où :

- V est la vitesse du joint ;
- M est la mobilité du joint ;
- P est la pression motrice.

La pression P est supposée proportionnelle à la courbure du joint :

$$P = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{II-2})$$

Où :

- γ est l'énergie du joint,
- R_1 et R_2 sont les rayons de courbure principaux du joint de grains.

Si le joint est assimilé à une sphère, $R_1 = R_2$, Burke et Turnbull supposent en outre que :

- l'énergie γ du joint est la même pour tous les joints et qu'elle est indépendante de la taille des grains et du temps ;
- le rayon de courbure du joint R_i est proportionnel au rayon moyen des grains $\langle R \rangle$;
- dR/dt est alors proportionnel à V.

En conséquence :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{\alpha \gamma}{R} \quad (\text{II-3})$$

α est une constante géométrique de faible valeur.

En supposant que M est constant, on obtient après intégration :

$$R^2(t) - R^2(t=0) = \alpha \gamma t \quad (\text{II-4})$$

Où $R(t=0)$ est le rayon moyen des grains au temps $t=0$.

Si $R^2(t=0)$ est négligeable par rapport à $R^2(t)$, alors :

$$R^2 = k t, \text{ ou } R(t) = k t^{1/2} \quad (\text{II-5})$$

De façon générale:

$$R(t) = k t^n \quad (\text{II-6})$$

n est l'exposant de croissance égal à 0.5.

Expérimentalement l'exposant n de cette loi de croissance diffère de 0.5. Dans le cas des métaux de haute pureté (Al, Fe, Pb, Sn) les valeurs sont comprises entre 0.25 et 0.43. Cet écart à la valeur 0.5 pourrait être dû à des variations de la mobilité des joints liées au freinage par les impuretés, à la présence d'une texture ou à l'anisotropie des énergies de joints [Humphreys et Hatherly, 2004].

Les modèles qui succèdent à la description de Burke et Turnbull se partagent en deux grandes catégories : les modèles statistiques et les modèles déterministes.

II-2-1- Modèles statistiques

L'approche statistique traite le changement de taille d'un grain donné, noyé dans un milieu qui représente le comportement moyen de l'ensemble des grains, c'est-à-dire que tout grain voit les caractéristiques moyennes de la population et non son entourage réel. Dans ce type de modèle, la croissance est décrite par des paramètres qui s'inspirent directement des caractéristiques de l'évolution des grains, ce sont des paramètres mesurés statistiquement. Nous décrivons brièvement dans le paragraphe suivant le plus connu de ces modèles, celui de [Hillert, 1965].

Le modèle de Hillert fut considéré comme une loi de la recristallisation, depuis le début des années 60. Il a été remis en cause dans les années 80 quand des observations expérimentales sur les tôles magnétiques Fe3%Si - HiB ont montré la possibilité de croissance anormale pour

des grains faisant partie initialement des plus petits grains de la matrice [Rouag et al., 1986 ; Rouag et al., 1990 ; Harase et al., 1987 ; Harase et Shimizu, 1988].

Le modèle de Hillert suppose que la vitesse de croissance d'un grain dépend de sa taille R par rapport à un rayon critique R_c , la vitesse de croissance à un instant donné s'écrit :

$$\frac{dR}{dt} = \alpha M \gamma \left(\frac{1}{R_c} - \frac{1}{R} \right) \quad (\text{II-7})$$

α est un facteur géométrique, M et γ sont respectivement la mobilité et l'énergie du joint de grain.

Hillert a introduit sa loi de croissance dans l'équation de continuité qui s'écrit :

$$\frac{\partial F}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial R} \left[F(R, t) \times \left(\frac{dR}{dt} \right) \right] = 0 \quad (\text{II-8})$$

La distribution obtenue en résolvant cette équation est la suivante :

$$g(\lambda) = c \frac{\lambda}{(2-\lambda)^3} \exp\left(-\frac{2}{2-\lambda}\right) \quad (\text{II-9})$$

Où :

- $\lambda = R/R_c$

- $g(\lambda)$ est la fonction de distribution, indépendante du temps, obtenue par suite du changement de variable $R \rightarrow \lambda$, avec $g(\lambda) = F(R, t) \cdot R_c^2$;

- c est une constante d'intégration.

Hillert identifie la taille critique à la taille moyenne du grain, qui est environ égale à $1.7 R_c$ en 2D. Cette taille moyenne correspond en fait à un critère topologique : tous les grains dont la taille est inférieure à cette limite vont disparaître, tandis que les autres vont croître.

Hillert a traité aussi l'effet des particules d'une seconde phase qui joue un rôle déterminant dans le cas de la croissance anormale des grains. Il introduit la force de freinage de Zener dans l'équation (II-7), en donnant l'expression suivante :

$$\frac{dR}{dt} = \alpha m \gamma \left(\frac{1}{R_c} - \frac{1}{R} \pm \frac{z}{\alpha} \right) \quad (\text{II-10})$$

Où z est le facteur de Zener, avec

$$z = \frac{3f_v}{r} \quad (\text{II-11})$$

Où f_v est la fraction volumique des particules de taille moyenne r . Le signe doit être choisi de telle sorte que la contrainte de répulsion agit contre le mouvement du joint. Le signe négatif implique :

$$\frac{1}{R} < \frac{1}{R_c} - \frac{z}{\alpha} \quad (\text{II-12})$$

Et pour le signe positif :

$$\frac{1}{R} > \frac{1}{R_c} - \frac{z}{\alpha} \quad (\text{II-13})$$

Le modèle de Hillert permet de prévoir le déclenchement de la croissance anormale de grains, si trois conditions sont satisfaites :

- 1) la croissance normale est inhibée par les particules de seconde phase ;
- 2) la taille moyenne des grains a une valeur inférieure à $1/2z$;
- 3) il y a au moins un grain plus grand que deux fois la moyenne.

Il faut souligner que le modèle de Hillert néglige l'aspect local, en supposant qu'il ne constitue qu'une perturbation, cependant les comportements de croissance opèrent bien sur la base de ces perturbations. Ces dernières ne peuvent être prises en compte que si nous admettons à l'avance une différence de comportement entre deux grains de même taille, s'ils possèdent des voisinages différents en tailles et/ou en orientations. Les modèles de Abbruzzesse et Lucke qui sont basé sur le modèle statistique de Hillert, prennent en compte l'aspect microstructural et introduit la texture de la matrice, ils relient l'orientation des joints à leurs énergies et mobilités [Abbruzzesse et Lucke 1986 ; Abbruzzesse et al., 1986 ; Abbruzzesse et al., 1992].

II-2-2- Modèles déterministes

Ces modèles décrivent la croissance, en tenant compte de l'influence des positions relatives des grains. Ces positions s'obtiennent à l'aide des équations de mouvement dans l'espace réel, le comportement à travers le temps sera uniquement une conséquence de règles établies au préalable. Cet ensemble de règles est souvent relié aux considérations énergétiques qui entourent le problème.

L'avantage de ces modèles est la simplicité des conditions physiques imposées à l'échelle des grains. Ces modèles sont en général limités, à cause du nombre important de variables qui doivent être prises en compte même à l'échelle des grains.

Hunderi et Ryum [Hunderi et al., 1979 ; Hunderi et Ryum, 1981 ; Hunderi et Ryum, 1982] sont les premiers à élaborer un modèle déterministe pour prévoir la croissance anormale des grains. Dans ce modèle, les grains sont décrits par des bulles connectées par des canaux. En premier lieu, le modèle est appliqué à une chaîne linéaire de bulles, une bulle i est connectée avec un nombre de bulles $(i-n)$ à $(i+n)$, où n dépend des tailles relatives de bulles (Fig. II-1). La différence de pression interne régnant dans les bulles mène au transfert de la matière entre les bulles.

La conservation de la matière est automatiquement admise, puisqu'il s'agit d'une chaîne circulaire. Plus le grain est grand, plus il est apte à croître, puisque la pression est plus faible. Suivant le schéma de la figure (II-1), un grain i est connecté uniquement à deux voisins, la différence de pression nette dans le grain s'écrit donc :

$$\Delta P_{\text{int}} = 2\gamma\left(\frac{1}{R_i} - \frac{1}{R_{i-1}}\right) + 2\gamma\left(\frac{1}{R_i} - \frac{1}{R_{i+1}}\right) \quad (\text{II-14})$$

Où R_{i+1} , R_{i-1} sont les rayons des grains voisins.

Si nous admettons que la variation de volume du grain i est proportionnelle au transfert de matière, nous avons :

$$\frac{dV}{dt} = 4\pi R^2 \frac{dR}{dt} = m\Delta P_{\text{int}} = 4m\gamma \left[\frac{1}{R_i} - \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R_{i-1}} + \frac{1}{R_{i+1}} \right) \right] \quad (\text{II-15})$$

Où m est une constante de proportionnalité.

D'après l'expression (II-15), le taux de croissance d'un grain i est :

$$\frac{dR_i}{dt} = M \frac{1}{R_i^2} \left[\frac{1}{R_i} - \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R_{i-1}} + \frac{1}{R_{i+1}} \right) \right] \quad (\text{II-16})$$

avec $M = 4m\gamma$.

Pour une chaîne de N bulles, il faut résoudre un système de N équations de type (Eq. II-16). Hunderi et Ryum ont résolu le problème sur ordinateur pour une chaîne de 3500 bulles. Ils ont trouvé que l'évolution de la taille de grains obéit à la loi parabolique et est proche de celle prédite par Hillert. Par contre, le rayon moyen suit la loi :

$$R^4(t) - R^4(0) = k t \quad (\text{II-17})$$

A partir de ce résultat, on constate que l'exposant cinétique (1/4) est très éloigné de la valeur trouvée dans la majorité des cas. Ceci peut être justifié puisque le modèle n'a pas pris en compte les deux points suivants :

- le nombre de voisins d'un grain change au cours du temps, il ne peut pas être constant et égal à deux, comme supposé précédemment ;
- la surface de contact entre deux grains ne peut pas être considérée constante, puisqu'en réalité, elle dépend de la taille des grains.

Les auteurs ont introduit des modifications sur le modèle, en tenant compte des deux points précédents (Fig. II-2). La surface de contact d'un grain i avec ses voisins doit toujours suivre la relation :

$$A_i = \sum_{j=1}^{j_{\max}} A_{ij} = 4\pi R_i^2 \quad (\text{II-18})$$

Où :

- A_i est l'aire du grain i ,
- A_{ij} est l'aire de contact du grain i avec le grain j ,
- R_i est le rayon du grain i ,
- j_{\max} est le nombre maximal de voisins que peut avoir le grain i .

En conclusion, les approches adoptées pour résoudre les problèmes de recristallisation et de croissance mènent à des résultats différents, parfois contradictoires, le plus souvent complémentaires.

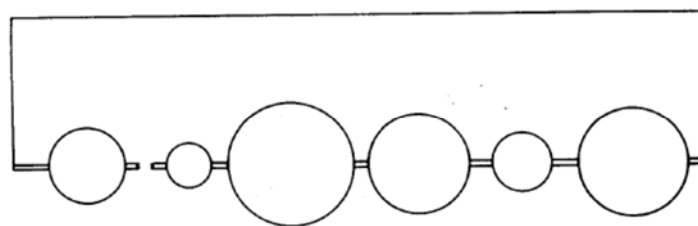


Fig. II-1: Modèle des bulles connectées proposé par Hunderi et al. [Hunderi et al., 1979].

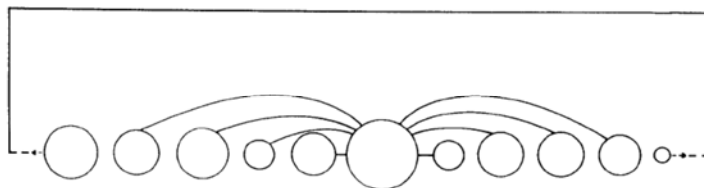


Fig. II-2: Modèle des bulles connectées : le grain i est connecté à un nombre donné de proches voisins [Hunderi et Ryum, 1982].

II-3- ASPECT TOPOLOGIQUE DE LA CROISSANCE DE GRAINS

En croissance, le mouvement des joints se fait vers leurs centres de courbure, pour réduire leurs énergies et donc atteindre un état plus stable. La morphologie et la taille des grains déterminent quels grains vont se développer au détriment des autres lors de la croissance. Ces deux paramètres font partie de l'aspect topologique proposé par [Smith, 1952], qui a résumé que la croissance normale des grains résulte d'une interaction entre la contrainte topologique de remplissage d'espace (space-filling) et l'équilibre des tensions de surface entre les joints.

Dans une structure bidimensionnelle avec des joints de grains de caractéristiques isotropes, l'équilibre peut être atteint si le matériau n'est constitué que de grains hexagonaux, il n'y a plus d'évolution sous forme de croissance de grains dans cette situation. Cet équilibre se traduit localement par un équilibre de tension entre les joints aux points triples (Fig. II-3). A l'équilibre, l'angle entre deux joints au point triple (angle diédral) est 120° . La présence d'un grain non-hexagonal dans cette structure va entraîner une croissance des grains car elle introduit un changement de l'angle diédral. Ce changement d'angle conduit à la formation d'une courbure aux joints de grains, ce qui fait migrer le joint vers son centre de courbure.

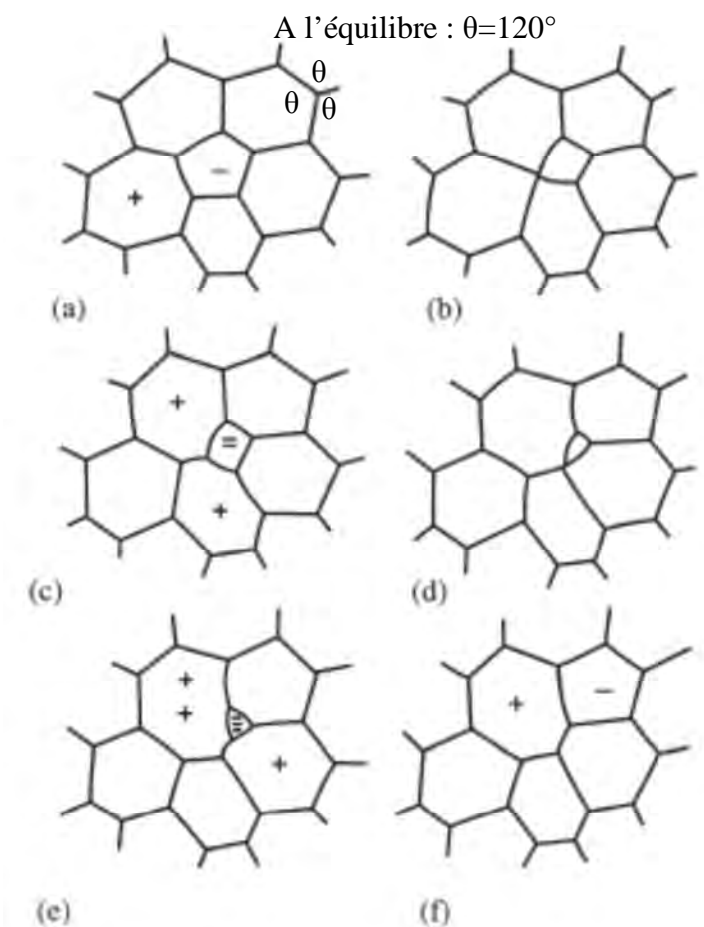


Fig. II-3 : Représentation schématique de l'évolution d'une microstructure bidimensionnelle. Les signes (+) et (-) donnent une indication sur la stabilité du grain. (a) un grain à moins de 6 faces introduit une instabilité dans la structure menant à la croissance de grains, (b) à (f) décroissance et disparition du grain pentagonal [Humphreys et Hatherly, 2004].

L'autre critère, concernant la taille, se traduit dans cette situation par le nombre de face que possède un grain. Quand la taille d'un grain est supérieure à celle de ses voisins, il possède plus de faces et, par le principe d'équilibre de tension de surface, il possède plus de chance de grossir au détriment de ses voisins.

Von Neumann [Von Neumann, 1952] puis Mullins [Mullins, 1956] ont relié, en 2D, la vitesse de croissance des grains à leurs classes topologiques et ont montré que la vitesse de variation d'aire des grains s'écrit :

$$\frac{dA}{dt} = c(N - 6) \quad (\text{II-19})$$

Où N est le nombre de côtés d'un grain d'aire A. L'équilibre est atteint pour N=6.

II-4- TECHNIQUES DE SIMULATION

Les premières études de simulation en croissance ont montré que cette technique d'analyse a souvent permis des prévisions de comportement, établies ensuite par l'évolution des techniques expérimentales. Il existe plusieurs méthodes de simulation, nous citons ici les plus utilisées.

II-4-1- La Dynamique Moléculaire (DM)

Cette méthode est incluse dans les méthodes déterministes, elle permet une description microscopique fine d'un système physique, où les degrés de liberté sont pris en compte explicitement. L'objectif principal de la DM consiste à calculer les propriétés statiques ou dynamiques d'un système, en utilisant les équations de mouvement et leurs solutions obtenues par des méthodes numériques. Elle a le grand avantage de calculer les propriétés dépendantes du temps ; elle a été largement utilisée pour simuler les processus dynamiques, tels que les collisions et elle est efficace aussi pour traiter les défauts, les surfaces et interfaces entre autres. En croissance, il s'agit de déterminer le transfert d'atomes à travers les joints, en spécifiant les lois d'interaction qui poussent les atomes à rejoindre les états énergétiques les plus stables.

Ce mouvement est impossible à simuler actuellement par cette méthode, notamment en 3D, compte tenu du nombre important de paramètres indépendants à traiter en même temps. Les simulations qui entrent dans ce cadre restent limitées à des régions de très faibles dimensions en 2D [Yu, 1978]. Par exemple, la figure (II-4) montre une simulation DM utilisant 390,000

atomes d'une zone de 70 nm x 1.5 nm pour modéliser la croissance de 25 grains de diamètre 15 nm pour une durée de 1.83 ns à une température de $0.95 T_{\text{fusion}}$ [Haslam et al. 2001].

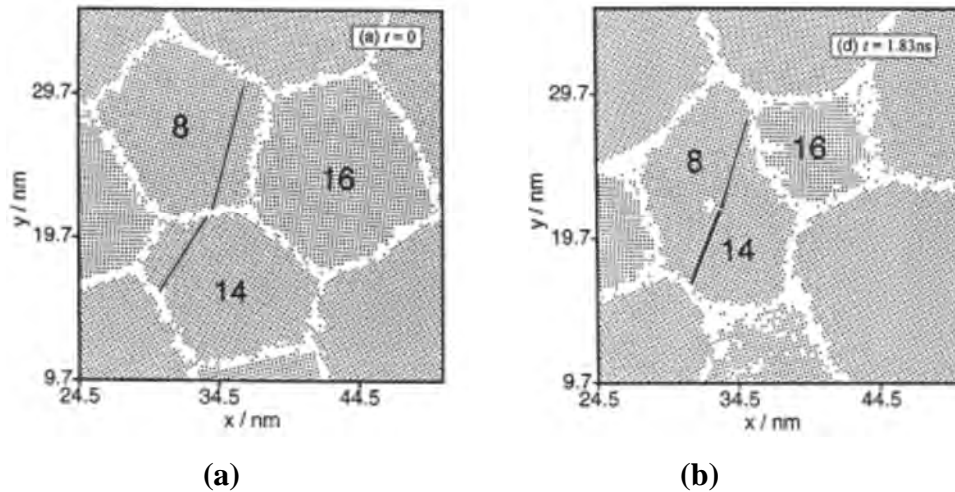


Fig. II-4: Simulation par la Dynamique Moléculaire en 2D de la croissance de grains.

(a) Etat initial (b) A $t=1.83$ ns [Haslam et al. 2001].

II-4-2- Le modèle des Vertex

Le modèle des Vertex a été proposé spécialement pour la modélisation du phénomène de croissance de grains dans le milieu des années 80 [Soares et al., 1985]. La numérisation de la microstructure est basée sur un ensemble de polygones définis par des sommets (Fig. II-5a). Un joint de grains est représenté par un segment de droite reliant les sommets. Le plus simple de ces modèles ne considère que le mouvement des sommets (points triples en 2D et points quadruples en 3D). Cependant, les nouveaux modèles introduisent des sommets virtuels sur les joints pour reproduire la courbure du joint de grains (Fig. II-5b) [Fuchizaki et al., 1995].

Chaque sommet est caractérisé par sa position et sa vitesse. L'évolution de la microstructure est due au mouvement des sommets. Les sommets se déplacent en raison des forces agissant sur chacun d'eux. Ces forces résultent de l'énergie totale de surface des joints de grains et de la dissipation de l'énergie due aux forces de freinage qui s'opposent au mouvement des joints de grains (l'effet d'épinglage par des particules de seconde phase).

L'équation d'équilibre aux points triples est décrite par :

$$\frac{\gamma_1}{\sin \phi_1} = \frac{\gamma_2}{\sin \phi_2} = \frac{\gamma_3}{\sin \phi_3} \quad (\text{II-20})$$

γ_1 , γ_2 et γ_3 sont les énergies de joints de grains ϕ_1 , ϕ_2 et ϕ_3 sont les angles entre les joints de grains (Fig. II-5b).

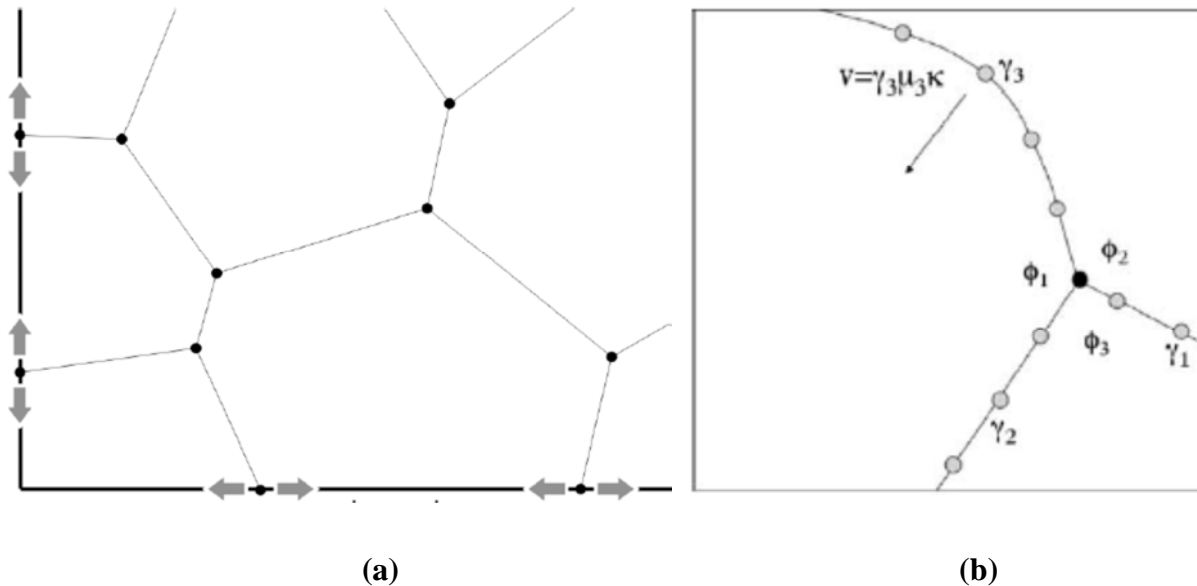


Fig. II-5: Représentation de la microstructure dans un Model Vertex [Piekos, 2006].

Les résultats des simulations en 2D montrent un bon accord avec la théorie, en termes de mise à l'échelle et de la loi de croissance parabolique de croissance des grains isotrope [Maurice, 2001]. Le passage aux 3D reste très difficile car les joints de grains doivent être représentés par des surfaces, par conséquent, le nombre de paramètres topologiques devient plus grand. Très peu de simulations en 3D ont été rapportées dans la littérature [Brakke, 1978 ; Weygand et al., 2001]. Des modèles en 2D incorporant les effets de l'énergie de déformation et de l'énergie de surface dans les couches minces ont été développés [Carel, 1996]. Certains travaux ont été réalisés pour la simulation de l'effet Zener en 2D [Weygand et al., 1999].

II-4-3-L'Automate Cellulaire (AC)

Cette technique de simulation a été appliquée pour la première fois dans une étude sur la recristallisation par Hesselbarth et Göble [Hesselbarth et Göble, 1991]. La microstructure initiale est représentée par un ensemble de cellules et est caractérisée par des paramètres tels que [Humphreys et Hatherly, 2004] :

- la géométrie : nombre, taille, forme et arrangement des cellules doivent ;

- le nombre et le type d'états qu'une cellule peut avoir : dans le cas le plus simple, une cellule peut être recristallisée ou non. Elle peut être caractérisée, par exemple, par la densité de dislocation et l'orientation cristallographique.
- le voisinage : la question est de savoir si la transition d'une cellule est influencée uniquement par ses plus proches voisins ou elle nécessite une zone plus étendue ; le choix du voisinage varie d'un modèle à un autre ;
- les règles de transition : la transition peut se produire entre les cellules lors de la diminution de la densité de dislocations pendant un recuit de recristallisation, par exemple. Les événements des cellules voisines, tels que la croissance des grains recristallisés, sont aussi à considérer.

En croissance, l'AC doit introduire les variables de calcul au niveau de chaque cellule, comme des équations paramétriques en dépendance permanente du voisinage immédiat, ce qui donne aux résultats obtenus un caractère approximatif, dans la mesure de la validité des équations formulées.

La figure (II-6) présente l'algorithme de base pour la simulation AC de croissance de grains. Cette procédure consiste d'abord à choisir une cellule et à vérifier si elle est au voisinage d'un joint de grain, parce que ses pixels sont susceptibles de changer d'orientation. Ensuite, de lire l'état de la cellule (orientation, désorientation par rapport aux voisins, indice du grain auquel elle appartient,...etc). L'étape suivante consiste à vérifier si la cellule peut changer son orientation. La direction du mouvement du joint de grains est également définie à ce stade. Ensuite, la probabilité de changement d'orientation est calculée. Cette probabilité est fonction de l'énergie et de la mobilité du joint de grains. La dernière étape consiste à la modification de l'orientation de la cellule (état de la cellule).

Une caractéristique des modèles (AC) traditionnelles est que les états de toutes les cellules sont simultanément mis à jour. Cette caractéristique est efficace mais peut entraîner des problèmes lors de la modélisation de croissance qui est basée sur la courbure des joints de grains. Pour contourner cet inconvénient, des modèles ont été créés, utilisant un système de sous-réseau [Rollett et Raabe, 2001], un réseau aléatoire [Janssens et al., 2002] ou un algorithme hybride (AC-MC) [Rollett et Raabe, 2001]. Bien que ces approches donnent toutes les structures compactes de grains vues dans l'expérience, la taille finale des grains recristallisés et la texture varient selon le type et la vitesse de germination, qui sont des paramètres d'entrée pour ces modèles. D'autres modèles plus sophistiqués incorporent les

propriétés anisotropes des joints de grains. Cela se fait en donnant à la probabilité de transition le maximum de mobilité dans le système [Raabe, 1999].

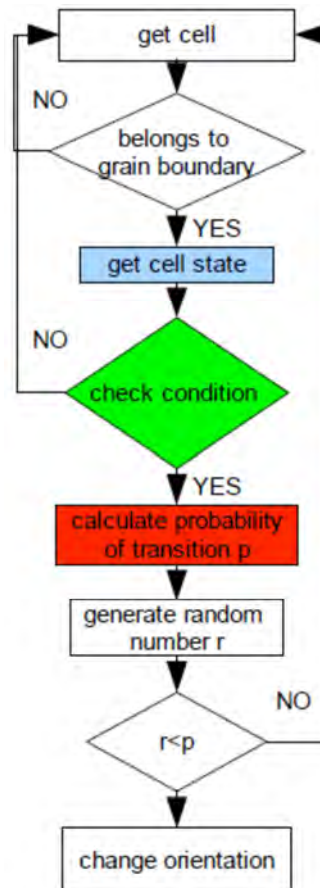


Fig. II-6: Schéma d'un algorithme AC pour la simulation de croissance de grains [Sawina, 2008].

II-4-4- Le Modèle 'Phase-Field' (PF)

Le modèle 'phase-field' a été introduit au début des années 80 comme une approche pour la modélisation de la solidification d'un métal pur fondu [Fix, 1983]. La principale différence entre ce modèle et les autres, est qu'il considère une interface relativement large entre deux phases (ou deux grains, par exemple). 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 modèles actuels [Tirake el al., 1998 ; Chen et Yang, 2002] sont basés sur la théorie de la diffusion à l'interface de Cahn et Hilliard [Cahn et Hilliard, 1958].

Le modèle (PF) est un modèle thermodynamique, dans lequel la microstructure (grains et joints de grains) est représentée par une carte de variables de champ continu (ou paramètres d'ordre) η_i ($i = 1, 2, \dots, p$) où p est le nombre d'orientations possibles, projetée sur un réseau discret de mailles (Fig. II-7). Les valeurs η_i varient de façon continue. Dans le matériau réel la valeur de p peut aller à l'infini. Cependant, pour un nombre fini de p , la modélisation de la croissance des grains peut être réalisée avec succès [Fan et al., 1997c]. A l'intérieur de chaque grain, une seule variable η_i n'est égale pas à zéro, cela peut être interprété par l'appartenance exclusive et complète de ce site à ce grain. Cependant, η_i varie continuellement de 0 à 1 pour les sites trouvant dans la zone du joint de deux grains (Fig. II-6). Cela signifie que ces sites appartiennent partiellement à ces deux grains et non pas à d'autres grains [Tirake et al., 1998].

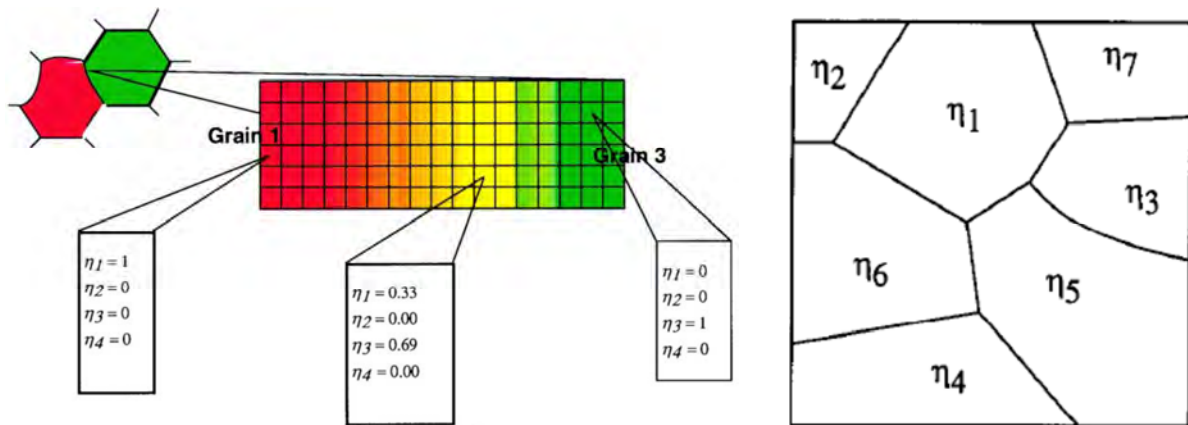


Fig. II-7 : Représentation de la microstructure dans le modèle PF et changement des variables de champs dans la zone du joint de grains [Tirake et al., 1998].

La force motrice (F) pour l'évolution de la microstructure est la réduction de l'énergie libre du système. L'évolution spatiale et temporelle des variables du champ d'orientation η_i est donnée par l'équation de Ginzburg-Landau [Tirake et al., 1998] :

$$\frac{\partial \eta_i(r, t)}{\partial t} = L_i \frac{\delta F(r, t)}{\delta \eta_i} \tag{II-21}$$

L_i est le coefficient phénoménologique d'Onsager. C'est un coefficient de cinétique qu'on peut l'exprimer en fonction de la désorientation pour l'incorporation de l'anisotropie de mobilité.

Le premier modèle en croissance normale a été proposé par Chen et Yang [Chen et Yang, 1994], dans lequel les grains d'orientations cristallographiques différentes sont

représentés par un ensemble de variables de champs. Ensuite, ce modèle a été largement appliqué à la simulation de la cinétique de croissance des grains en 2D [Fan et Chen, 1997a ; Fan et al., 1997b ; Fan et Chen, 1997c] et en 3D [Krill et Chen, 2002].

Les résultats des simulations (PF) de croissance normale des grains en 2D sont en agreement avec la théorie et ceux des autres modèles [Tirake et al., 1998 ; Chen, 2002]. Les modèles PF peuvent également intégrer l'effet anisotrope d'énergies et des mobilités des joints de grains et l'effet du plan du joint [Kazaryan et al., 2001]. Ces modèles de calcul sont très exigeants et limités à des simulations en 2D.

II-4-5- La méthode Monte Carlo

II-4-5-1- Introduction

Les méthodes dites Monte Carlo sont des procédés utilisant le hasard pour résoudre des problèmes déterministes. Elles consistent à "substituer à un problème non probabiliste difficile à résoudre, un problème plus simple, de nature aléatoire, dont la solution relève du calcul des probabilités" [Brezinski, 1990]. Les paramètres du procédé aléatoire sont égaux à ceux du problème et sa statistique est basée sur une analogie avec le problème considéré. Les méthodes de Monte Carlo reposent donc sur l'analogie entre deux problèmes de nature différente. La précision du résultat dépendra de la précision de l'analogie [Réglé, 2006].

II-4-5-2- Historique

La méthode Monte Carlo (MC) apparaît avec les débuts de l'informatique (à partir de 1945). Les précurseurs ont été Stanislaw Ulam, Enrico Fermi, Nicholas Metropolis et John Von Neumann. L'appellation 'Monte Carlo' est de Metropolis, inspiré par l'intérêt d'Ulam au poker, pendant le Projet Manhattan de la Seconde Guerre mondiale. Monte Carlo est la capitale de Monaco et centre mondial du jeu. Le lien entre la méthode MC et le jeu est dû à l'utilisation des algorithmes basés sur des nombres aléatoires [Rollett et Monohar, 2004]. Cette technique est simple et flexible, elle est utilisée dans un large domaine de simulations de systèmes physiques et mathématiques. Pour prouver la simplicité et l'efficacité de cette méthode, un problème mathématique est utilisé : la MC peut calculer l'aire d'un cercle inscrit dans un carré, par exemple. L'algorithme utilisé pour résoudre ce genre de problème est décrit comme suit :

1- générer aléatoirement un point dans le carré ;

- 2- si le point est à l'intérieur du cercle, la somme des points à l'intérieur du cercle est incrémentée de 1 ;
- 3- retourner à l'étape 1 jusqu'à un nombre défini de tentatives ;
- 4- calculer la surface du cercle, en utilisant la relation suivante :

$$S_{\text{cercle}} = S_{\text{carré}} \frac{\text{nombre de points dans le cercle}}{\text{nombre total de points}} \quad (\text{II-22})$$

Cet algorithme peut être utilisé également pour résoudre des intégrales limitées. Il existe d'autres méthodes plus efficaces et plus précises que la méthode MC pour ce type d'intégrales. Cependant, cette dernière donne de meilleurs résultats pour les calculs des intégrales des systèmes ayant plus de dix degrés de liberté [Pang, 1997].

La méthode MC a été utilisée aussi, en physique statistique, pour simuler le comportement des matériaux magnétiques (le modèle d'Ising). Ce modèle est une description simple de la magnétisation des matériaux par une collection de spins magnétiques ayant un état parmi deux possibles (+1 ou -1) (Fig. II-8).

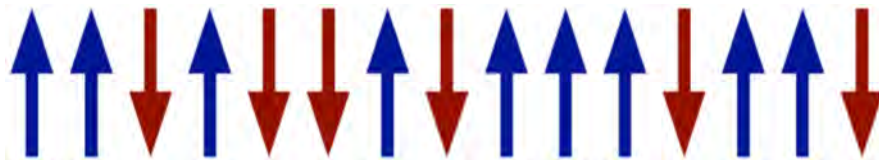


Fig. II-8 : Modèle d'Ising unidimensionnel pour la magnétisation des matériaux

La probabilité pour que le système soit dans un état donné est décrite par la relation canonique suivante :

$$P_i = \frac{1}{Z} \exp\left(\frac{-E_i}{k_B T}\right) \quad (\text{II-23})$$

k_B est la constante de Boltzmann et Z la fonction de partition qui est définie par :

$$Z = \sum_i \exp\left(\frac{-E_i}{k_B T}\right) \quad (\text{II-24})$$

L'énergie associée à chaque état est:

$$E_i = \frac{J}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^z (1 - \delta_{S_i S_j}) + H(S_i) \quad (\text{II-25})$$

Où J est l'énergie d'interaction entre deux spins voisins, N le nombre totale des spins, z le nombre des proches voisins, H l'énergie d'un champ magnétique externe, δ est le Kronecker, S_i est le spin du $i^{\text{ème}}$ site.

La magnétisation m du system a la forme suivante :

$$m = \tanh[\beta(zJm + H)] \quad (\text{II-26})$$

Où $\beta=1/k_B T$

La résolution numérique de cette équation permet l'obtention de la valeur de m , l'état d'équilibre dépendra fortement des valeurs de J et T . L'algorithme ci-dessous peut être utilisé pour les simulations basées sur le modèle d'Ising [Landau et al., 2000] :

- 1- choisir aléatoirement un site i ;
- 2- calculer la variation de l'énergie associée au changement de spin du site i , en utilisant l'équation (II-25) ;
- 3- calculer la probabilité P associée au changement de spin :

$$P(\Delta E) = \begin{cases} 1 & \text{if } \Delta E \leq 0 \\ \exp\left(\frac{-\Delta E}{k_B T}\right) & \text{if } \Delta E > 0 \end{cases} \quad (\text{II-27})$$

- 4- générer aléatoirement un nombre compris entre 0 et 1;
- 5- si $r < P$, le changement de spin est accepté ;
- 6- incrémenter le temps ;
- 7- aller à l'étape 1 jusqu'à atteindre l'état d'équilibre (l'énergie globale est minimale)

Pour un système proche de l'état de l'équilibre ou à basse température, la probabilité de changement de spin diminue considérablement. Cela influe sur le temps de calcul à cause des multiples tentatives inutiles de changement de spin. Cette faiblesse du modèle d'Ising a été compensée par le 'n-fold way' modèle [Bortz et al., 1975]. Le principal objectif de l'algorithme n-fold est de trouver la probabilité de transition de spin pour chaque site avant de choisir le site à réorienter. A titre d'exemple, pour un modèle d'Ising en 2D, défini sur un réseau carré, avec la considération du quatre plus proches voisins, il ya 10 probabilités distinctes de transition (ou 10 classes). La figure (II-9) montre les 10 configurations possibles de spins avec l'énergie et la probabilité du changement de chacune.

L'algorithme 'n-fold way' peut prendre la forme suivante [Novotny, 1995]:

- 1- générer un nombre aléatoire r ;

2- choisir la classe k qui satisfait la condition : $Q_{k-1} < rQ_n < Q_{k+1}$

Où : $Q_n = \sum_{j=1}^n n_j p_j$, n est le nombre de classes (ici 10), n_j le nombre de sites dans la jème

classe et p_j la probabilité de réorientation de spin pour cette classe.

- 3- choisir au hasard un des sites de la classe k ;
- 4- réorienter le spin du site choisi ;
- 5- mettre à jour la classe du spin choisi et celles de ces voisins ;
- 6- déterminer Q_n ;
- 7- passer à l'étape 1 jusqu'à ce que l'état d'équilibre soit atteint.

L'algorithme ci-dessus choisit les classes en fonction de leurs poids. Les sites des classes de probabilité p élevée seront choisis plus souvent. Les classes de p=0 ne sont pas choisies. Cette approche élimine le problème du rejet de MC classique.

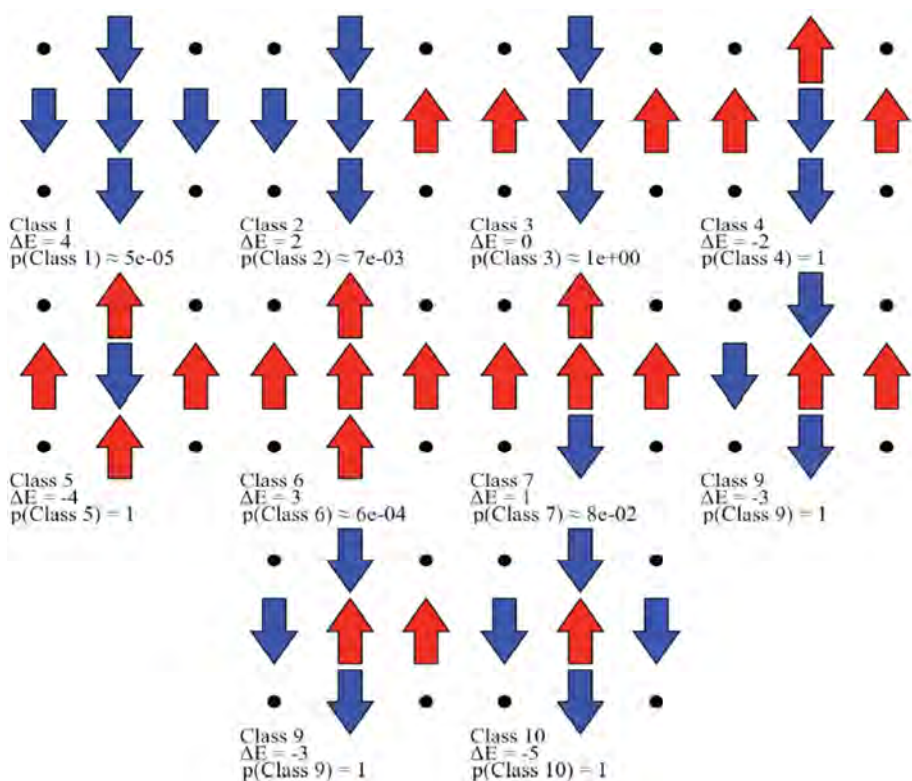


Fig. II-9 : 10 configurations distinctes d'un modèle d'Ising en 2D avec les 4 plus proches voisins [Raabe, 2004]

II-4-5-3- La méthode Monte Carlo en croissance de grains (le modèle de Potts)

L'origine de la simulation de croissance de grains par la méthode Monte Carlo est le modèle de Potts destiné à l'évolution des domaines magnétique [Potts, 1952]. Cette technique a été appliquée au phénomène de croissance dès le début des années 80 [Anderson M.P. et al., 1984

et Srolovitz D.J. et al., 1984 ; Anderson M.P. et al., 1985 ; Grest et al., 1985 ; Rollett et al., 1989]. Dans cette méthode, une microstructure continue est discrétisée en un réseau bi-dimensionnel (carrée ou triangulaire en 2D) ou tri-dimensionnel (cubique par exemple en 3D) de sites (Fig. II-10), auquel on attribue un numéro qui correspond à l'orientation du grain dans lequel il se trouve (Fig. II-11).

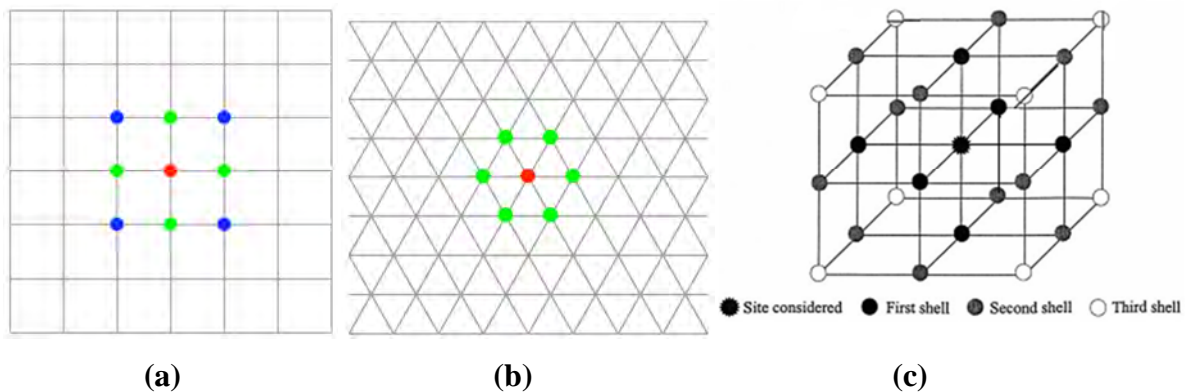


Fig. II-10 : Mailles utilisées pour la discrétisation de la microstructure :

(a) maille carrée, (b) maille triangulaire, (c) maille cubique simple (en 3D).

On considère qu'il y a un joint de grains entre les sites adjacents dont les numéros sont différents et qu'ils sont la source de l'énergie du système. L'évolution de la microstructure est simulée en permettant la réorientation de sites à partir du moment où celle-ci diminue l'énergie globale ou la laisse inchangée [Rollett et Monohar, 2004].

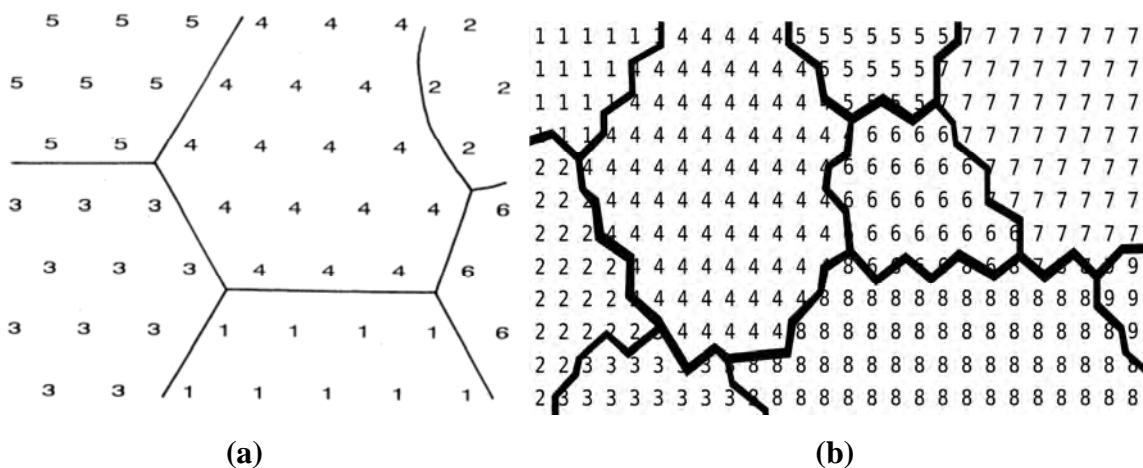


Fig. II-11: Discrétisation de la microstructure en un réseau régulier sur la base d'une maille :

(a) hexagonale, (b) carrée [Holm et Battaile, 2001]

L'algorithme de base qui résume les étapes de calcul en simulation 2D est :

- 1- Générer un état initial de N sites en attribuant à chaque site i un numéro (spin) S_i ou une orientation Q_i ($\varphi_1, \varphi, \varphi_2$).
- 2- choisir un site au hasard parmi les N sites.
- 3- calculer son énergie, elle est donnée par la relation suivante :

$$E_i = J \sum_{j=1}^n (1 - \delta_{S_i S_j}) \quad (\text{II-28})$$

n est le nombre de voisin, J est l'énergie par unité de surface du joint de grains, S_i et S_j sont les indices des grains (spins) i et j, δ est le Kronecker. Cette relation signifie que : $E=0$ si les sites i et j appartiennent au même grain, sinon $E=J$.

- 4- Choisir un autre site au hasard parmi les n voisins du site i.
- 5- Calculer la variation d'énergie ΔE pour le changement d'orientation de i à j.
- 6- Calculer la probabilité P associée à la réorientation du site i :

$$P(\Delta E) = \begin{cases} 1 & \text{if } \Delta E \leq 0 \\ \exp\left(\frac{-\Delta E}{k_B T}\right) & \text{if } \Delta E > 0 \end{cases} \quad (\text{II-29})$$

Où T est la température de simulation, c'est la température du réseau, elle représente les fluctuations thermiques dans le système.

- 7- générer aléatoirement un nombre r, compris entre 0 et 1;
- 8- si $r \leq P$, la réorientation du site i est accepté. Le changement d'orientation signifie le mouvement du joint de grain.
- 9- répéter la procédure pour un autre site.

Un pas Monte Carlo (1 MCS) est atteint lorsque le nombre de tentatives de réorientation est égal au nombre de sites.

Généralement, pour minimiser les effets de taille finie, on fait croire au système qu'il fait partie d'un cristal plus grand en utilisant des conditions aux limites périodiques. Cette procédure considère la continuité de voisinage d'un site trouvant sur un bord de la matrice, comme le montre la figure (II-12).

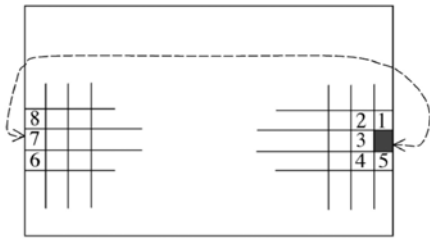


Fig. II-12 : Conditions aux limites périodiques d'un site situé sur le bord de la matrice

La méthode de Monte Carlo a été largement utilisée et avec succès dans les études de la recristallisation primaire et la croissance normale et anormale de grains [Tarasiuk et al., 2002 ; Ivashishin et al., 2003 ; Afer et al., 2004 ; Chun, 2006 ; Gruber et al., 2009 ; Ayad et al., 2013]. Du fait de sa simplicité et sa flexibilité, cette technique a été modifiée pour élargir son application aux 3D [Yu et Esche, 2003; Yu et al., 2005]. La comparaison des résultats des simulations de 3D à ceux de 2D, à travers des sections 2D, montre des évolutions presque identiques en termes de tailles moyennes des grains et distributions des tailles de grains [Miodownik et al., 2000]. Cette méthode a été également utilisée pour simuler l'effet des particules d'une deuxième phase sur la croissance des grains en 2D et 3D (l'effet Zener) [Soucaïl et al., 1999 ; Miodownik et al., 2000].

Les microstructures d'entrée pour les simulations peuvent être obtenues à partir des mesures expérimentales (cartographies EBSD) [Baudin et al., 1999 ; Demirel et al., 2001] ou synthétisées en utilisant des algorithmes spécialisés qui reproduisent des caractéristiques similaires à celles obtenues expérimentalement. Plusieurs travaux ont utilisé cette dernière approche pour générer des textures et des fonctions de distribution des désorientations (MDF) afin de les implanter dans leurs modèles et étudier leurs évolutions au cours de la croissance de grains en 2D et 3D [Holm et al., 2001, Gruber et al., 2009]. Dans nos simulations, nous avons utilisé une version modifiée de la technique Monte Carlo pour la simulation de la croissance des grains en 2D, à partir des données d'entrée obtenues par EBSD, nous en détaillons le principe dans le chapitre (V).

Références bibliographiques

- Abbruzzesse G., Lucke K. & Eichlkraut H., Proceeding of 7th Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science (1986) 303.
- Abbruzzesse G., Lucke K. and Heckelmann I. *Matr. Sci. For.* 3 (1992) 94.
- Abbruzzesse G. and Lucke K., *Acta Metal.* 34 (1986) 905.
- Afer H., Rouag N., Penelle R., *Journal of Crystal Growth* 268 (2004) 320-327.
- Anderson M.P., Grest G.S. and Srolovitz D.J., *Scripta metall.* 19 (1985) 225.
- Anderson M.P., Srolovitz D.J., Grest G.S., and Sahni P.S., *Acta Metallurgica* 32 Baudin, T., (5)(1984)783-791.
- Paillard P., et al. *Scripta Materiala* 40(8) (1999) 1111-1116.
- Bortz B., Kalos M.H. and Lebowitz J.L., *Journal of Computational Physics*, 17 (1975) 10-18.
- Brakke K., *The Motion of a Surface by its Mean Curvature*, Princeton University Press, New Jersey (1978).
- Brezinski C., *AFCET/Interfaces* 93(1990) 11.
- Burke J. E., Turnbull D., *Proc. Metal. Phys.* 3, (1952) 220.
- Cahn J. W. and Hilliard J. E., *Journal of Chemical Physics* 28 (1958) 258-267.
- Carel R., Thompson C.V., Frost H.J., *Acta Mat.* 44 (1996) 2479–2494.
- Chen L.Q., Yang W., *Phys. Rev. B* 50 (1994) 15752-56.
- Chun Y.B., Semiatin S.L. and Hwang S.K., *Acta Materialia*, 54 (2006) 3673-3689.
- Demirel M.C., Kuprat A.P., George D.C., El-Dasher B.S., Straub G.K., Rollett A.D., *Proc. of the 1st Int. Con. on Rec. and G. G.*, Springer-Verlag, Berlin, 1 (2001)297-302.
- Fan D., Chen L.Q., *Philos. Mag. Lett.* 75 (1997a) 187-96.
- Fan D., Geng C.W., Chen L.Q. *Acta Mater.* 45 (1997b) 1115-26.
- Fan D., Chen L.Q., *Acta Mater.* 45 (1997c) 611–22.
- Fix G.J., *Theory Appl.* 2 (1983) 580.
- Fuchizaki K., Kusaba T. and Kawasaki K., *Philosophical Magazine Part B* 71 (1995)333-357.
- Grest G.S., Srolovitz D.J., Anderson M.P., *Acta metal.* 33 (1985) 509.
- Gruber J., Miller H.M., Hoffmann T.D., Rohrer G.S., Rollett A.D., *Acta Materialia* 57 (2009) 6102-6112.
- Harase J., Shimizu R., Takashima K. and Watanabe T., *ISIJ* 27, 12, 965 (1987).
- Harase. J.and Shimizu. R, *Trans. JIM* 29 (1988) 388.
- Haslam A.J., Phillpot S.R., Wolf D., Moldovan D., Gleiter H., *Materials Science and Engineering A* 318 (2001) 293-312.

- Hesselbarth H. W. and Göble I. R., *Acta metal.*, 39 (1991) 2135.
- Hillert M., *Acta Met.*, 13, 227 (1965).
- Holm E.A. and Battaile C.C., *Journal of Microscopy* 53 (2001) 20-23.
- Holm E.A., Hassold G.N., Miodownik M.A., *Acta Mater.* 49(15)(2001) 2981–91.
- Humphreys F. J. and Hatherly M., *Recrystallization and related annealing phenomena*, second edition, Elsevier, Oxford (2004).
- Hunderi O., Ryum N., Westengen H., *Acta metall.* 79, (1979) 161-165.
- Hunderi. O , Ryum. N, *Acta metall.* 30 (1982) 739.
- Hunderi. O and Ryum. N, *Acta metall.* 29 (1981) 1737-1745.
- Ivasishin O.M. and Shevchenko S.V. and Vasiliev N.L. and Semiatin S.L., *Acta Materialia* 51
- Janssens K.G.F., Vanini F., Reissner J.N., *Adv. Engng. Mater.* 4 (2002) 200-202.
- Kazaryan A., Wang Y., Dregia S.A., Patton B.R., *Phys. Rev. B* 63 (2001).
- Krill C.E., Chen L.-Q., *Acta Materialia* 50 (2002) 3057–3073.
- Chen L.Q., *Annu. Rev. Mater. Res.* 32 (2002) 113–140.
- Landau D. P., Ferrenberg A.M. and Binder K., *Braz. J. Phys.*, 30 (2000) 748-753.
- Maurice C., *Proceedings of the First Joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth*, vol. 1, Springer-Verlag, Berlin, (2001) 123–134.
- Miodownik M., Holm E.A., Hassold G., *Scripta Materiala* 42 (2000)1173-1177.
- Mulins W. W., *J. App. Phys*, 27 (1956) 908.
- Novotny M.A., *Phys. Rev. Lett.* 74 (1995) 1-5.
- Pang T., *Introduction to Computational Physics*, Cambridge University Press (1997).
- Piekos K., *Modelling of recrystallization in metals - kinetics, evolution of texture and microstructure* (2006).
- Potts R.B., *Proc. Cambridge Philosophical Society* 48 (1952) 106-109.
- Raabe D., *Continuum Scale Simulation of Engineering Materials: Fundamentals-Microstructures - Process Applications*, Wiley, John & Sons, Incorporated (2004).
- Raabe D., *Phil. Mag. A* 79 (1999) 2339–2358.
- Réglé H., H.D.R, Université Paris 13, 2006.
- Rollett A.D. and Manohar P., *The Monte Carlo Method* (2004).
- Rollett A.D., Raabe D., *Comput. Mater. Sci.* 21 (2001) 69-78.
- Rollett A.D., Srolovitz D.J. and Anderson M.P., *Acta Metall.*, 37 (1989) 1227.
- Rouag. N, Vigna. G and Penelle. R, *Acta Metall.* 38 (1990) 1101.
- Rouag. N, Vigna. G and Penelle. R, *Seventh RISO Int. Sym. On Metallurgy and Materials*

- Science, 521 (1986).
- Sawina G., Modelling recrystallization and grain growth in hexagonal materials, these de Ph.D, Krakow (2008).
- Smith C.S., Seminar Report, (Cleveland, Ohio: American Society for Metals). Metal Interfaces (1952) 65.
- Soares A., Ferro A. C. and Fortes M. A., Scripta Metallurgica 19 (1985) 1491-1496.
- Soucail M., Messina R., Cosnuau A., Kubin, L.P., Material Science and Engineering A 271 (1) (1999) 1-7.
- Srolovitz D.J., Anderson M.P., Sahni P.S., Grest G.S.. Acta Metall. 32 (5) (1984) 793-802.
- Tarasiuk J., Gerber Ph., Bacroix B. and Piekos K., Mat. Sci. For. 408-412 (2002) 395-400.
- Tikare V., Holm E.A., Fan D., Chen L.-Q., Acta Materialia 47(1) (1998) 363–371.
- Von. Neumann J., "Metal interfaces", Am. Soc. Metals, Cleveland, Ohio (1952).
- Weygand D., Brechet Y., Lepinoux J., Acta Mat. 47 (1999) 961–970.
- Weygand D., Y. Brechet, Lepinoux J., Adv. Engng. Mater. 3 (2001) 67-71.
- Yu Q., Wu Y. and Esche, S. K., Metall. and Mater. Trans. A 36A (2005) 1661-1666.
- Yu V., Acta metall., 26 (1978) 1739.
- Yu, Q. and Esche S. K., Materials Letters 57 (30)(2003) 4622-4626.

Chapitre III

Matériaux et techniques

INTRODUCTION

Dans ce chapitre nous présentons le matériau étudié et les démarches suivies pour la mise en œuvre des manipulations et pour l'exploitation des résultats expérimentaux. Les techniques expérimentales mises en œuvre sont la diffraction des RX (DRX) et la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Nous rappelons en premier lieu leurs principes de base et les différentes conditions de mesure des textures et les traitements de données utilisées afin de permettre une meilleure lecture des résultats et des figures qui en sont issus. On traitera également la détermination de taille de grains à partir des cartographies obtenues à partir des mesures EBSD. En fin de ce chapitre, nous présentons les différentes méthodes utilisées pour l'estimation de la fraction recristallisée.

III-1- MATERIAU ETUDIE

III-1-1- Aciers IF

Les aciers à basse teneur en carbone sont des aciers de structure ferritique (structure cristallographique cubique centrée), généralement assez peu alliés (moins de 2% d'éléments autres que du fer) et contenant moins de 1% de carbone ou d'azote. On distingue les aciers calmés à l'aluminium (Al-K), des aciers sans interstitiels (IF), voire des ultra-bas-tout, par leur teneur en interstitiels (C ou N) en solution solide et leur teneur globale en élément d'alliage. Ces aciers à basse teneur en carbone sont très largement utilisés dans l'industrie de l'automobile (pour les pièces de peau) et l'industrie de l'emballage (notamment pour les boîtes de boisson). La recristallisation intervient principalement lors de deux étapes de leur processus d'élaboration : lors du laminage à chaud de la tôle à chaud (dans le domaine austénitique) et lors du recuit qui suit le laminage à froid.

IF pour « Interstitiel Free » signifiant que les interstitiels sont piégés par des éléments d'alliage substitutionnels, ayant une forte affinité pour le carbone ou l'azote (Titane, Niobium, Vanadium). Ces aciers sont, à la base, des Al-K ayant subi un traitement poussé de décarburation et dénitruration (notamment par injection d'oxygène) lors de l'élaboration à l'aciérie. Ils ont été développés pour produire une tôle d'acier non vieillissante. Le carbone forme des carbures plus ou moins simples avec l'élément d'alliage ajouté, au cours du bobinage ou pendant le recuit en continu [Réglé, 2006].

III-1-2- Composition chimique

L'acier étudié est fourni par ArcelorMittal de Maizières-lès-Metz (France). Sa composition chimique est reportée dans le tableau III-1.

Tableau III-1: Composition chimique de l'acier étudié.

Element	C	Mn	P	S	N	Si	Cu	Ni	Cr	Al	Ti	Fe
%wt 10^{-3}	8	196	4	10	3.1	4	7	18	14	41	97	bal.

L'épaisseur de la tôle laminée à chaud est 2.7 mm et celle de la tôle laminée à froid est 0.68 mm (75% de réduction).

III-2- PREPARATION DES ECHANTILLONS

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 μ m). Les microstructures sont révélées au nital 2% (acide nitrique (HNO₃) d = 2% dans l'éthanol). La microscopie optique a servi également au contrôle des préparations pour le MEB.

Pour l'analyse des textures par rayons X, il suffit de polir mécaniquement les échantillons. 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'érouissage 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 des diagrammes de diffraction.

Le polissage électrolytique des échantillons est effectué pendant une trentaine de secondes dans le bain suivant :

- 120 ml d'eau
- 700 ml d'éthanol.
- 100 ml d'éther monobuthylique de l'éthylène glycol.
- 78 ml d'acide perchlorique.

Avec: V=30V et T= 0°C.

Nous avons utilisé alternativement avec le polissage électrolytique, 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 diamant.

III-3- ANALYSE DES TEXTURES CRISTALLOGRAPHIQUES

La technique la plus généralement utilisée pour mettre en évidence la texture cristallographique est la diffraction des RX [Wassermann et Grewen, 1962 ; Bunge, 1982]. On utilise aussi la diffraction des neutrons, pour les textures globales [Dervin, 1978], la diffraction électronique, et celle des électrons rétrodiffusés, pour la détermination des textures locales [Dingley, 1988 ; Dingley et Baba-Kishi, 1990]. Dans notre travail nous avons utilisé la diffraction des rayons X et la diffraction des électrons rétrodiffusés.

III-3-1- Mesure des Textures par Diffraction des rayons X (DRX)

III-3-1-1- Principe

La diffraction des RX est basée sur la loi de Bragg qui donne, pour une famille donnée de plans cristallographiques de distance interréticulaire (d), la relation pour qu'il y ait diffraction entre l'angle d'incidence du faisceau par rapport aux plans considérés (θ) ou angle de Bragg, sa longueur d'onde (λ) est :

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

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

La détermination de la texture par diffraction de RX 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 $P_{h_i}(y)$ qui correspond à la fraction volumique de cristallites dont la normale h_i au plan (hkl) est parallèle à une direction y du repère de l'échantillon (Eq.III-2).

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{h_i}(y) \quad \text{(III-2)}$$

La mesure des textures cristallographiques utilise la méthode dite de Schulz [Schulz, 1949]. 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. III-1). Dans ce même plan horizontal, le détecteur de photons X est positionné dans une direction faisant un angle 2θ par rapport au

faisceau incident de RX. La valeur de l'angle θ est liée à la distance des plans réticulaires sur lesquels on mène l'expérience de diffraction par la relation de Bragg (Eq. III-1).

Une intensité proportionnelle à la densité des pôles (hkl) pointant dans la direction y est détectée lorsque par des mouvements de rotation combinés au goniomètre, on fait coïncider la direction 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 φ , et par une seconde rotation de déclinaison d'angle χ . La déclinaison est généralement limitée à 80° 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 (χ, φ), le compteur détecte une intensité $I_{hi}(y)$ (nombre de coups par unité de temps) proportionnelle à la densité de pôles $P_{hi}(y)$. Les intensités diffractées correspondant aux pôles (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 diffracté requiert la correction des données brutes, entachées d'erreurs [Gey, 1997]. La densité de pôles est proportionnelle à l'intensité corrigée des effets de défocalisation et de bruit de fond par le coefficient de normalisation N_i :

$$P_{hi}(y) = N_i I_{hi}(y) \quad \text{(III-3)}$$

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

$$P_{h_i}(y) = \int_{h_i//y} f(g) dg \quad \text{(III-4)}$$

Le symbole ($h_i//y$) indique que l'intégrale est calculée pour tous les cristallites dont les normales $\langle h_i \rangle$ aux plans {hkl} sont parallèles à une direction $\langle y \rangle$ dans le repère de l'échantillon [Bunge, 1969].

Le calcul de la FDOC à partir des valeurs des figures de pôles mesurées utilise la méthode Harmonique, avec un développement jusqu'à l_{\max} (en général égal 34), un calcul des parties paire et impaire ainsi qu'une procédure pour assurer la positivité [Wagner et al., 1996]. 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.

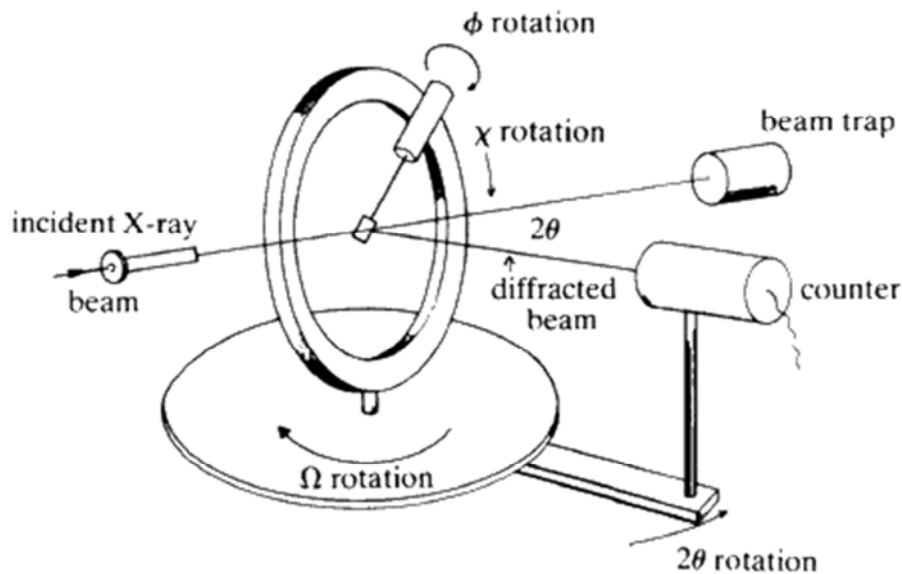


Fig. III-1 : Un diffractomètre à 4 cercles.

III-3-1-2- Conditions de mesure

Pour les aciers de structure cubique centrée, les figures de pôles correspondant aux plans $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ sont mesurées approximativement aux angles 2θ de $33,1^\circ$, $47,5^\circ$ et 59° , respectivement. Les mesures des figures de pôles $\{200\}$, $\{110\}$ et $\{112\}$ sont réalisées sur un goniomètre de texture d'un diffractomètre à 4 cercles (Fig. III-1). Dans ce dispositif, un tube de rayons X envoie un faisceau monochromatique de type cobalt sur l'échantillon, sous une tension de 40 KV et un courant de 30 mA. Lors de l'essai, l'échantillon peut subir des rotations sur le cercle d'Euler. Il est soumis à deux mouvements de rotation : la rotation polaire χ et la rotation azimutale ϕ . Les déplacements angulaires se font par pas de $\Delta\phi = 5^\circ$ pour l'azimut et de $\Delta\chi = 2,5^\circ$ pour l'inclinaison jusqu'à une inclinaison de $\chi_{\max} = 80^\circ$. Les mesures sont ensuite corrigées du bruit de fond et de la défocalisation.

III-3-2- Mesure des orientations locales par EBSD

L'EBS (Electron Back Scattering Diffraction ou diffraction des électrons Rétrodiffusés) est une technique d'analyse mise en œuvre sous microscopie électronique à balayage (MEB) (Fig. III-2). Elle permet de déterminer l'orientation cristallographique de la matière en surface

(profondeur d'interaction de 20 à 30 nm) sur des échantillons massifs [Schwarzer, 1993 ; Schwartz et al., 2009]. Cette technique est un intermédiaire entre la diffraction des rayons RX et la microscopie électronique en transmission [Bunge, 1982]. En effet, la diffraction des RX est une technique d'analyse plus globale (profondeur d'interaction de l'ordre du μm). La microscopie électronique en transmission permet, quant à elle, d'étudier des zones limitées à moins de 3 nm sur une épaisseur de 400 nm sous 300 kV. Ce qui est important surtout est la taille du faisceau qui est de l'ordre de $\sim 1\text{mm}$ pour les RX et $\sim 20\text{ nm}$ pour les électrons.

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 (Fig.III-2). 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 [Black et Higginson, 1999 ; Ayad et al. 2012]

L'EBSD est une méthode d'analyse qui suscite depuis les années 90 beaucoup d'intérêt avec le développement de logiciels permettant l'indexation automatique et rapide des diagrammes de diffraction.

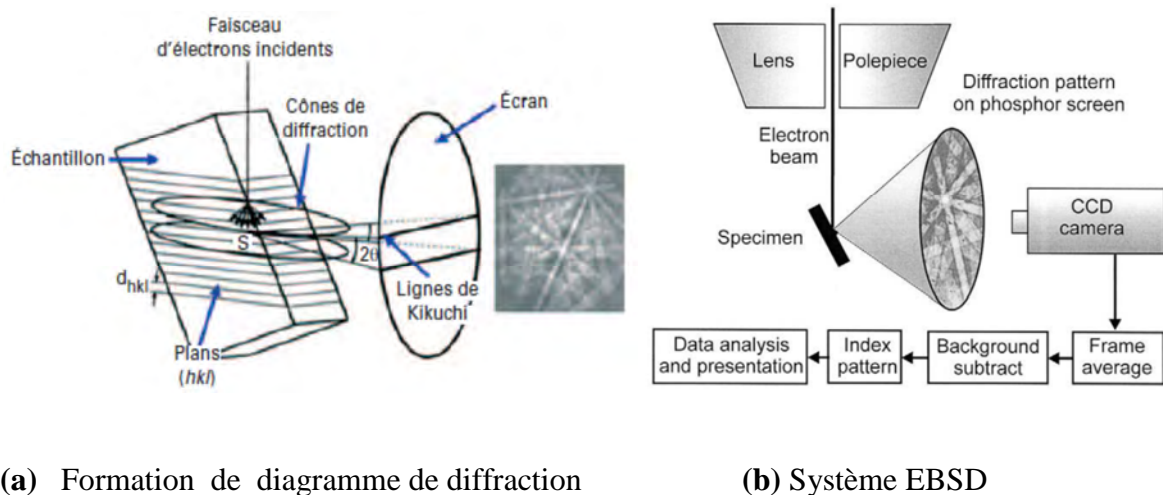


Fig.III-2 : Technique d'analyse par EBSD.

III-3-2-1- Principe de l'EBSD

En microscope électronique, les électrons du faisceau incident sont diffusés élastiquement dans un large domaine angulaire, lorsqu'ils pénètrent dans le matériau et sont la source de nombreux rayonnements. L'EBSD utilise les électrons incidents diffractés par les plans cristallins en position de Bragg. Les électrons diffractés forment des cônes de diffraction, chaque famille de plans formant deux cônes de diffraction symétriques séparés d'un angle 2θ . L'intersection de ces lignes avec un écran plan donne des hyperboles. En pratique, en raison de la taille de l'écran et des cônes de diffraction, on observe des lignes parallèles, appelées lignes de Kikuchi (Fig.III-2a). Les angles entre ces lignes ainsi que leurs largeurs sont caractéristiques d'une structure cristalline donnée. En connaissant la structure cristalline du matériau étudié, la mesure des angles entre les bandes permet de remonter à l'orientation de la zone cristallographique analysée. Les systèmes d'indexation automatique des figures de diffraction permettent d'obtenir des cartographies décrivant les orientations cristallographiques sur de larges zones (Fig. III-2b).

III-3-2-2- Mesure de la taille de grains

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' [Sawina, 2008]. 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° 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 donnée 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 :

$$D_{Eq} = \sqrt{\frac{S}{4\pi}} \quad \text{(III-5)}$$

Un nombre minimal de 200 grains est exigé, sachant que plusieurs paramètres peuvent influencer la détermination de la taille de grains [Humphreys, 2001 et 2004]:

- Les points non-indexés : généralement quand le taux d'indexation diminue à moins de 85 %, la procédure de nettoyage perd son efficacité, ce qui affecte la détection des grains, en particuliers pour les états fortement déformés.
- La calibration : il faut que le système soit bien calibré pour minimiser l'erreur dans le calcul des distances scannées suivant X et Y.
- L'alignement de l'échantillon : il faut que la surface de l'échantillon soit parallèle au plan XOY (plan normal au faisceau) ; après un tilt de 70°, des déviations de 1, 2 et 5° par rapport à ce plan induisent des erreurs de 5, 13 et 35 % respectivement dans le calcul.
- Le pas de mesure : Le pas de mesure varie selon la taille des grains et la plus grande précision est obtenue pour les petits pas ; avec l'augmentation du pas, il y a une possibilité importante de sauter les petits grains. Le choix du pas est donc fonction de la taille des grains et des conditions opératoires. Par exemple, pour la mesure de taille de grains, une précision de 10% est obtenue pour un nombre minimal de 5 pixels par grain ; pour obtenir une précision de 5%, un nombre minimal de 8 pixels par grain est exigé [Ayad, 2005].

III-3-2-3- Distribution de taille de grains

Une microstructure est un ensemble de grains de différentes tailles, il est donc possible de définir une distribution de tailles de grains. De cette façon, on peut représenter le nombre de grains en fonction de leur taille. Une distribution expérimentale de tailles de grains est généralement décrite par une valeur moyenne de la taille de grains $\langle R \rangle$ et une déviation standard σ .

Dans notre cas, nous avons traité avec EXCEL, les données de tailles de grains obtenues à partir de cartographies EBSD, pour créer des histogrammes de distribution de la taille de grains.

III-3-2-4- Distribution des désorientations

Le logiciel Channel 5 permet de calculer la distribution des angles de désorientations entre les pixels constituant la cartographie EBSD (Fig. III-3). La distribution des désorientations est tracée en fréquence relative (nombre de couples de pixels présentant une désorientation donnée divisé par le nombre total de couples de pixels). La distribution des désorientations peut être calculée de différente manière:

- désorientation corrélée : elle est calculée entre un point de mesure et ses voisins. Dans des échantillons déformés ou partiellement recristallisés, la distribution des angles de

désorientation montre des fractions élevées pour les faibles désorientations (inférieur à 15°) et un fort aplatissement pour des grands angles de désorientation ;

- Désorientation non-corrélée : elle est calculée entre deux pixels pris au hasard dans la cartographie d'orientations. Ce type de distribution des désorientations permet de voir l'effet de texture, sans couplage géographique.

Le logiciel de poste traitement Channel 5 de 'HKL TECHNOLOGY' offre la possibilité de comparer les distributions expérimentales des désorientations avec une distribution aléatoire de type Mackenzie [Mackenzie, 1958]

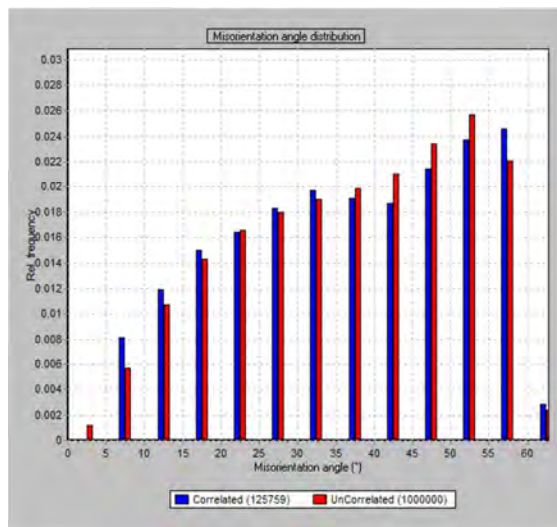


Fig. III-3 : Histogrammes de distributions de désorientations corrélées (en bleu) et non corrélée (en rouge).

III-3-2-5- Avantages des mesures par EBSD

La technique de l'EBSD, contrairement à la technique de diffraction des rayons X, permet de faire diffracter des zones de quelques $(20 \times 20 \times 20) \text{ nm}^3$. L'EBSD permet donc de mesurer l'orientation cristallographique de zones ponctuelles et de mesurer des textures locales. La texture globale est également accessible par EBSD à condition de prendre un certain nombre de précautions concernant le nombre de grains mesurés et leur localisation à la surface de l'échantillon [Wagner et al., 2002].

L'intérêt majeur de ce type d'analyse est de mettre en relation les orientations cristallographiques avec des éléments de la microstructure, comme la taille et l'orientation des grains, l'orientation des grains voisins et la désorientation entre grains. Cette technique permet de plus de distinguer certaines phases qui ont des structures cristallographiques identiques.

Cette technique expérimentale EBSD est devenue un outil indispensable pour la simulation des microstructures. En effet, elle permet, d'une part de fournir des données d'entrées pour la simulation (microstructure, texture, énergie stockée au cours de la déformation,...) et de valider les résultats de simulation en déformation, recristallisation et croissance des grains.

III-3-2-6- Conditions expérimentales

La figure (III-2b) montre les étapes suivies pour déterminer les orientations cristallographiques d'une zone par EBSD. La distance de travail est de 15mm et les échantillons sont tiltés de 70°. Le signal est capturé par un écran de phosphore connecté à une caméra. Le programme d'acquisition qui indexe automatiquement les diagrammes de Kikuchi enregistre dans un fichier pour chaque point de mesure ses coordonnées (x,y), ses angles d'Euler (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2), un indice de qualité BC (contraste de bande) lié à la finesse des diagrammes ainsi que la phase du matériau.

Outre des pointés ponctuels, il est possible d'analyser des surfaces de quelques centimètres carrés, soit en laissant l'échantillon fixe et en déplaçant le faisceau d'électrons, soit en déplaçant l'échantillon à l'aide du logiciel qui pilote la platine du MEB. C'est ainsi que le balayage de la sonde électronique incidente, avec un pas bien choisi, permet d'obtenir des cartographies de différentes orientations des grains présents dans la zone analysée.

Une fois obtenues les cartographies désirées, plusieurs corrections peuvent être apportées selon l'exploitation que l'on veut en faire (Fig.III-4). La première des corrections consiste à supprimer les pixels isolés. En effet, il existe en général de nombreux pixels dont l'orientation différente des autres voisins (Fig.III-4a), i.e. 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.III-4a). 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.III-4b). Ces corrections ont été systématiquement appliquées aux cartographies étudiées.

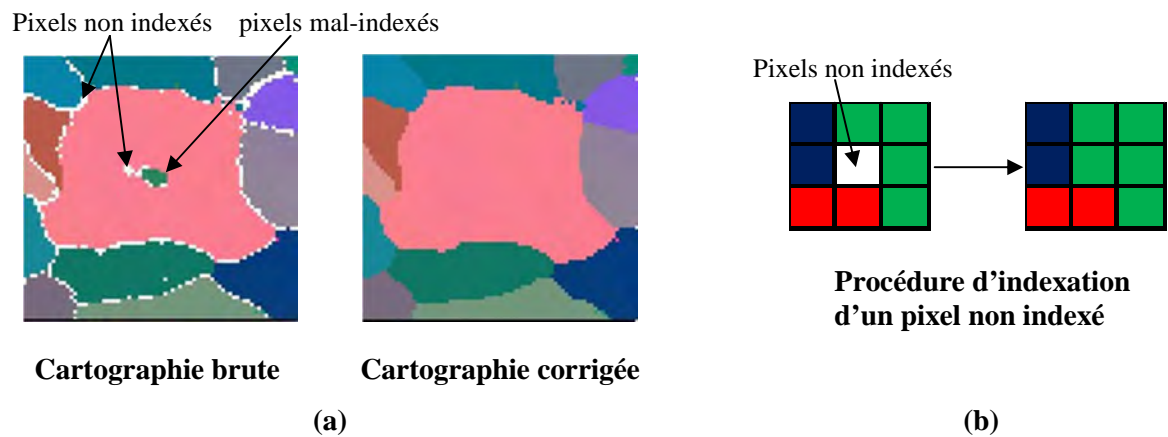


Fig. III-4 : Procédures de nettoyage ‘cleaning’ d’une cartographie d’orientations

III-4- METHODES D’ESTIMATION DE LA FRACTION RECRISTALLISEE

L’étude du phénomène de croissance nécessite la détermination des conditions de l’état recristallisé (recristallisation primaire). Il existe de nombreuses méthodes qui sont dédiées à l’estimation de la fraction recristallisée : classiquement la plus utilisée est la microdureté. Avec l’apparition de l’EBSD, plusieurs méthodes ont été développées. Elles sont basées sur le contraste des bandes de diffraction (ou indice de qualité IQ) et sur les désorientations internes telles que : le GOS (Grain Orientation Spread), le KAM (Kernel Average Misorientation), le GAM (Grain Average Misorientation) et les GND (Geometrically Necessary Dislocations). Dans notre travail, nous avons utilisé la microdureté, l’IQ, le GOS et nous proposons une autre méthode (GOS/D), que nous détaillons dans le § III-4-5 de ce chapitre.

III-4-1- Mesure de Microdureté

Les mesures ont été effectuées en dureté Vickers sur la surface de la tôle, avec une charge de 200g. Pour chaque état, une dizaine de mesures ont été réalisées pour apprécier la dureté moyenne de la tôle. La relation de Vickers est donnée par :

$$HV = 1.8 P / d^2 \quad \text{(III-6)}$$

Où d , exprimée en mm, est la longueur de la diagonale moyenne de l’empreinte.

Une loi des mélanges est ensuite utilisée pour en déduire la fraction recristallisée, elle est donnée par la relation suivante [Dziaszyk et al., 2010] :

$$X_v(\%) = 100 \times \frac{HV_{\max} - HV_{\text{mes}}}{HV_{\max} - HV_{\min}} \quad (\text{III-7})$$

- HV_{mes} est la dureté totale, elle représente la valeur moyenne des duretés mesurées.
- HV_{\min} représente la dureté moyenne de la tôle laminé à chaud c-à-d la dureté de l'échantillon recristallisé.
- HV_{\max} représente la dureté 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.

III-4-2- Représentation en fonction de l'indice de qualité IQ (contraste de bandes BC)

L'indice de qualité (IQ) ou contraste de bandes BC est lié à la netteté des diagrammes de Kikuchi et est, de ce fait, un moyen efficace pour reconstruire la microstructure (Fig. III-5b). Sur une échelle de niveaux de gris, on affecte généralement un pixel blanc aux diagrammes très nets et un pixel noir aux diagrammes flous correspondant par exemple à la focalisation du faisceau sur un joint de grains (Fig. III-5a).

Une analyse plus fine peut être entreprise pour les matériaux partiellement recristallisés dans lesquels, la matrice déformée présentera de faibles valeurs d'IQ, alors que les grains recristallisés, exempts de dislocations, seront caractérisés par de fortes valeurs d'IQ.

Dans ces conditions, via la distribution des valeurs d'IQ, la fraction surfacique de grains recristallisés peut être estimée [Black et al., 1999 ; Tarasiuk, 2002]. Cette quantification est réalisée à partir de l'aire sous la courbe de distribution d'IQ sur une cartographie d'orientations donnée (Fig. III-5c) [Baudin, 2010]. Nous distinguons clairement deux populations de grains de contraste de bandes de qualités bien distinctes. Généralement, la valeur d'IQ qui résulte de l'intersection entre les distributions de ces deux populations représente la valeur limite utilisé pour déterminer les grains recristallisés. La figure (III-6) donne un exemple de l'estimation, par code de couleurs, de la fraction recristallisée de notre acier IF laminé à 75% et partiellement recristallisé. Cette estimation est basée sur la cartographie de la figure (III-5b) et l'histogramme de la distribution du contraste de bandes de la figure (III-5c).

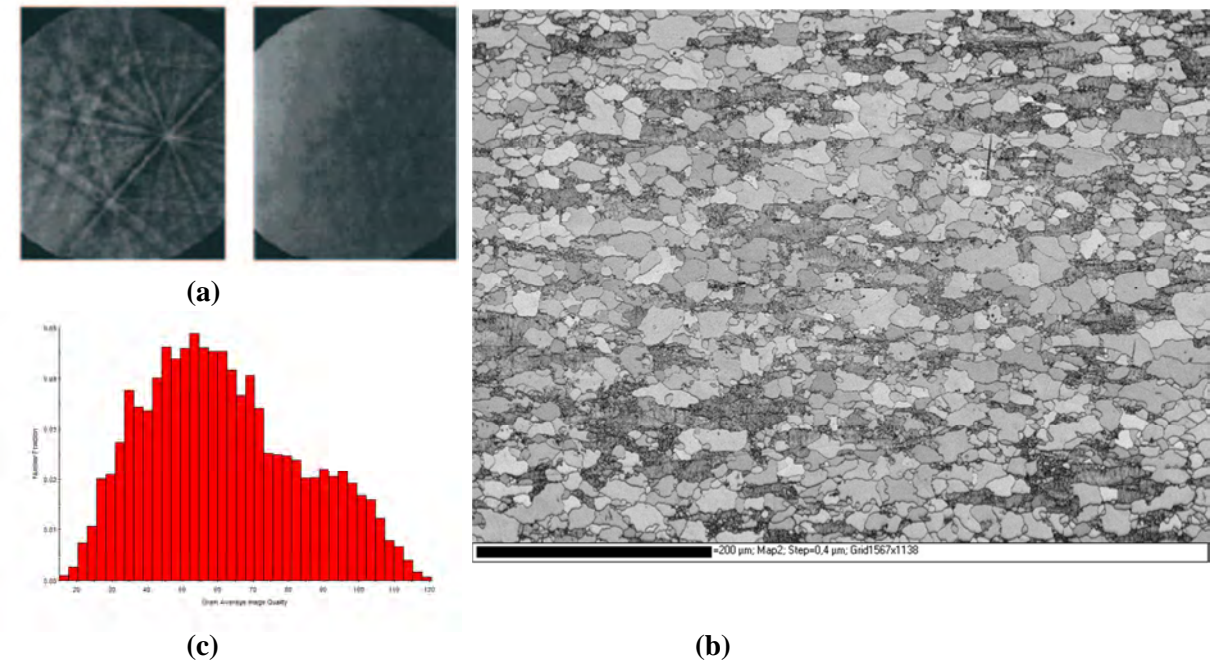


Fig. III-5 : Indice de Qualité (IQ) ou Contraste de Bandes (BC) :

- (a) Exemples de diagrammes de Kikuchi rencontrés dans les zones déformées ou à l'aplomb de joints de grains (diagramme flou) et dans les zones recristallisées (diagramme net).
- (b) Cartographie de BC de l'échantillon IF laminé à 75% et partiellement recristallisé (630°C, 20min), en contraste de gris.
- (c) Distribution de l'indice de qualité.

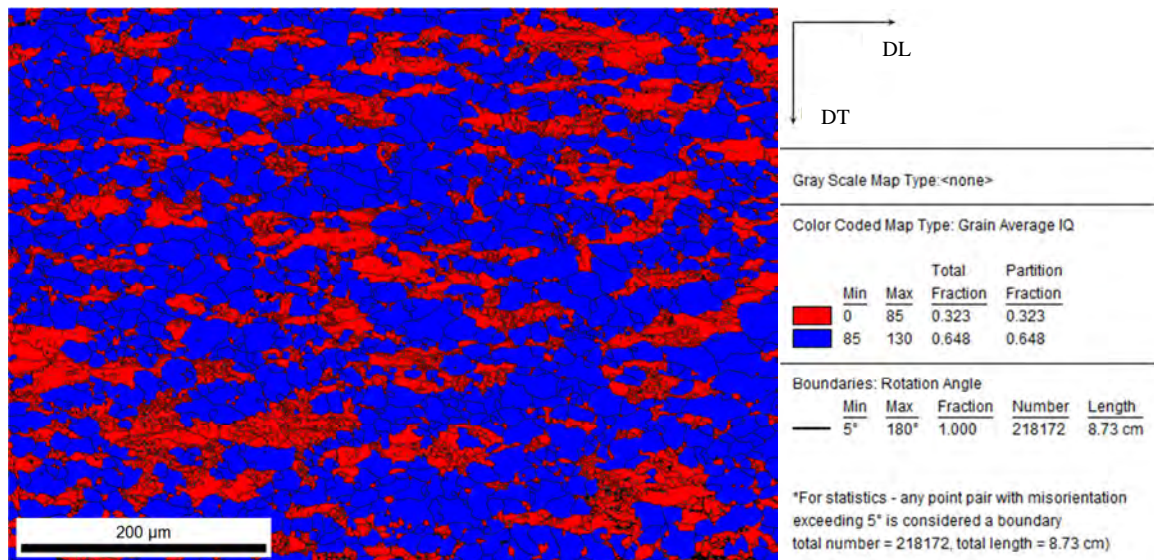


Fig. III-6 : Cartographie de BC de l'échantillon IF laminé à 75% et partiellement recristallisé (630°C, 20min) : les grains en bleu sont recristallisés (avec un critère de 85).

III-4-3- Kernel Average Misorientation (KAM)

Afin de quantifier les désorientations locales dans un grain, on utilise le ‘Kernel Average Misorientation (KAM)’. Le KAM représente la moyenne des désorientations entre le pixel analysé et les pixels du kernel (Fig. III-7) en excluant les désorientations supérieures à un angle limite correspondant à l’angle de désorientation seuil de définition d’un joint de grain [Kerisit et al., 2010].

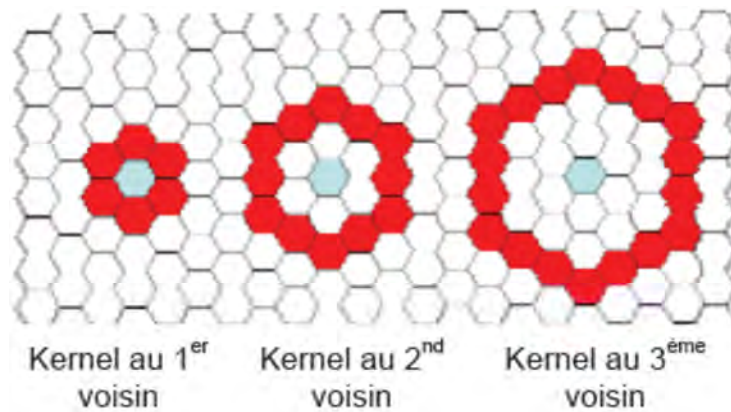


Fig. III-7 : Représentation du « kernel » suivant le nombre de voisins choisi pour un réseau hexagonal [Kerisit et al., 2010].

La moyenne des KAM à l’intérieur d’un grain représente le ‘**Grain Average Misorientation (GAM)**’. Le KAM détecte les variations des désorientations locales à l’intérieur des grains, il est très utile dans les études de restauration. Cependant, les valeurs de KAM sont souvent très dépendantes du pas de mesure dans la cartographie.

III-4-4- Grain Orientation Spread (GOS)

Le ‘Grain Orientation Spread (GOS)’ d’un grain représente la moyenne des désorientations de chaque pixel de ce grain par rapport à son orientation moyenne (Eq. III-8) [Field et al., 2007] :

$$\text{GOS} = \frac{1}{N} \times \sum_{A=1}^N \left\{ \min \left[\cos^{-1} \left(\frac{\text{trace} \left[g_{\text{moy}} \left(h_i g^A \right)^{-1} \right] - 1}{2} \right) \right] \right\} \quad (\text{III-8})$$

- N : nombre total des pixels du grain

- A : numéro du point mesuré dans le grain
- g_{moy} : orientation moyenne du grain
- g^A : orientation de l'A^{ème} pixel à l'intérieur du grain.
- h_i est l'élément de symétrie appropriée qui donne l'angle minimal de désorientation entre l'orientation moyenne et l'A^{ème} point du grain.

Une faible valeur de GOS signifie que le grain a de faibles désorientations internes. Ce qui correspond exactement à la définition d'un grain bien recristallisé. Le GOS d'un ensemble de grains et la valeur moyenne des valeurs de GOS de tous ces grains.

Généralement, pour l'estimation de la fraction recristallisée à partir des valeurs de GOS, un critère d'angle limite allant de 1 à 3° selon les auteurs est utilisé [Field et al., 2007 ; Alvi et al., 2008]. Dans notre cas, nous avons utilisé un critère de 2° ($GOS \leq 2^\circ$) pour déterminer l'état recristallisé d'un grain (Fig. III-8). Pour les grains au sein desquels les désorientations internes sont inférieures à 1°, la variation d'orientation est principalement due à l'imprécision du dispositif EBSD (1° est l'incertitude généralement admise pour la détection d'orientation avec de tels dispositifs).

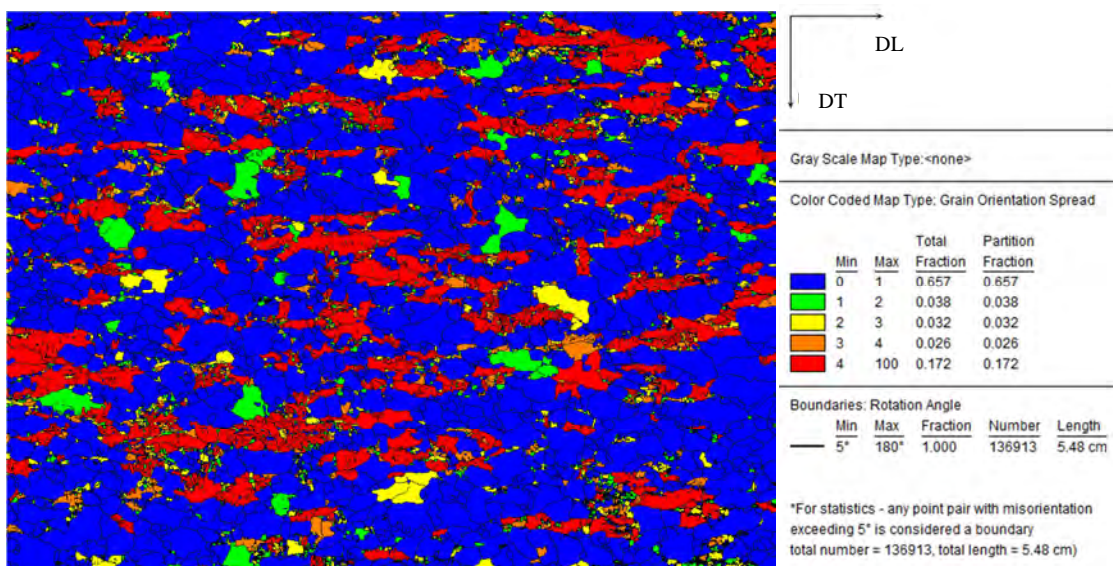


Fig. III-8: Cartographie de GOS de l'échantillon IF laminé à 75% et partiellement recristallisé (630°C, 20min) présentant les valeurs de GOS par un code de couleurs. Les grains bleus, verts et jaunes sont considérés recristallisés (avec un critère de 2°).

La fraction recristallisée est calculée par le rapport de la surface des grains recristallisés sur la surface totale.

L'analyse des cartographies du 'Kernel Average Misorientation' couplée à celle du 'Grain Orientation Spread' permet de différencier recristallisation et restauration et d'observer la compétition qui peut exister entre ces deux phénomènes (Fig. III-9) [Kerisit et al., 2010].

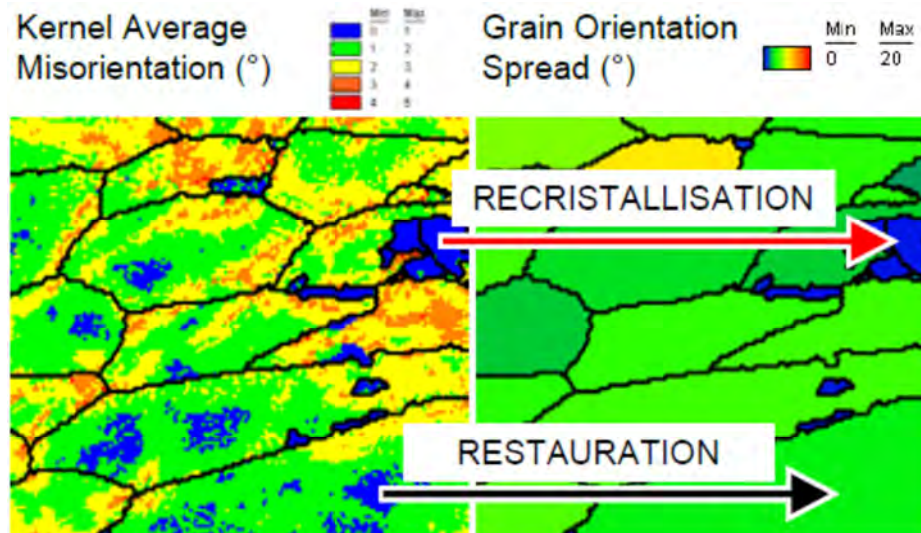


Fig.III-9 : Mise en évidence de recristallisation ou restauration par GOS
[Kerisit et al., 2010].

III-4-5- Le 'Grain Orientation Spread' normalisé (GOS/D)

Nous avons développé une nouvelle technique pour l'estimation de la fraction recristallisée [Ayad et al., 2012]. Cette méthode est basée sur le GOS ; elle consiste à déterminer, pour chaque grain, i , de taille D_i et de GOS_i , le paramètre (GOS_i/D_i) . L'avantage de la normalisation par D est d'éliminer l'influence de la taille de grains en présence de gradients d'orientation. Le grain est considéré recristallisé si son GOS/D est inférieur ou égal à une valeur limite $(GOS/D)_{lim}$. Le rapport de la surface des grains recristallisés sur la surface totale donne la fraction recristallisée.

La figure (III-10) montre une cartographie de notre échantillon IF, laminé à 75% et partiellement recristallisé. Cette cartographie présente les valeurs de GOS/D projetées, en

code de couleurs, sur une microstructure obtenue par EBSD. Avec un critère de $(GOS/D)_{lim}=0.1^\circ/\mu m$, les grains en bleu vert et jaune sont recristallisés.

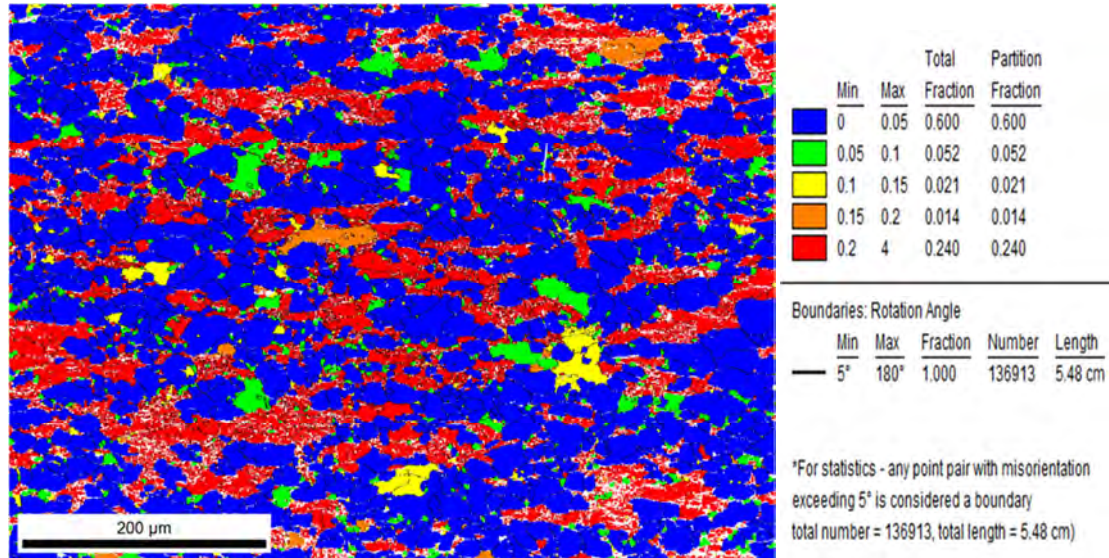


Fig. III-10 : Cartographie de GOS/D de l'échantillon IF laminé à 75% et partiellement recristallisé (630°C, 20min) présentant les valeurs de GOS/D par un code de couleurs. Les grains bleus, verts et jaunes sont considérés recristallisés (avec un critère de $0.1^\circ/\mu m$).

Nous avons présenté jusqu'à maintenant les différentes techniques utilisées pour l'évaluation de la fraction recristallisée. Les cartographies de notre échantillon (630°C, 20 mn) ont servi, à titre démonstratif, à l'application de ces techniques sur un état partiellement recristallisé. Nous revenons sur ces résultats qui seront discutés plus en détail dans le prochain chapitre.

Références bibliographiques

- Alvi M.H., Cheong S., Suni J.P., Weiland H., Rollett A.D., *Acta Mater.* 56 (2008) 3098-3108.
- Ayad A., Allain-Bonasso N., Rouag N., Wagner F., *Mater. Sci. For.* 702–703 (2012) 269-272.
- Ayad A., Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine, 2005.
- Baudin T., *Techniques de l'ingénieur, Essais métallographiques des métaux et alliages*, ref. m4138, Editions T.I. (2012).
- Black M.P. and Higginson R.L., *Scripta Materialia*, 41 (2)(1999) 125–129.
- Black M.P. and Higginson R.L., *Scripta Materialia*, 41(2) (1999) 125–129.
- Bunge H.J and Esling C., *Quantitative Texture analysis*, DGM, SFM, (1982).
- Bunge H. J., *Mathematische Methoden der Texturanalyse*. Akademie Verlag, Berlin (1969).
- Dervin P., Thèse de docteur ingénieur, Université de Paris-Sud, Orsay (1978).
- Dingley D.J. et Baba-Kishi K., *European Microscopy and Analysis* (1990)29.
- Dingley D.J. *Proceeding of ICOTOM 8, Santa Fe*, Ed. Khallend J.S. et Gottstein G., The Metallurgical society (1988) p189.
- Field D.P., Bradford L.T., Nowell M.M., Lillo T.M., *Acta Materialia* 55 (2007) 4233-4241.
- Gey N., Thèse de Doctorat, Université de Metz (1997).
- Humphreys.F. J. *J Mat Sci.* 36 (2001) 3833-3854.
- Humphreys.F. J. *Scripta Materialia.* 51 (2004) 771-776.
- Kerisit C., Jacomet S., Bozzolo N., Houillon M., Geslin W., Llorca V., Logé R.E., *Proc. Matériaux 2010, Nantes : France* (2010).
- Mackenzie J.K., *Biometrika* 45 (1958) 229-240.
- Réglé H., mémoire de H.D.R, Université Paris 13, (2006).
- Sawina G., Thèse de Ph.D, Krakow, (2008).
- Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, 2nd ed., Springer, New York (2009).
- Schwarzer R.A., *Texture and microstructure* 20 (1993) 7.
- Schulz L.G., *Journal of Applied Physics* 20 (1949) 1030-1033.
- Tarasiuk J., Gerber Ph., Bacroix B., *Acta Materialia* 50 (2002) 1467–1477.
- Wagner F., Humbert M., Muller J., Esling C. *Textures and Microstructure* 25 (1996) 197.
- Wagner F., Bozzolo N., Dewobroto N., Gey N., *Mat. Sci. For.* 408-412(1) (2002)143.
- Wassermann G. and Grewen J., *Texturen metallischer Werkstoffe*, Springer-Verlag. 2nd edition. (1962).

Chapitre IV

Etude expérimentale de la recristallisation et de la croissance normale

IV-1- INTRODUCTION

Ce chapitre regroupe les résultats de l'étude expérimentale de la recristallisation primaire et de la croissance normale de notre acier IF, laminé à 75% de réduction. Le suivi expérimental de l'évolution microstructurale, notamment par EBSD, permet d'avoir un suivi du comportement des grains, localement et globalement, en recristallisation primaire et en croissance normale à partir des distributions morphologique et cristallographique des grains. L'introduction de ces paramètres expérimentaux dans les matrices initiales de la simulation de croissance, en formes et en orientations de grains, permet une application de modèles très proches de la réalité, avec des évolutions de matrices quasi-expérimentales, qui devraient permettre des prévisions et des extrapolations de comportement.

L'objectif pratique de notre étude étant de comparer des simulations de croissance de grains avec le comportement expérimental, il nous faut disposer d'une part de données d'entrée pour la modélisation (état de fin de recristallisation primaire) et d'autre part de données finales (état de croissance avancée) pour réaliser les comparaisons envisagées. Ceci implique de connaître et de maîtriser les cinétiques de recristallisation et de croissance. Nous avons donc été conduits à effectuer de multiples traitements thermiques et à caractériser les états métallurgiques ainsi produits. Les paragraphes suivants donnent de façon très synthétique les résultats obtenus, nous discutons brièvement leur accord avec les données de la littérature.

IV-2- MICROSTRUCTURE ET TEXTURE DE LAMINAGE

La déformation par laminage à froid provoque des modifications de la structure et de la texture du matériau. Le laminage à froid influe directement sur les propriétés structurales du matériau, comme la distribution des précipités, les changements morphologiques de l'ensemble des grains et les évolutions des orientations cristallographiques. Au cours du laminage à froid, on observe un durcissement et une perte de ductilité du métal. Le recuit de recristallisation et de croissance a pour objet de conférer à l'acier une taille de grains qui permet l'obtention des caractéristiques mécaniques finales souhaitées du produit.

IV-2-1- Morphologie

Les observations métallographiques sur l'échantillon laminé à 70% montrent que les grains sont fortement allongés suivant la direction de laminage (Fig. IV-1a), morphologie généralement observée dans ce type de tôles [Miroux, 1999 ; Wang et al. 2006]. Une analyse

EBSD de cet échantillon confirme ces observations. La figure (IV-1b) montre la microstructure de déformation, obtenue par EBSD. Notons que cette figure correspond à la cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi (contraste de bandes), codé en niveau de gris (du gris clair au gris foncé, l'indice diminue et la qualité des diagrammes se dégrade). En général, les diagrammes de diffraction sont de mauvaise qualité aux joints de grains ou dans des zones fortement déformées. De ce fait, la carte de l'indice de qualité permet de visualiser efficacement son état de contraintes.

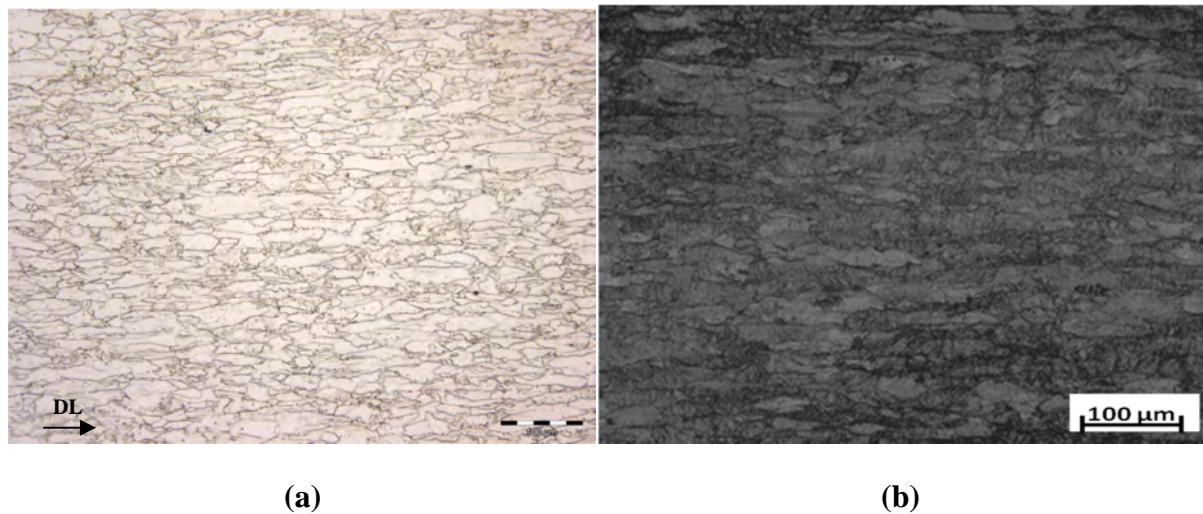


Fig. IV-1 : Microstructures de l'échantillon laminé à 75% obtenues par :

(a) microscopie optique, (b) EBSD (image en contraste de bandes).

IV-2-2- Textures

La texture globale de l'échantillon déformé a été déterminée à partir de la diffraction de rayons X. Les figures de pôles (FDP) expérimentales $\{200\}$, $\{220\}$ et $\{111\}$ ont été mesurées avec un goniomètre de texture Siemens D5000 en utilisant le rayonnement K_{α} du cobalt. La FDOC est ensuite calculée selon la nouvelle méthode MTEX disponible sous MATLAB, avec accès libre [Hielscher et Schaebena, 2008]. La FDOC est calculée à partir de ces figures de pôles (fonction de densité de pôles) mesurées par diffraction des rayons X.

La figure (IV-2) présente les FDP expérimentales recalculées et la section $\varphi_2=45^\circ$ de la FDOC de l'échantillon laminé à 75% de réduction avec la considération de la symétrie orthorhombique. L'état déformé est caractérisé par les deux fibres α et γ et un maximum de la FDOC sur la fibre α autour de l'orientation $\{112\}\langle 110\rangle$, $f(g) = 7.2$.

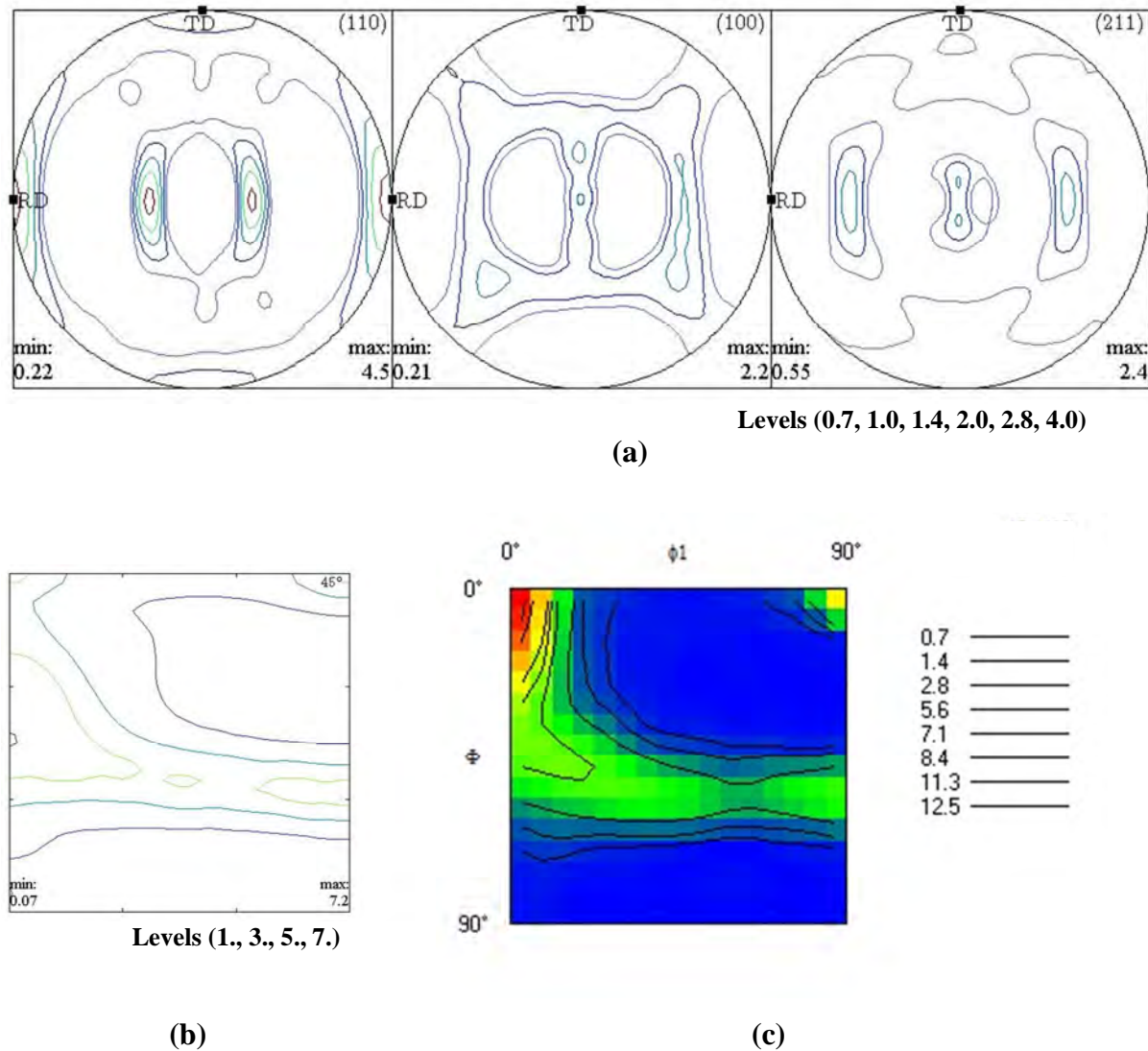


Fig. IV-2 : Texture de l'échantillon laminé à 75% obtenu par DRX :

(a) figures de pôles directes (200), (110) et (211) recalculées ; (b) section $\phi_2=45^\circ$ de la FDOC ; (c) section $\phi_2=45^\circ$ de la FDOC obtenue par EBSD.

Les microstructures et les textures locales ont été caractérisées à l'aide de la technique EBSD, avec le système 'Channel - HKL Technology', couplé à un microscope électronique à balayage JEOL 6500F, équipé d'un canon à effet de champ (FEG). Grâce à la technique EBSD, nous pouvons réaliser l'acquisition et l'indexation des diagrammes de Kikuchi, pour la détermination de l'orientation locale [Schwarzer, 1993]. Le faisceau d'électrons se déplace suivant une grille prédéfinie, sur la surface à analyser. Les cartographies d'orientations peuvent atteindre une résolution spatiale de 20 à 50 nm et une résolution angulaire $<1^\circ$ (variable en fonction de l'état métallurgique du matériau). En général, le pas de mesure a été

choisi en divisant la taille de grains par un facteur compris entre 7 et 10, pour avoir à la fois une bonne statistique (en un temps raisonnable) et une résolution suffisante. Nous avons utilisé un pas de mesure allant de $0.3\mu\text{m}$ (pour l'état laminé) à $0.5\mu\text{m}$ pour les états partiellement et complètement recristallisés.

La texture a été déterminée à partir de mesures d'orientations individuelles réalisées en EBSD. A chaque mesure, on associe une fonction gaussienne centrée sur l'orientation et d'une ouverture spécifique à mi-hauteur. L'ouverture de la gaussienne est fonction de la symétrie cristalline et de l'intensité de texture du matériau, du nombre de grains mesurés ; l'ouverture adoptée dans notre travail est de 5° . La FDOC correspond à la superposition de ces gaussiennes. La texture locale obtenue par EBSD montre aussi que la fibre α est plus intense que la fibre γ , avec un maximum proche de l'orientation $\{100\}\langle 110\rangle$, $f(g)=13.1$.

Les résultats de texture globale, obtenue par DRX, ou locale, obtenue par EBSD montrent l'existence des deux fibres classiques des aciers à bas carbone, les fibres α et γ , avec des maxima sur la fibre α . Ces résultats sont en concordance avec la littérature et notamment les travaux de Schlippenbach [Schlippenbach et al., 1986], Urabe et Jonas [Urabe et Jonas, 1994] et Samajdar et al. [Samajdar et al., 1997]. La différence des valeurs et positions en φ des maxima, est due à l'aspect statistique de la texture, locale et globale, mais également à la crédibilité des données EBSD de l'état laminé. Les échantillons fortement déformés donnent des clichés de diffraction de mauvaise qualité à cause du faible taux d'indexation qui n'excède pas, généralement, 70%.

Par ailleurs, de par la nature bidimensionnelle de l'analyse EBSD, il est possible que la texture de recristallisation mesurée en MEB soit différente de la texture mesurée en DRX dans certains cas, en particulier ceux pour lesquels la taille de grain est corrélée avec les orientations. En effet, ces textures sont calculées à partir des orientations individuelles des grains pondérées par leurs surfaces, et non leur volume, ce qui induit un biais dans la quantification de la texture par rapport aux mesures par DRX, qui sont également statistiquement plus fiable. Wagner et al. [Wagner et al., 2002] ont montré qu'on peut accéder à la texture globale à partir de données EBSD locales, à condition de prendre un certain nombre de précautions concernant le nombre de grains mesurés et leur localisation sur la surface de l'échantillon. Ils ont également montré qu'un nombre minimum de 2000 grains est nécessaire pour qu'elle soit statistiquement significative pour la détermination de la texture globale [WAGNER et al., 1998]. Cette condition nécessaire n'est pas suffisante. Même avec un grand nombre de grains mesurés (environ 5000), les FDP peuvent ne pas respecter la

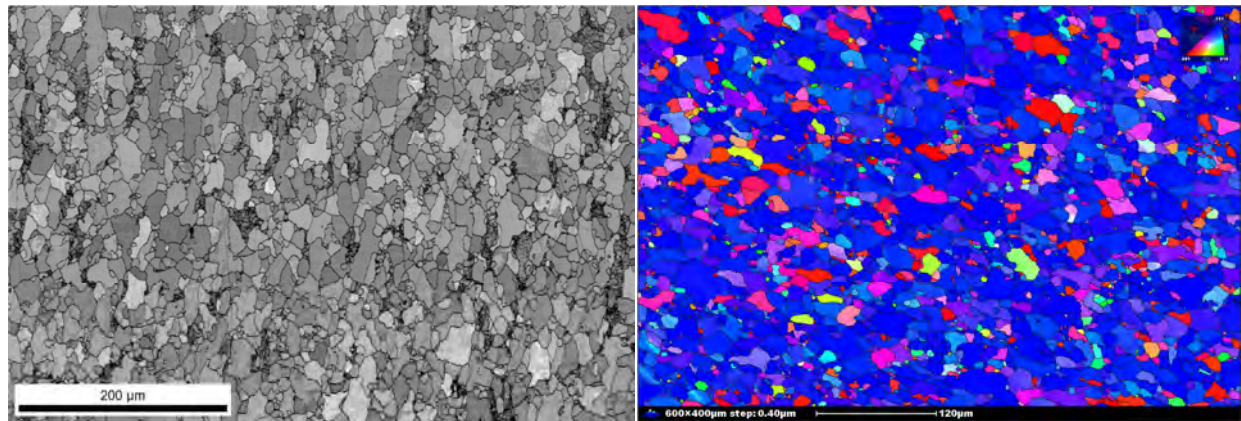
symétrie orthorhombique de l'échantillon, si les grains sont localisés au même endroit à la surface de l'échantillon. En revanche, à partir de plusieurs cartographies plus petites acquises à différents endroits de l'échantillon, et totalisant un nombre de grains identique au cas précédent (environ 5000), les FDP sont beaucoup plus symétriques. Les données ont donc une meilleure qualité statistique.

IV-3- MICROSTRUCTURES ET TEXTURES DE RECRISTALLISATION

Pour l'étude de la croissance de grains, un recuit préliminaire de recristallisation est nécessaire afin d'obtenir un état de départ, correspondant à la fin de la recristallisation primaire. Ces traitements préliminaires consistent en des maintiens isothermes sous air à 630°C (pendant 20, 35, 45, 60, 90 et 180 minutes) suivis d'une trempe pour figer l'état microstructural. Le choix d'une température de recristallisation relativement faible (630°C) est fait pour que le temps du maintien isotherme soit suffisant devant le temps de montée, estimé à moins de 2 minutes.

Les traitements thermiques ont été effectués aux fours du LEM3 et de l'IUT de Metz. Pour l'étalonnage des fours, un thermocouple (chromel-alumel) est soudé sur l'échantillon pour mesurer directement la température de l'échantillon, afin de les comparer aux températures de consigne.

Dans cette partie, nous étudierons l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la recristallisation primaire. Nous avons utilisé principalement les valeurs de GOS par grain, comme premiers indicateurs de l'état métallurgique de notre acier IF, en particulier l'état recristallisé [Ayad et al., 2012]. Cela veut dire que, dans tous les cas, nous avons utilisé des cartographies EBSD avec environ 1.5 millions de pixels, sur des surfaces de l'ordre de 0.24 mm² et avec plus de 3000 grains. Avec un temps d'analyse de 0.024s par pixel, la réalisation d'une cartographie d'orientations prend environ 10 heures. Plusieurs cartographies peuvent être obtenues à partir des données EBSD, parmi lesquelles nous illustrons les cartographies des : contraste de bandes, figures de pôles inverses (IPF) et GOS dans la figure (IV-3).



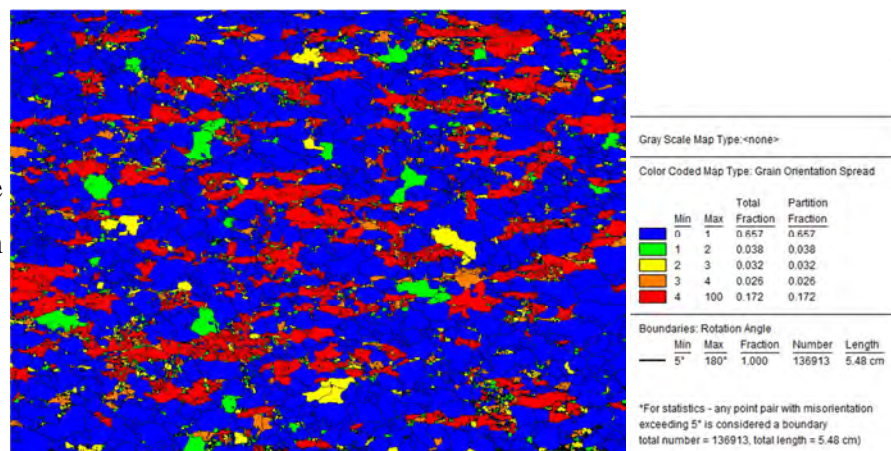
(a) Cartographie de contraste de bandes

Echantillon (630°C, 45min)

(b) Cartographie IPF selon DN

Echantillon (630°C, 60min)

(c) Cartographie de GOS. Echantillon (630°C, 20min)

**Fig. IV-3** : Exemples de Cartographies EBSD

IV-3-1- Evolution de GOS avec le recuit

La figure (IV-4) présente les valeurs de GOS, de l'acier étudié, pour les différents traitements thermiques réalisés. Les valeurs de GOS diminuent considérablement de 3.7° , pour l'échantillon laminé, jusqu'à 0.6° , pour l'échantillon (630°C, 60 min). Au delà de cet état, la valeur de GOS demeure stable. La valeur de GOS de l'état (630°C, 180 min) est 0.4° . Elle est très proche de celle mesurée sur un monocristal de Si, considéré comme matériau parfait (GOS(Si)= 0.3°). Le monocristal permet ainsi de fixer la précision possible (ou l'incertitude) de la détermination d'une orientation.

IL faut prendre avec prudence la valeur de GOS de l'état laminé, du fait de l'insuffisance des données EBSD (taux d'indexation < 70%).

Une première lecture de ces résultats montre que les échantillons ayant des temps de maintien supérieurs ou égaux à 60 minutes sont en fin de recristallisation primaire avec une certaine croissance de grains.

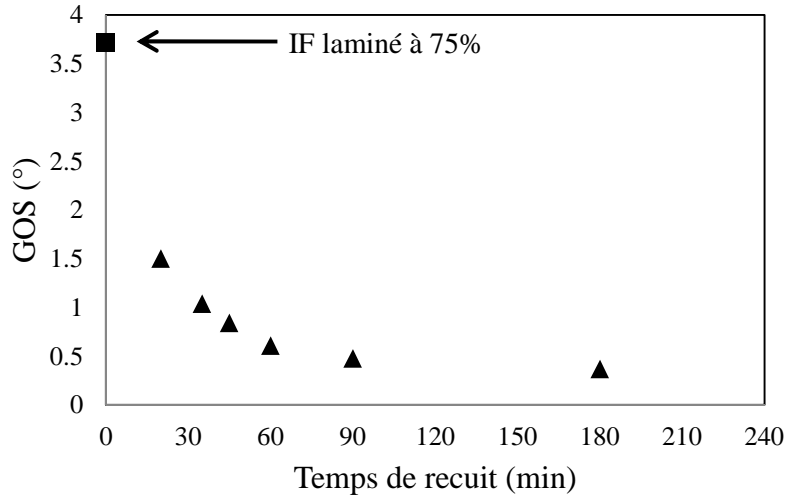


Fig. IV-4 : Evolution des valeurs de GOS avec le temps de recuit.

IV-3-2- Cinétique de recristallisation

La détermination de l'état recristallisé est indispensable pour toute étude de croissance normale de grains. Ses données seront utilisées comme matrices d'entrée pour la simulation. Nous avons utilisé plusieurs méthodes pour l'estimation de la fraction volumique recristallisée (la fraction surfacique est assimilée à la fraction volumique lors du dépouillement de données 2D) et la détermination de l'état parfaitement recristallisé.

La figure (IV-5) regroupe les fractions recristallisées obtenues par : microdureté, contraste de bandes (BC), GOS (critères de 1.5 et 2°) et GOS/D (critères de 0.11, 0.12 et 0.13°/μm). L'estimation de la fraction recristallisée par la méthode de BC est basée sur un critère de contraste de bandes moyen par grain supérieur ou égal à 95. Des valeurs de BC comprise entre 0 et 255 sont affectées à chaque point de la cartographie. La valeur de BC est d'autant plus élevée que le pixel analysé possède moins de perturbation, due à des défauts cristallins (dislocations, joints de grains). Il faut noter que les valeurs les plus faibles (pixels sombres) correspondent souvent à des zones fortement perturbées, ayant des clichés de qualité si faible qu'ils ne peuvent pas être indexés. Mais la qualité des clichés de diffraction dépend également de l'orientation du cristal [Wright et Nowell, 2006]. En effet, Gerspach [Gerspach, 2007] n'a pas trouvé les mêmes distributions du contraste de bandes pour deux composantes de textures

mesurées sur deux sections orthogonales d'un même échantillon. Il faut donc appliquer un critère objectif et fiable pour effectuer des analyses comparables dans tous les états.

Nous avons choisi d'utiliser la méthode (GOS) avec un critère de désorientation moyenne interne de 2° . En fin de recristallisation, nous avons pris soin de vérifier manuellement les plus gros grains apparaissant déformés, afin d'établir s'ils montrent un profil de désorientation continu pour les considérer comme recristallisés. Dziazyk et al. [Dziazyk et al., 2010] ont reporté que la méthode de GOS ne prévoit jamais un état recristallisé à 100% et qu'elle surestime les fractions recristallisées en début de recristallisation et les sous-estime en fin de recristallisation. De ce fait, nous considérons qu'un échantillon est en fin de recristallisation primaire quand la surface de ses grains (avec une désorientation moyenne interne n'excédant pas 2°) représente plus de 95% de la surface totale mesurée.

Certaines valeurs de GOS peuvent aussi augmenter avec la taille de grains. La méthode de la désorientation moyenne interne normalisée à la taille de grains (GOS/D) prend en charge cet inconvénient de la méthode de GOS et présente un très bon alternatif à cette dernière [Ayad et al. 2012].

Dziazyk et al. [Dziazyk et al., 2010] ont signalé aussi que l'utilisation de la microdureté surévalue la fraction recristallisée en fin de recristallisation primaire par rapport aux autres méthodes. En effet, nous constatons bien que la microdureté donne des valeurs relativement élevées de la fraction recristallisée en fin de recristallisation (Fig. IV-5). Par exemple, pour l'échantillon recuit pendant 45 minutes, la méthode de la microdureté donne l'impression qu'il est en toute fin de recristallisation avec une fraction recristallisée de 96%, alors que la méthode de GOS avec un critère de 2° lui donne seulement 86% (voir les cartographies de la Fig. IV-3a).

Le tableau (IV-1) regroupe les fractions recristallisées, calculées avec les différentes méthodes citées, pour l'échantillon recuit 60 minutes à 630°C . Nous constatons que, quelle que soit la méthode utilisée, la fraction recristallisée est supérieure à 95%. En conséquence, cet échantillon peut être considéré en fin de recristallisation primaire. Notons, qu'il possède une taille moyenne de grains de $9.8\ \mu\text{m}$ calculée à partir des données EBSD (cf. § III-3-2-2).

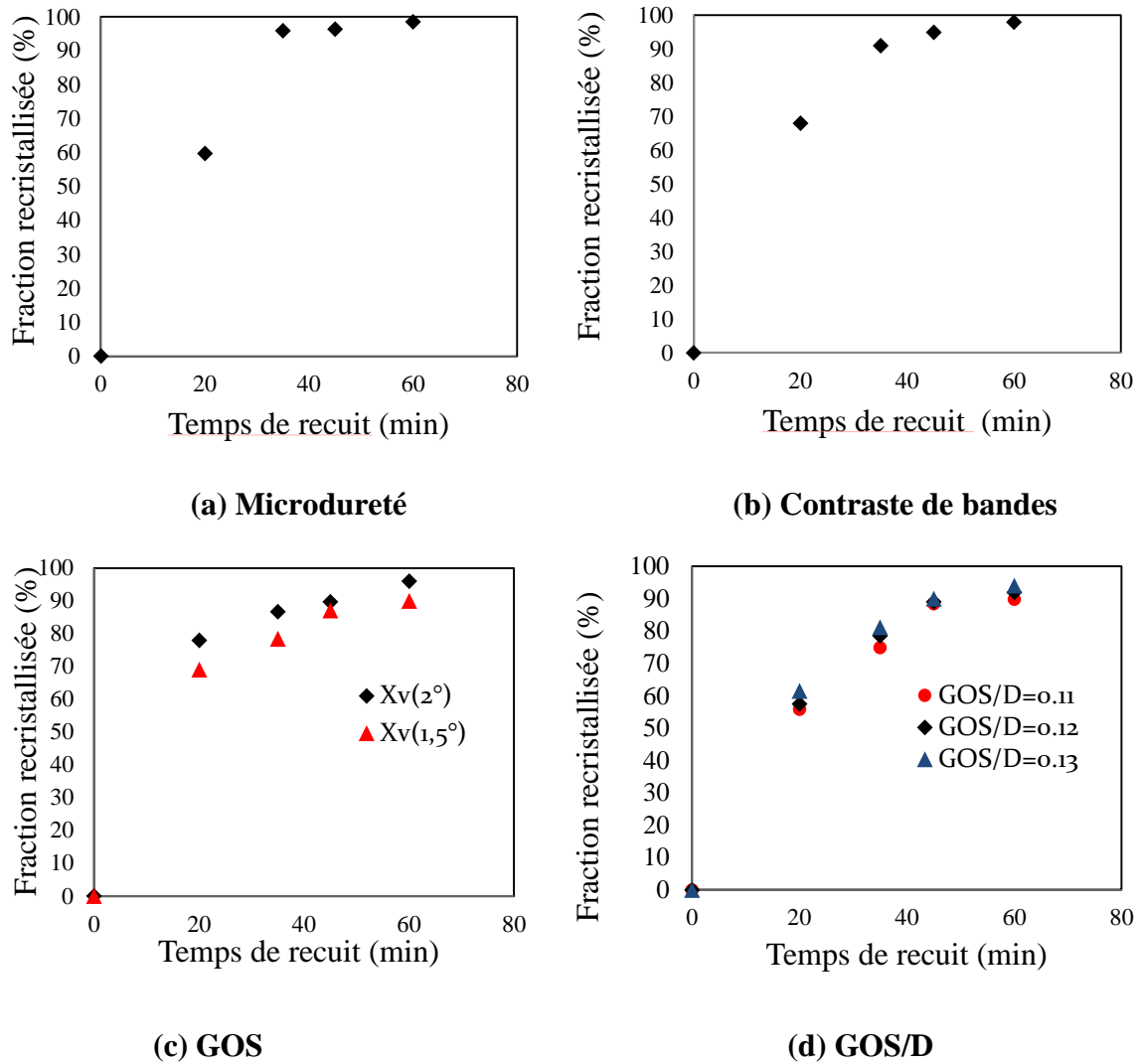


Fig. IV-5 : Estimation de la fraction recristallisée par diverses méthodes.

(la précision est de l'ordre de 0.5% pour la microdureté, figure a).

Tableau IV-1: Fractions recristallisées de l'échantillon (630°C, 60min).

Méthode	HV	BC	GOS (2°)	GOS/D (0.13°/µm)
X _v (%)	98.5	98	96	95

Les cinétiques expérimentales peuvent être également décrites par une loi de type JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov) :

$$X_v = 1 - \exp(-kt^n) \tag{IV-1}$$

X_v est la fraction recristallisée, t est le temps de recuit, k est une constante et n est l'exposant d'Avrami.

Les mesures expérimentales des cinétiques de recristallisation sont généralement comparées au modèle d'Avrami (JMAK) par le tracé de $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ en fonction de $\ln(t)$, le graphe résultant est une droite de pente égale à n et d'ordonnée à l'origine $\ln(k)$, selon l'équation (IV-2).

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-X_v}\right)\right] = n \ln(t) + \ln(k) \quad (\text{IV-2})$$

Weiping et al. [Weiping et al., 2002] ont étudié les cinétiques de recristallisation d'un acier IF laminé à plusieurs taux de réduction (70, 80 et 90%) et recuit à 630°C (Fig. IV-6a). Leurs résultats sont très proches des nôtres pour cette température de recuit, 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. IV-6b), ils ont trouvé les valeurs suivantes: 2.23, 1.76 et 1.6 respectivement pour les états laminés à 70, 80 et 90% (recuits à 630°C).

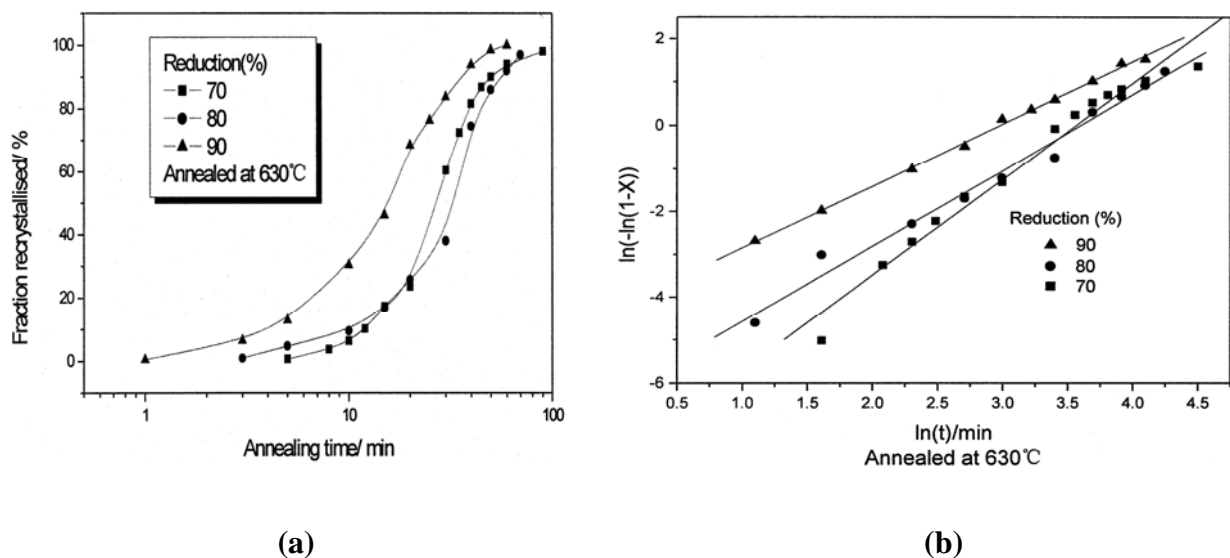


Fig. IV-6 : Recristallisation d'un acier IF laminé à 70, 80 et 90% de réduction [Weiping et al., 2002]. (a) cinétiques expérimentales, (b) Ajustements à une loi JMAK.

IV-3-3- Texture de recristallisation

La figure (IV-7) présente la texture de l'échantillon recristallisé (630°C, 60min). La texture (globale obtenue par DRX ou locale obtenue par EBSD) est caractérisée par une diminution importante de la fibre α au profit de la fibre γ . La fonction de texture est répartie uniformément sur la fibre γ et présente un léger maximum sur la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, $f(g)=12.3$ en EBSD (Fig. IV-7b). Les résultats de DRX, plus crédibles statistiquement, montrent un maximum étalé autour de l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$, avec $f(g)=10.7$ (Fig. IV-7a).

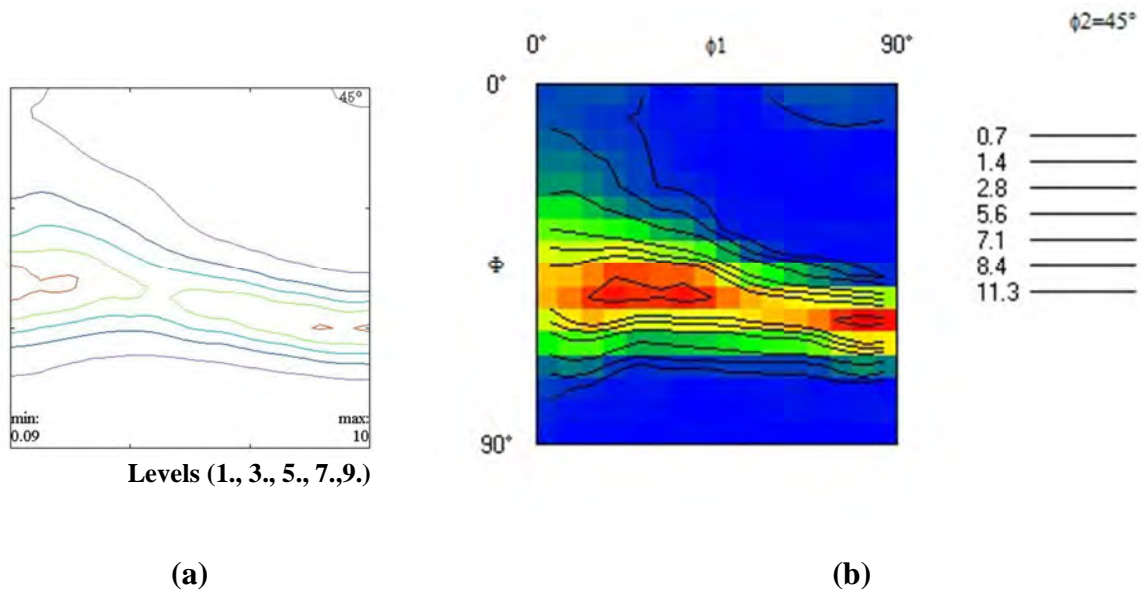


Fig. IV-7 : Texture de l'échantillon recristallisé (630°C, 60min) présentée par la section $\phi_2=45^\circ$ de la FDOC :(a) obtenue par DRX ; (b) obtenue par EBSD.

Pour les aciers IF, rappelons que la texture présente deux fibres (α : $\{hkl\}\langle 110\rangle$ et γ : $\{111\}\langle uvw\rangle$) après déformation, et que la fibre γ se développe de manière privilégiée lors d'un recuit de recristallisation (cf. § I-2-6). Pour la gamme de 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 γ et produisent des grains recristallisés avec des orientations réparties uniformément le long de la fibre γ . Cette germination préférentielle est attribuée à une vitesse de germination plus élevée dans les grains déformés à forte énergie stockée, que sont les grains dont les orientations appartiennent à la fibre γ . Ces premiers germes croissent d'abord dans les grains écrouis, dans lesquels ils sont apparus (grains ayant des orientations de la fibre γ) avant de croître dans le

reste de la matrice écrouie, constituée de grains ayant des orientations appartenant à la fibre α [Miroux, 1999 ; Kiaei et al., 1995 ; Hutchinson et Ryde 1995 ; Vanderschueren et al., 1996].

IV-4- MICROSTRUCTURES ET TEXTURES DE CROISSANCE NORMALE

Comme la croissance de grains est un processus thermiquement activé, nous avons effectué des traitements allant de 630°C jusqu'à 800°C (Fig. IV-8a), à partir de l'état recristallisé. Ceci est pour couvrir une large gamme de tailles de grains. Notons que pour notre nuance d'acier, la transformation ferrite-austénite débute à $\sim 850^\circ\text{C}$, température limite du domaine monophasé ferritique. A chaque température, les échantillons sont maintenus pendant 0.5, 2 et 5 heures avant d'être trempés à l'eau, afin d'interrompre brusquement la croissance des grains et figer la microstructure.

IV-4-1- Cinétique de croissance

L'état microstructural des aciers IF est caractérisé par une distribution de tailles de grains qui reste uni-modale, par croissance normale de grains. L'évolution de la taille moyenne de grains de ces aciers peut être représentée sous la forme [Hillert, 1965] :

$$D^n - D_0^n = kt \quad (\text{IV-3})$$

D est la taille moyenne de grains pour un temps de traitement thermique de durée t , D_0 est la taille moyenne initiale de grains et k est une constante qui dépend de la composition chimique et de la température, mais elle est indépendante de la taille de grains. Le coefficient n est l'exposant de croissance.

Dans le cas idéal, l'exposant n est égal à 2. Les valeurs expérimentales sont pratiquement toujours supérieures, en raison de l'influence de divers paramètres, tels que la présence d'impuretés ségréguées aux joints de grains [Higgins, 1974] ou les effets de texture [Humphreys et Hatherly, 2004]. Quand la température augmente, la valeur de n tend à se rapprocher de 2, car la diffusion est plus rapide et n devient moins sensible aux facteurs susceptibles de ralentir la migration des joints de grains, comme le freinage par les impuretés se trouvant aux joints de grains ou par les précipités [Humphreys et Hatherly, 2004].

A partir des tailles de grains mesurées, les paramètres k et n des lois cinétiques aux différentes températures peuvent être déterminés à l'aide de l'équation (IV-4), obtenue par la dérivation de l'équation (IV-3) :

$$\ln\left(\frac{dD}{dt}\right) = -(n-1)\ln(D) + \ln\left(\frac{k}{n}\right) \quad (\text{IV-4})$$

Pour obtenir les valeurs de n et k à chaque température, il suffit de tracer le graphique bi-logarithmique de (dD/dt) en fonction de la taille moyenne de grains D . (dD/dt) est déterminé en mesurant la pente de la tangente aux courbes $D(t)$: ce tracé donne une droite de pente $(1-n)$ et d'ordonnée à l'origine $\ln(k/n)$.

La taille moyenne des grains est calculée par la procédure décrite précédemment (cf. § III-3-2-2), à partir des cartographies obtenues par EBSD. Nous avons utilisé, dans les études de croissance, un pas de mesure de $0.5\mu\text{m}$ et nous n'avons considéré que les grains ayant 4 pixels et plus dans l'estimation de la taille moyenne des grains (critère de détection des grains fixé à $\omega < 5^\circ$).

Les résultats obtenus sont regroupés sur la figure (IV-8b). Cette figure montre l'évolution de la taille des grains avec le temps de recuit pour chaque température (630, 650, 750 et 800°C). D'après cette figure, la croissance des grains peut être décrite par deux étapes distinctes : la première est caractérisée par une évolution de taille de grains très rapide par rapport à celle la 2^{ème} étape qui est relativement lente et conduit généralement à une saturation

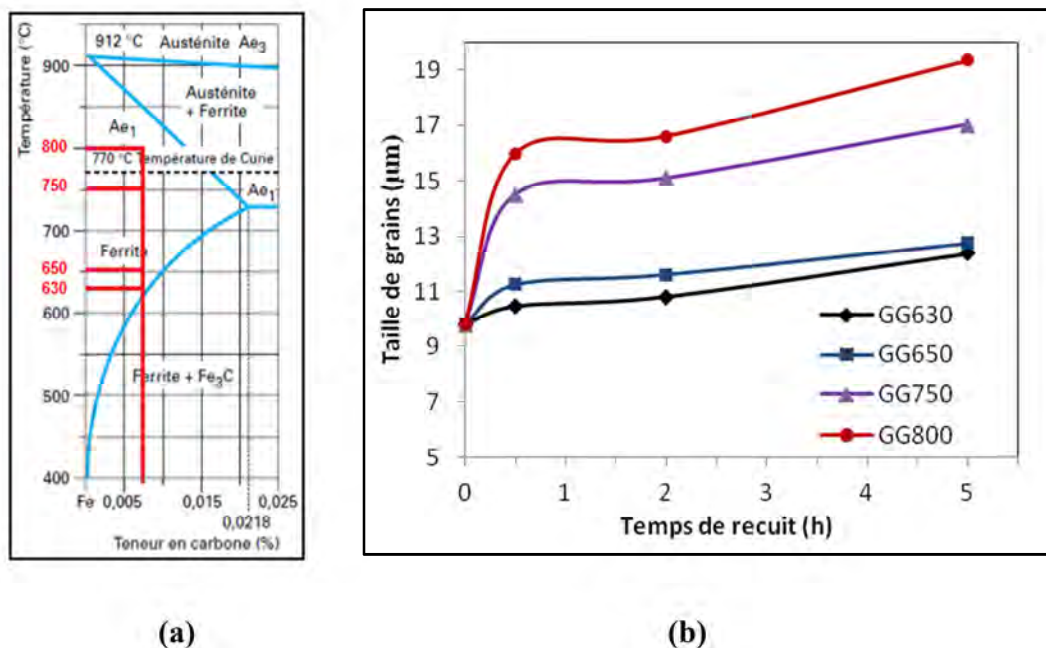


Fig. IV-8 : (a) Partie du diagramme d'équilibre Fe-C montrant les températures du recuit.

(b) Evolution de la taille de grains en croissance.

En effet, pour les aciers IF similaires au notre, la taille de grains de l'état recristallisé est de l'ordre de 10 μm et un état quasi-stationnaire est rapidement atteint en croissance [Tong et al., 2010]. Cependant, pour le fer de haute pureté, il a été reporté que la croissance de grains ne se stagne pas [Riontino et al., 1979 ; Cheong et al., 2003].

La taille de grains finale pour chaque température, après 5 heures de recuit, est présentée dans le tableau IV-2. La taille moyenne maximale obtenue pour notre acier est 19.4 μm (800°C, 5h). Elle représente presque deux fois la taille initiale, celle de l'échantillon recristallisé.

Tableau IV-2 : Taille de grains finale pour les différentes températures (après 5h de recuit)

T(°C)	630	650	750	800
D(μm)	12.4	12.8	17.0	19.4

IV-4-2- Textures de croissance

Les coupes de la FDOC de la figure (IV-9) montrent les textures globales, obtenues par DRX, pour les différentes températures de recuit, avec 5h de maintien. Nous constatons le renforcement de la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ au détriment de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, dans tous les traitements thermiques réalisés. L'intensité de cette composante pour l'échantillon (800°C, 5h) est égale à ~ 12.7 .

L'évolution de la texture est celle généralement observée dans ce type d'acier, plusieurs études ont montré que les composantes principales s'intensifient au cours de la croissance [Hutchinson et Nes, 1992, Arita et al., 2012].

Comme nous l'avons indiqué au début de ce chapitre, pour mener à bien une étude de simulation de croissance de grains, il est indispensable de faire une étude comparative entre les résultats de simulation et les résultats expérimentaux. Dans le chapitre suivant, nous nous intéresserons en particulier à l'échantillon recuit 5h à 800°C. Ses résultats EBSD seront utilisés pour la validation de notre modèle de croissance de grains.

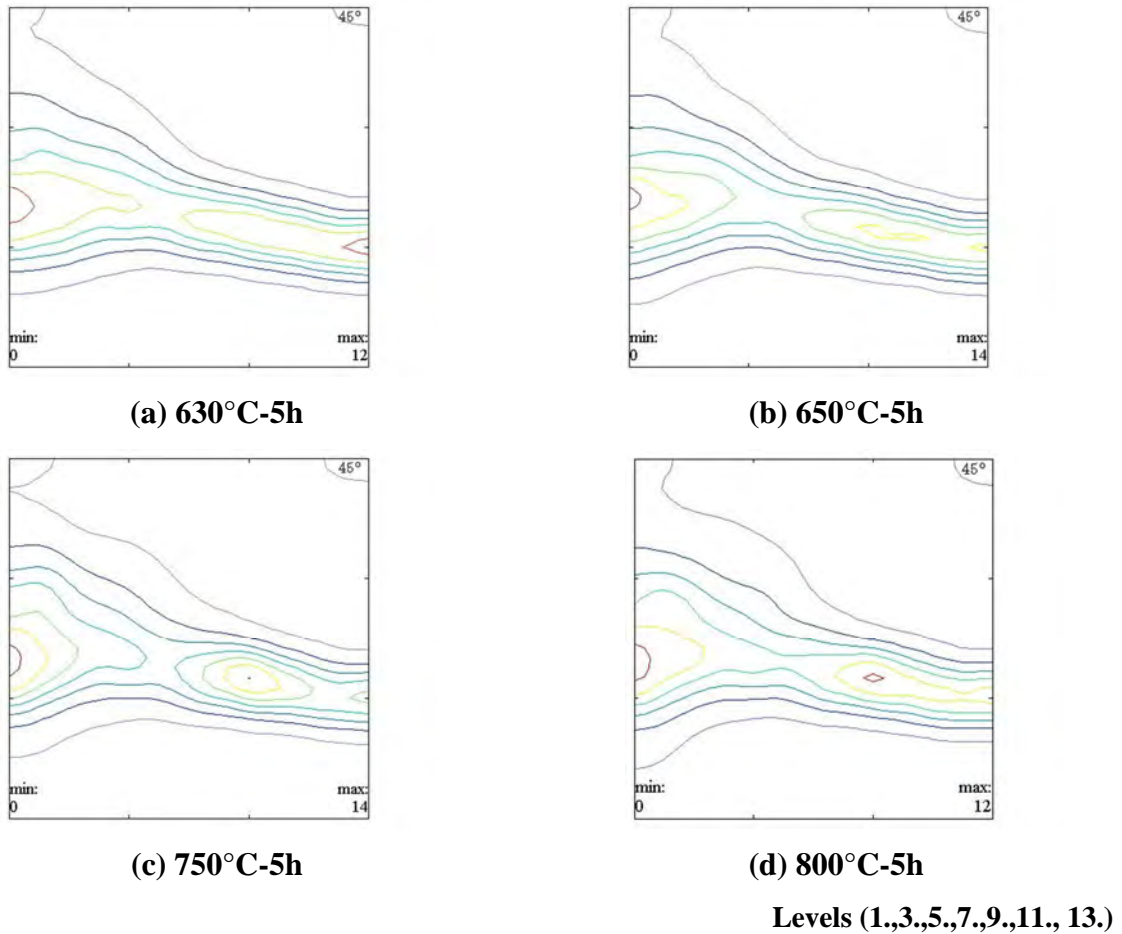


Fig. IV-9 : Textures de croissance normale de grains obtenues par DRX.

IV-5- CONCLUSION

Dans ce chapitre, une étude expérimentale détaillée de la recristallisation primaire et de la croissance de grains a été faite. En ce qui concerne la texture, nous présentons les résultats de textures globales obtenues par DRX qui sont statistiquement plus représentatifs. Les principaux résultats sont :

- La texture de laminage est caractérisée par une fibre α plus intense que la fibre γ avec un maximum de la FDOC de 7.2 autour de l'orientation $\{112\}\langle 110\rangle$. Cette tendance est inversée au cours de la recristallisation primaire qui renforce la fibre γ aux dépens de la fibre α . Un maximum étalé de la FDOC est observé autour de l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$, $f(g)=10.7$.

- L'échantillon recuit 1h à 630°C est considéré comme représentatif de la fin de la recristallisation primaire, comme le montrent les différents critères mis en œuvre. Le paramètre GOS paraît particulièrement adapté pour cette caractérisation.
- Pour l'étude de la croissance de grains, plusieurs traitements thermiques ont été réalisés afin de couvrir une large gamme de tailles de grains. Au cours de la croissance, la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ s'accroît au détriment de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. L'échantillon recuit 5h à 800°C présente un maximum de la FDOC, $f(g) = 12.7$, autour de l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$.
- La taille moyenne de grains de l'échantillon après recristallisation primaire est égale à 9.8 μm ; après un recuit de croissance (800°C pendant 5h), elle passe à 19.4 μm , soit pratiquement le double de la taille initiale.

Cette étude expérimentale constitue la base de la simulation de croissance normale de grains, mise au point au cours de ce travail et décrite dans le chapitre suivant.

Références bibliographiques

- Arita Y., Chan L., Sintay S.D., Rollett A.D., *Mater. Sci. Forum* 715–716 (2012) 33–40.
- Ayad A., Allain-Bonasso N., Rouag N., Wagner F., *Mater. Sci. Forum* 702–703(2012) 269-272.
- Cheong S.W., Hilinski E.J., Rollett A.D., *Metall. Mater. Trans. A* 34 (2003) 1321–1327.
- Dziaszyk S., Payton E.J., Friedel F., Marx V., Eggeler G., *Mater. Sci. and Eng. A* 527 (2010) 7854–7864.
- Hielscher R., and Schaebena H., *J. Appl. Cryst.* 41 (2008) 1024–1037.
- Higgins G.T., *Met. Sci.* 8 (1974) 143–150.
- Humphreys F.J., Hatherly M. (Eds.), *Recrystallization Related Annealing Phenomena*, 2nd edition, Elsevier, Oxford, 2004.
- Hutchinson B. et Ryde L., *Proc. 16th Riso inter. Symp. Mat. Sci.*, éd. Par N. Hansen, D. Juul Jensen, Y. L. Yui and B. Ralph, Riso Nat.l Lab, Roskilde, Denmark (1995) 105-117.
- Hutchinson B. and Nes E., *Material Science Forum* 94-96 (1992) 385-390.
- Kiaei M., Henri J., Bacroix B. et 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.
- Miroux A., Thèse de PhD, Université Paris 13, France, 1999.
- Riontino G., Antonione C., Battezzati L., Marino F., Tabasso M.C., *J. Mater. Sci.* 14(1). (1979) 86–90
- Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P. et Vanderschueren D., *Scrip Mater.* 37(6) (1997) 869-874.
- Schwarzer R. A., *Texture and Microstructure* 20(1993)7-27.
- Tong W.P., Chen W.Y., Wagner F., Zuo L., He J.C., *Mater. Sci. Forum* 638–642 (2010) 2799-2804.
- Urabe T. et Jonas J.J., *ISIJ inter.* Vol 34 n°5 (1994) 435-442.
- Vanderschueren D., Yoshinaga N., Koyama K., *ISIJ inter.* 36 (8) (1996) 1046-1054.
- Von Schlippenbach U., Emren F. et Lücke K., *Acta Metall.*, 34 (1986) 1289.
- Wagner F., Bozzolo N., Dewobroto N., Gey N., *Mat. Sci. For.* 408-412(1) (2002) 143.
- Wagner F., Matthies S., Van Landuyt O., *Mat. Sc.* 273-275 (1998) 94.
- Wang Z.D., Guo Y.H., Sun D.Q., Liu X.H., Wang G.D., *Mater. Char.* 57 (2006) 402–407.
- Weiping Y., Le Gall R., Saindrenan G., *Mater. Sci. and Eng. A*332 (2002) 41–46.
- Wright S.I., Nowell M.M., *Microscopy & Microanalysis* 12 (2006) p72.

Chapitre V

Simulation de la croissance normale de grains

V-1- INTRODUCTION

Dans les études de croissance, une multitude de données est accessible à partir des cartographies EBSD, comme la texture cristallographique, la distribution de tailles de grains et la distribution de désorientations. Pour montrer qu'un modèle de croissance de grains peut avoir le caractère 'prédictif' des textures qui lui est demandé, ces données peuvent être introduites en données d'entrée dans les simulations. Il serait également souhaitable de comparer des évolutions obtenues expérimentalement et par simulation numérique pour tous les aspects possibles (cinétiques, texture, distribution de tailles de grains, distribution des angles de désorientation).

Dans notre étude, les résultats expérimentaux de croissance mettent en évidence le rôle du paramètre taille de grains dans le contrôle de la texture finale, dans les aciers IF. La volonté d'exploiter ces résultats, détaillés dans le chapitre précédent, nécessite la mise au point d'un modèle de croissance de grains, qui prend en considération cette caractéristique.

Ce chapitre est consacré à la simulation de la croissance normale de grains dans les aciers IF, par une technique de Monte Carlo modifiée, basée sur les observations expérimentales. Nous décrivons d'abord l'évolution expérimentale, obtenue par EBSD, de la texture au cours de la croissance de grains. Nous précisons le rôle de la taille de grains dans cette évolution, facteur qui a suscité la modification du modèle de Potts de croissance de grains et est l'élément major de notre contribution à la méthode de Monte Carlo en simulation de croissance normale de grains [Ayad et al., 2013]. Ensuite, Nous détaillerons la modification que nous avons introduite dans l'algorithme standard du modèle de Potts et son impact dans l'étude comparative entre les résultats de simulation et les résultats expérimentaux. Cette comparaison portera sur les cinétiques de croissance, les distributions de tailles de grains et de désorientations et sur les textures cristallographiques.

V-2- ROLE DE LA TAILLE DE GRAINS DANS L'EVOLUTION DE LA TEXTURE

Pour le calcul de la texture, nous avons utilisé les listes de grains (orientations moyennes, pondérées par la surface). Pour passer de ces valeurs discrètes à une fonction continue, une gaussienne de 8° de largeur à mi-hauteur est appliquée sur chaque orientation, et les coefficients de la fonction de texture sont calculés avec un rang maximum du développement égal à 34, à l'aide du logiciel TEXEVAL™ commercialisé par Bruker-AXS (Karlsruhe,

Germany), dont les programmes ont été développés au LEM3 (ex LETAM) par J.J. Fundenberger et F. Wagner.

La figure (V-1) présente les textures partielles (textures des sous populations de grains) de l'échantillon recristallisé obtenues par EBSD, c-à-d les textures des petits et gros grains (textures de 25% de la surface totale analysée pour chaque sous population) et la texture de l'échantillon après croissance de grains (800°C, 5h). Pour ce dernier (échantillon 800°C, 5h) et dans le but d'obtenir une population suffisamment statistique de grains, nous avons collé deux cartographie EBSD, à l'aide de l'application 'MAP STITCHING' du logiciel CHANNEL 5 de HKL Technology (Annexe n°2). La cartographie résultante comporte 1635 grains ayant une taille moyenne de 19.4µm. Ces données seront utilisées pour la validation expérimentale de la simulation du grossissement de grains.

La texture de l'échantillon recristallisé est caractérisée par une fibre γ plus intense que α avec un maximum de la FDOC de 10.8 pour l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$ (Fig.V-1a). Nous constatons aussi que la texture finale (après croissance) est clairement dominée par la texture des gros grains (Fig. V-1) qui est marquée par la présence de la composante $\{111\}\langle 110\rangle$. Les plus gros grains se développent au détriment des plus petits et imposent leur texture, qui devient la texture finale après la croissance des grains [Bozzolo et al., 2005 ; Sawina et al., 2007].

Plusieurs autres études expérimentales ont également mis en évidence ce fait. Par exemple, une étude de l'évolution de la texture au cours de la croissance des grains d'un acier IF, où les textures partielles corrélées à la taille des grains ont été considérées, montre que les petits grains disparaissent rapidement ce qui conduit à la diminution d'une composante de texture donnée, qui est principalement liée à l'orientation des plus petits grains [Tong et al., 2010]. Une situation similaire est également observée dans certains alliages hexagonaux (titane pur ou zirconium) où le changement de texture se produit principalement après la recristallisation primaire, c'est à dire pendant la phase de croissance de grains, conduisant à la soi-disant 'rotation de 30 °' de la texture. Dans ces alliages, ce sont aussi les gros grains qui imposent leur texture au cours de l'étape de croissance de grains [Bozzolo et al., 2005 ; Chun et al., 2006].

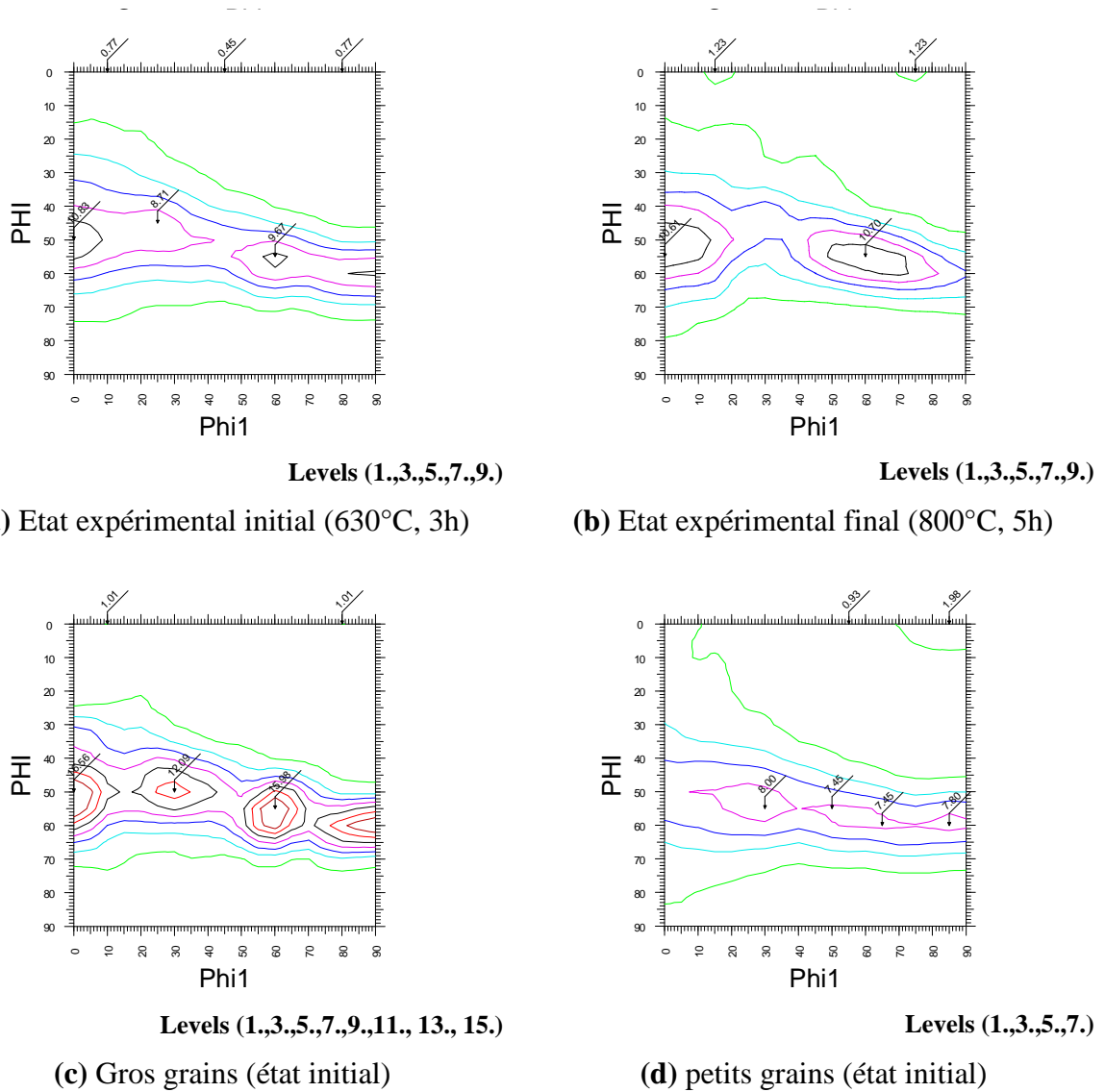


Fig.V-1 : Textures expérimentales (initial et final) et textures partielles de l'état initial (sections $\Phi_2=45^\circ$)

Ces observations expérimentales nous ont initialement amenés à considérer une modification du modèle de Potts qui prenne en considération cet effet de taille de grains dans l'évolution de la microstructure et de la texture.

V-3- MODIFICATION DU POTTS MODEL

V-3-1- Paramètres de l'algorithme classique

L'algorithme de base pour la simulation de la croissance normale de grains par la méthode Monte Carlo est détaillé dans le § II-3-5-3 et l'annexe n°1. Dans notre simulation 2D, nous

avons utilisé une maille carrée pour la discrétisation de la microstructure (même maille que celle de la cartographie EBSD utilisée comme matrice d'entrée (cf. §V-3-3-1)) avec la considération des 1^{ers} et 2^{èmes} voisins ou voisinage de Moore (c-à-d., 8 voisins). Nous n'avons pas utilisé les conditions aux limites périodiques, par contre le voisinage des pixels de bords et des 4 pixels des coins est limité à 5 et 3 voisins, respectivement. L'énergie associée à chaque site (pixel) i est donné par :

$$E_i = \sum_{j=1}^n \gamma(\theta_{ij}) \quad (\text{V-1})$$

Où n est le nombre de voisins du site i ($n=8$, 5 ou 3 respectivement pour les pixels du milieu, des bords et des coins de la matrice) et $\gamma(\theta_{ij})$ est l'énergie par unité de surface du joint de grains ayant la désorientation θ entre les site i et j .

L'énergie du système, pour tous les sites N , est donnée par :

$$E = \sum_{i=1}^N E_i \quad (\text{V-2})$$

Si on ne considère pas le plan, L'énergie du joint de grains est fonction uniquement de la désorientation θ entre les sites i et j . Elle prend généralement la forme de Read-Shockley [Read & Shokley, 1950]:

$$\gamma_{RS}(\theta_{ij}) = \begin{cases} \frac{\theta}{\theta^*} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta^*} \right) \right] & \text{Si } \theta \leq \theta^* \\ 1 & \text{Si } \theta > \theta^* \end{cases} \quad (\text{V-3})$$

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

La croissance de grains implique la sélection aléatoire d'un site i et d'un site j voisin et une tentative de réorientation du site i vers l'orientation de j . Le changement d'orientation des sites signifie le mouvement des joints de grains. Par conséquent, 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 P [Holm et al., 1997 ; Gruber et al., 2009] :

$$P = \begin{cases} \frac{M(\theta_{ij})}{M_{\max}} \frac{\gamma(\theta_{ij})}{\gamma_{\max}} & \text{Si } \Delta E \leq 0 \\ \frac{M(\theta_{ij})}{M_{\max}} \frac{\gamma(\theta_{ij})}{\gamma_{\max}} \exp \left(\frac{-\Delta E}{\beta \gamma(\theta_{ij})} \right) & \text{Si } \Delta E > 0 \end{cases} \quad (\text{V-4})$$

ΔE est la différence d'énergie entre l'état modifié final et l'état initial. γ_{\max} et M_{\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 β est une température effective du réseau, souvent choisie sur une base empirique [Holm et al., 1991 ; Winning et al., 2010].

Après chaque itération, le nombre de grains restants et le diamètre moyen D_m sont calculés et utilisés dans l'équation (V-5) pour l'itération suivante.

Pour diminuer le temps de calcul, aucune tentative de réorientation n'est autorisée pour les pixels entourés entièrement par des pixels appartenant au même grain. Un MCS correspond à N tirages aléatoires de pixels, ce qui correspond au nombre total de sites. Avec environ 20% de pixels sur les bords des joints de grains, $N/5$ tentatives de réorientation sont réellement effectuées, donnant une accélération similaire en temps de simulation.

Afin de concevoir notre code de calcul, nous avons utilisé le logiciel 'Intel Visual Fortran Composer XE 2011' qui combine un compilateur à haute performance avec des bibliothèques Intel pour soutenir la création d'applications multithreads. L'avantage majeur de ce logiciel est la possibilité de faire des calculs parallèles sur plusieurs processeurs.

V-3-2- Paramètres de l'algorithme accéléré (modifié)

L'algorithme de la méthode modifiée de Monte Carlo, que nous avons créé pour accélérer la croissance de grains est schématisé sur la figure V-2. En effet, il est possible d'augmenter la vitesse de calcul en augmentant la force motrice dans certaines situations spécifiques.

Nous avons introduit cet effet de la manière suivante : au lieu d'utiliser l'énergie E_i associé à un site i (voir Eq.1), nous définissons une énergie E_i^* modifiée pour ce site:

$$E_i^* = \frac{E_i}{(D_i/D_m)^p} \quad (\text{V-5})$$

Où E_i est l'énergie standard associée au site i (Eq.V-1), D_i est le diamètre du grain auquel appartient le site i et D_m est le diamètre moyen de l'ensemble des grains considérés. Cette définition de E_i^* favorise la croissance des gros grains et pénalise les petits grains. p est un paramètre empirique, qui rend plus ou moins efficace cet effet de taille ($p = 0$, il le supprime totalement et correspond alors au cas classique (algorithme standard), tandis que $p = 1$ lui donne son influence maximale).

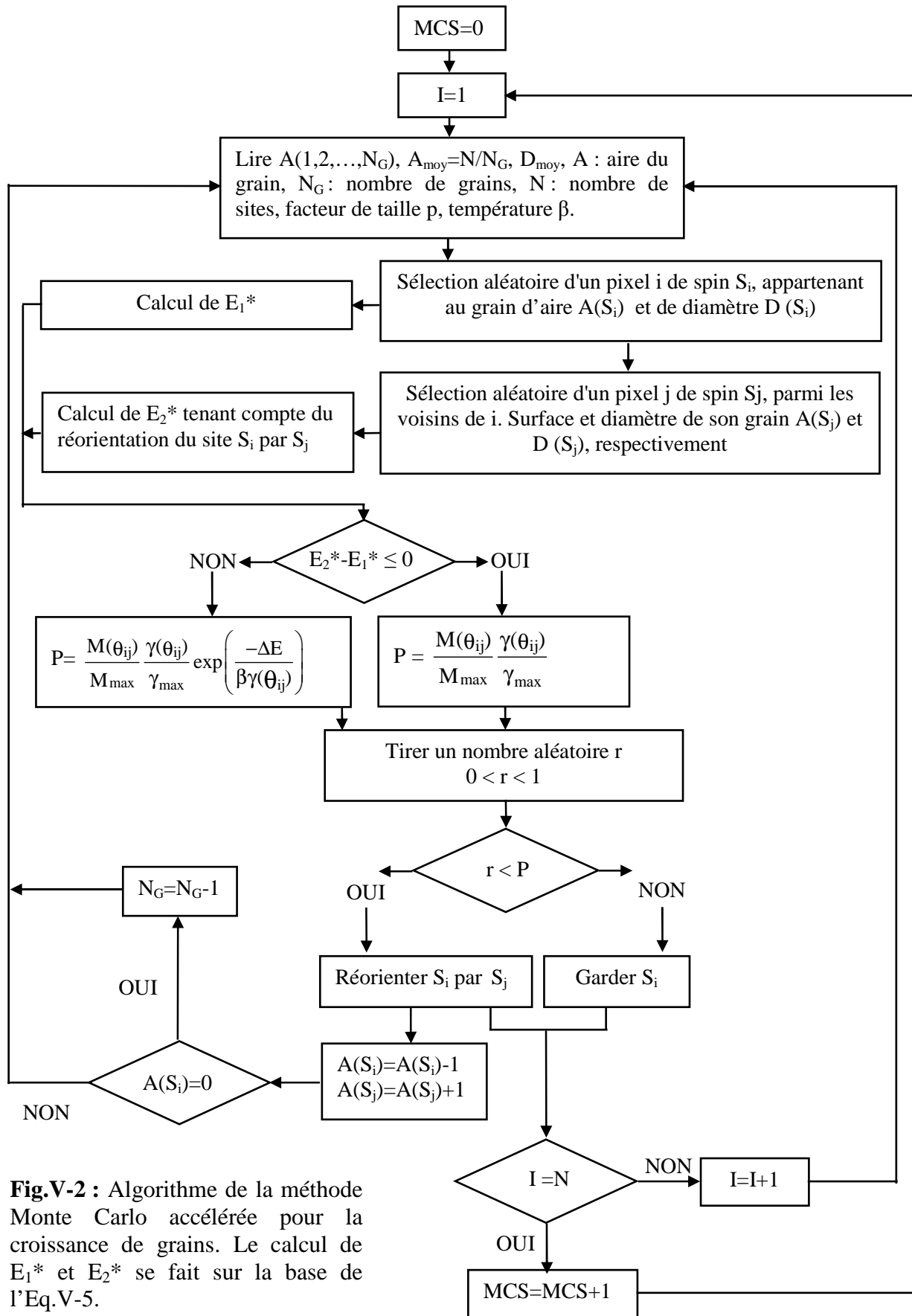


Fig.V-2 : Algorithme de la méthode Monte Carlo accélérée pour la croissance de grains. Le calcul de E_1^* et E_2^* se fait sur la base de l'Eq.V-5.

En plus des motivations expérimentales, plusieurs arguments peuvent justifier l'introduction d'un tel effet de taille. La vision classique de la cinétique de croissance de grains montre que la pression motrice est inversement proportionnelle à la courbure du joint de grain [Burke, 1949 ; Burke & Turnbull, 1952 ; Humphreys & hatherly, 2004]. Évidemment, en début de croissance, les petits grains ont une probabilité plus élevée d'avoir un faible rayon de courbure de leurs joints, qui sont donc soumis à une pression motrice plus élevée. Les hypothèses que la pression motrice est inversement proportionnelle au rayon de courbure et que la vitesse de joints de grains est proportionnelle à la pression motrice mènent à la loi de croissance parabolique classique [Burke, 1949 ; Burke et Turnbull, 1952 ; Humphreys & hatherly, 2004; Atkinson, 1988]:

$$D^n - D_0^n = kt \quad (\text{V-6})$$

n est l'exposant de croissance ($n=2$ dans cette analyse) et k est une constante.

A partir de cette analyse, de Burke et Turnbull, les questions de la topologie et son influence sur la croissance des grains ont été abordées dans de nombreux articles (cf. §II-3) [Abbruzzese et al., 1992 ; Nordbakke et al., 2002]. Des questions comme le voisinage des grains en fonction de leurs tailles (à savoir la loi Aboav-Weaire [Aboav, 1980]) et des courbures de leurs joints ont été analysées [Nordbakke et al., 2002]. En croissance normale, il est généralement admis que les gros grains croissent au détriment des plus petits (par exemple, [Nordbakke et al., 2002]). C'est la raison pour laquelle nous avons proposé de modifier le terme d'énergie du site (E_i^* au lieu de E_i) par l'introduction, de manière explicite, les tailles de grains locaux. Pour cela, nous avons utilisé le paramètre p qui peut moduler l'effet de taille de grains ou le supprimer définitivement. En considérant quelques exemples de joints de grains, on peut voir que l'utilisation de E_i^* au lieu de E_i peut conduire à des situations beaucoup plus nombreuses favorables au déplacement des joints. Ceci est illustré schématiquement sur la figure (V-3), où deux sites sur les deux côtés d'un joint de grains sont pris en compte. Leur désorientation θ est supposée supérieure à θ^* , ce qui donne une énergie de joint de grains égale à l'unité ($\gamma=1$) selon l'équation (V-3). Avec la définition classique de l'énergie, E_i , il n'y a aucun avantage énergétique ($\Delta E = 0$) lors du déplacement du joint de grain. Avec la définition modifiée de l'énergie, E_i^* , le joint de grains se déplace vers le plus petit grain, avec un gain relativement considérable d'énergie ($\Delta E^* = -0,52$). Ce haut degré de réorientation se traduit également dans les cinétiques de croissance que nous aborderons dans la suite de ce chapitre.

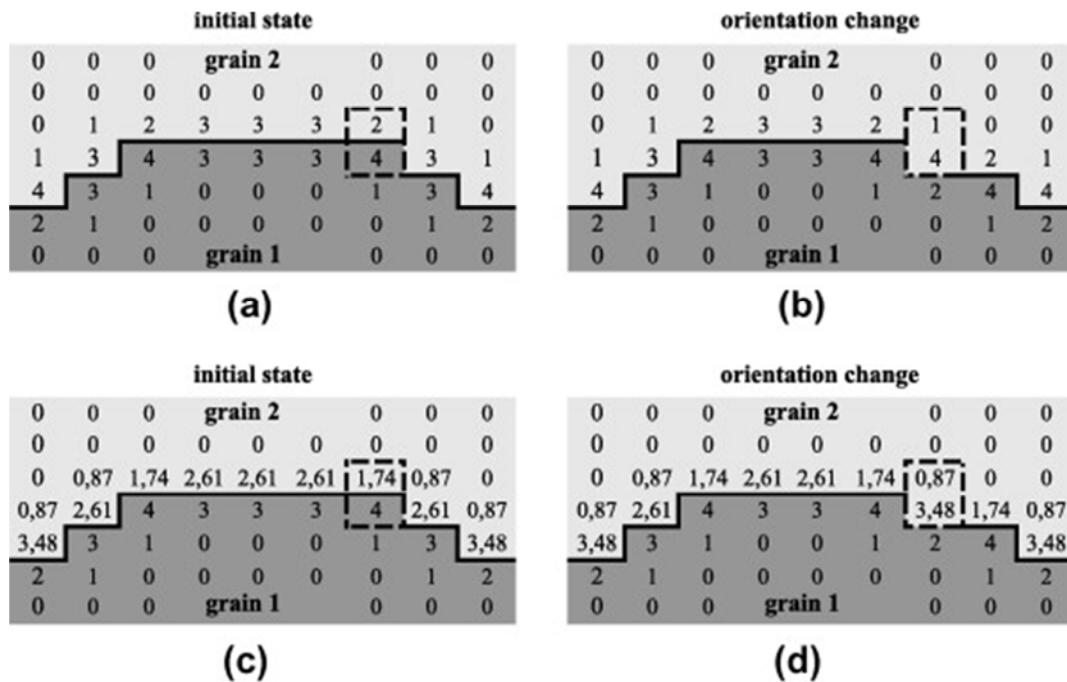


Fig.V-3 : Représentation schématique montrant la distribution de l'énergie le long d'un joint de grains: (a) l'état initial avec la définition standard de E_i , (b) après la tentative de réorientation avec la définition standard de E_i , (c) l'état initial avec la définition modifiée de E_i^* , (d) après la tentative de réorientation avec E_i^* modifiée.

Dans les cas (c) et (d), le grain 1 est supposé avoir un diamètre $D_1 = D_m$, tandis que le grain 2 un diamètre $D_2 = 4D_m$. E_i^* sont calculées avec $p = 0,1$.

V-3-3- Données d'entrée pour la simulation

V-3-3-1- Matrice initiale

Les données utilisées comme matrices d'entrée pour initier les simulations sont celles d'une cartographie EBSD faite sur l'échantillon (630°C, 3h), qui est considéré comme étant en toute fin de recristallisation primaire. En utilisant un critère de désorientation interne (GOS) de 2°, cet échantillon présente une fraction volumique recristallisée de 99,9% [Ayad et al., 2012]. Cette carte, de 0,270 mm² de surface qui correspond à un ensemble de 1.080.948 (1254 x 862) pixels, est obtenue avec un pas de mesure de 0,5µm, en utilisant un FEG-MEB JEOL 6490 équipé d'un système EBSD de HKL Technology. Le taux d'indexation brut est égal à 94,1%. Afin d'éviter tout problème ultérieur à cause des pixels non indexés, une procédure de nettoyage (noise reduction) est appliquée afin d'obtenir 100% d'indexation en utilisant le logiciel de post-traitement CHANNEL5. Cette cartographie contient 3104 grains déterminés

avec un critère de détection de grains de 5° . Ce nombre diminue jusqu'à 2982 grains après l'élimination des grains ayant moins de 4 pixels de surface. La taille moyenne des grains, calculée à partir de la surface totale et le nombre de grains corrigé, est égale à $10.8\mu\text{m}$. La cartographie EBSD, nettoyée, que nous avons utilisée pour lancer la simulation de croissance de grains, est présentée sur la figure (V-4).

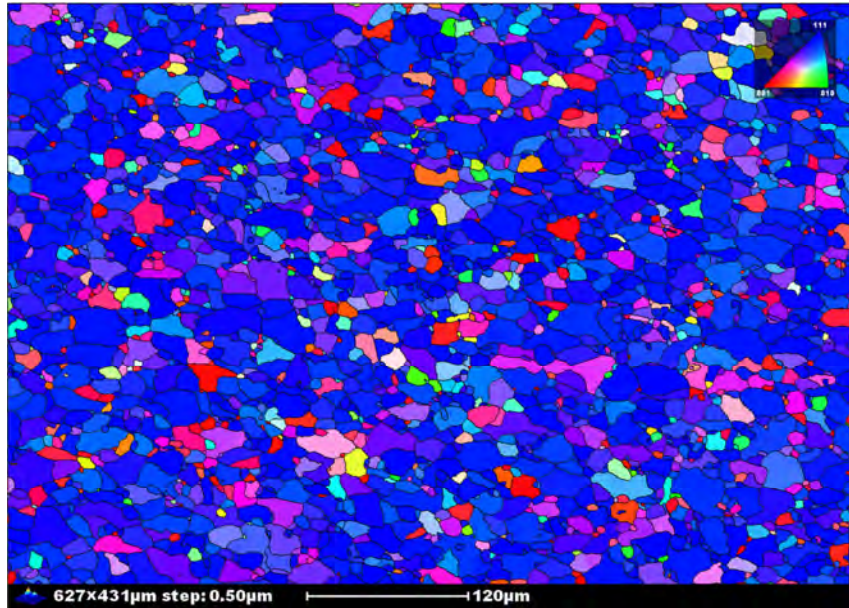


Fig.V-4 : Cartographie EBSD d'entrée et sa texture, utilisées pour la simulation de croissance.

V-3-3-2- Température du réseau (β)

Le choix du paramètre β est important dans toute étude de simulation Monte Carlo. La valeur de la température de réseau β (aussi appelée : paramètre de fluctuations de température [Rollett et Manohar, 2004 ; Wang et al., 2011]) ne doit pas être, ni trop faible, au point de freiner les joints, ni trop élevée pour conduire à une distorsion du réseau [Holm et al., 2003; Gruber et al., 2009]. Pour étudier l'influence de β sur la croissance des grains et choisir sa valeur la plus adéquate pour notre cas, nous avons fait plusieurs tests de croissance, sur la matrice d'entrée choisie, avec $p=0$ (cas classique c-à-d sans effet de taille), en utilisant plusieurs valeurs de β (0.3, 0.5, 0.7, 0.9 et 1.1). La figure V-5 montre les résultats du calcul à 175 MCS. Pour les faibles valeurs de β (0.3 et 0.5), la vitesse de croissance est très faible et les tailles de grains obtenues sont respectivement 12.15 et $12.60\mu\text{m}$. Pour les valeurs de β relativement élevées (0.7, 0.9 et 1.1), nous constatons une stabilité de l'évolution de la taille

de grains à partir de $\beta=0.7$. La taille finale de grains varie de $12.82\mu\text{m}$ pour $\beta=0.7$ jusqu' à $12.87\mu\text{m}$ pour $\beta=1.1$. Donc au delà de $\beta=0.7$, la vitesse de croissance est peu sensible à la température du réseau. De plus, les simulations avec de valeurs relativement élevées de β (0.9 et 1.1) conduisent à l'appariation de petites courbures de forme 'S' sur les joints de grains. Par conséquence, nous avons déduit que $\beta = 0,7$ est la valeur optimale pour la simulation de croissance de grains (la même valeur de β a été utilisée dans le travail de Gruber et al. [Gruber et al., 2009]).

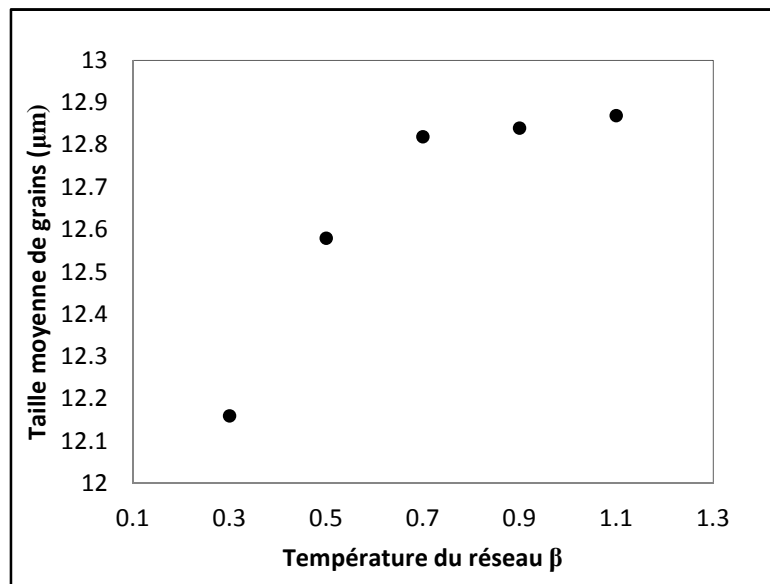


Fig.V-5 : Influence de la température du réseau sur le grossissement de grains

V-3-4- Test de l'algorithme modifié

Le test le plus fréquent de l'efficacité de la simulation de croissance de grains est celui de la croissance d'un grain circulaire dans une matrice à deux grains. Cette croissance doit donner un exposant de croissance égale à 2 [Anderson et al., 1984]. Pour cela, nous avons créé une matrice (de 100×100 pixels) à deux orientations ou à deux grains (Fig.V-6a). Le rayon initial r_0 du grain circulaire est de 20 pixels (avec une aire initiale $A_0 = \pi \cdot r_0^2$). Dans cette simulation, le calcul est fait sans considération de l'effet de taille ($p=0$) et avec une valeur de $\beta=0.7$. Au cours de la croissance, le joint se met en mouvement vers son centre de courbure, ce qui mène au rétrécissement du grain circulaire (Fig.V-6). L'évolution de l'aire de ce grain en fonction du temps est présentée sur la courbe de la figure (V-6f). Nous voyons clairement que cette évolution est linéaire ($A \propto t$). Ainsi, nous pouvons déduire que l'évolution de la taille de ce grain suit une loi parabolique ($r^2 \propto t$), avec un exposant de croissance égal à 2, exposant

théorique donné par Burke et Turnbull [Burke et Turnbull, 1952]. Cette vérification constitue une première évaluation très positive pour notre simulation.

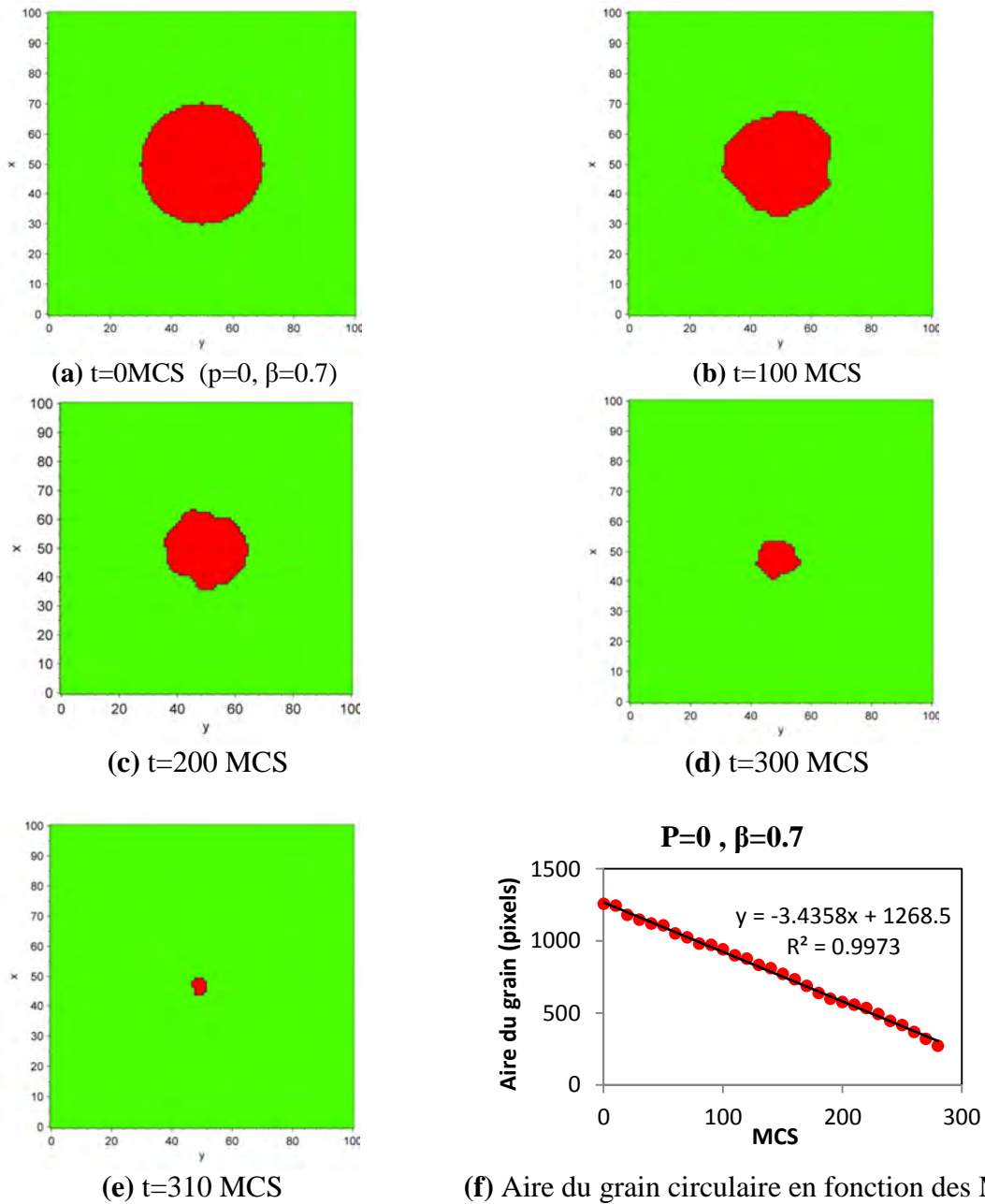


Fig.V-6 : Evolution du grain circulaire dans une matrice à deux grains (avec $p=0$ et $\beta=0.7$).

V-4- RESULTATS ET DISCUSSION

V-4-1- Influence du facteur de taille sur la vitesse de croissance des grains

Les simulations ont été lancées avec différentes valeurs du facteur de taille p , de l'équation (V-5), en utilisant les mêmes données initiales, celles de la cartographie de l'échantillon (630°C, 3h). Un exemple de l'évolution de la microstructure avec la simulation $p=0.5$ est reporté dans l'annexe n°2. Le tableau (V-1) présente le nombre de MCS nécessaire pour atteindre un diamètre moyen de grain donné, $D_m = K D_{mi}$ avec D_{mi} taille moyenne de grain initiale et $k=2, 3$ ou 4 . Lorsque le facteur de taille de grains n'est pas activé ($p = 0$), la vitesse de croissance est sensible à la valeur de β , cet effet devient moins marqué quand $p > 0$. Il apparaît clairement que la croissance est beaucoup plus rapide lorsque le facteur de taille de grains est activé, la vitesse de croissance augmente considérablement lorsque l'exposant p augmente. Par exemple, pour tripler la taille initiale de grains, avec $p=0$, il faut 66 500 MCS contre seulement 55 MCS avec $p=1$.

Tableau V-1: Temps de simulations pour de différents diamètres de grains calculés avec plusieurs valeurs du facteur de taille p .

Exposant p	MCS		
	$D_m=2xD_{mi}$	$D_m=3xD_{mi}$	$D_m=4xD_{mi}$
1.00	30	55	70
0.75	35	65	85
0.50	45	85	110
0.25	80	150	205
0.05	230	500	740
0.00	2250	66 500*	244 000*

* valeur extrapolée selon l'Eq.V-6 sur la base des données des 1000 premiers MCS

V-4-2- Comparaison des résultats de simulation avec l'évolution expérimentale

V-4-2-1- Cinétiques

La figure (V-7) présente les cinétiques de croissance de grains pour les différentes valeurs de p (0, 0.05, 0.25, 0.5, 0.75 et 1). Il est clair que ces cinétiques sont loin des résultats du cas classique, en particulier, pour les valeurs les plus élevées de p . Dans le cas où $p = 0.25$, la cinétique de croissance de grains est presque linéaire, ce qui ne correspond pas à une loi de croissance de l'équation (V-6) où l'exposant de croissance n est généralement compris entre 2 et 5 [Anderson et al., 1984 ; Humphreys & hatherly, 2004]. Ce n'est que pour les faibles valeurs de p ($p < 0,1$) que les courbes paraboliques apparaissent. Par exemple, pour $p = 0.05$, la loi de croissance est parabolique et l'exposant n est égal à 2.2.

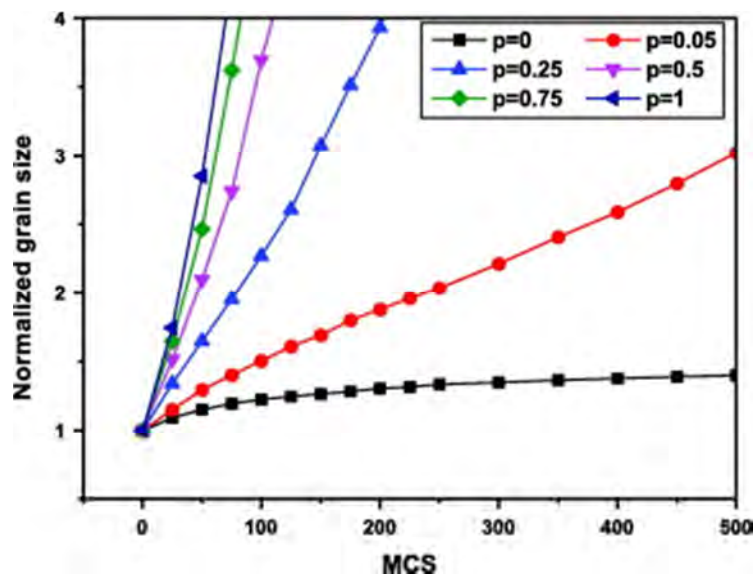


Fig.V-7: Evolution de la taille de grains normalisée (D_m/D_{mi}) en fonction du temps (MCS).

Pour $p = 0$, la croissance est un peu plus lente que pour $p = 0.05$ et l'exposant de croissance est proche de 4. Pour le cas $p=0$, la cinétique est légèrement améliorée, par le remplacement de la matrice initiale, texturée, par une matrice isotrope (les véritables orientations de grains sont remplacées par d'autres, choisies au hasard (Fig. V-8)), en gardant les grains initiaux. Effectivement, après 5000 MCS, les aires moyennes de grains sont 412 et 375 μm^2 , respectivement pour les cas isotrope et texturé. Une telle différence entre les cas isotrope et anisotrope a déjà été signalée et attribuée à la plus grande fraction de joints à faibles angles 'LAGB' (de faibles mobilités) dans le matériau texturé [Grest et al., 1985, Holm et al., 2001; Gruber et al., 2009].

Les résultats obtenus pour les différentes simulations montrent que le paramètre p permet de contrôler la cinétique de croissance. Dans les matériaux réels, la situation est un peu différente, un état quasi-stationnaire est observé après une période de croissance initiale. Il a été signalé que pour le fer pur, n est égal à 2,5 et varie avec la température [Hu, 1974 ; Anderson et al., 1984]. Dans un travail plus ancien de Higgins [Higgins, 1974], l'exposant de croissance dans le Fe- α augmente jusqu' à ~ 11 avec des températures décroissantes. L'évolution de la taille du grain rapporté par Tong et al. [Tong et al., 2010], pour un acier IF, montre également que l'exposant de croissance n est supérieur à 10. Il apparaît alors que la cinétique réelle est différente de celle obtenue par la simulation, dans sa forme classique et avec l'introduction du facteur de taille de grains. Ceci est, le plus souvent, attribué à la présence des particules d'une 2^{ème} phase, tels que : TiC ou $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ [Seong et al., 2010 ; Wang

et al., 2006], origine de l'épinglage des joints de grains [Raabe & Hantcherli, 2005]. Ce facteur n'est pas pris en compte dans notre simulation.

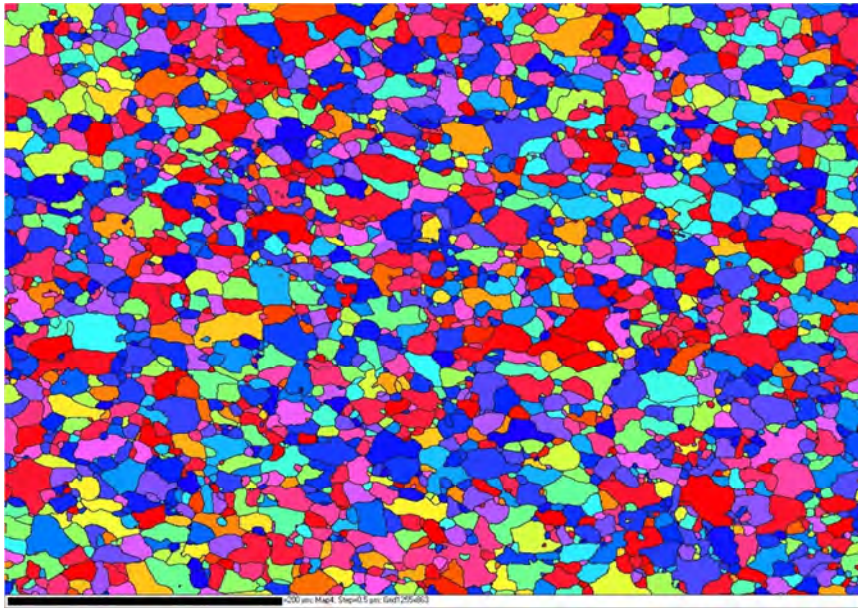


Fig. V-8: Matrice initiale isotrope où les orientations de la matrice texturée (Fig.V-4) sont remplacées par d'autres choisies au hasard.

V-4-2-2- Distributions de tailles de grains

La Figure (V-9) présente les distributions de tailles de grains normalisée D/D_m (le diamètre de chaque grain D , divisé par le diamètre moyen D_m) obtenues à partir des cartographies EBSD des deux états expérimentaux (initial et final). Globalement, ces résultats montrent des distributions similaires, comme ceci est prévu par le principe de l'autosimilarité caractéristique de la croissance normale de grains [Mullins, 1998]. Cette figure montre cependant que, après croissance de grains, le domaine de variation de D/D_m devient relativement réduit et la fraction relative des grains au début de la courbe est plus ou moins constante, sauf pour les plus petits grains. La distribution de tailles de grains de l'état recristallisé est la plus proche d'une distribution log-normale.

La Figure (V-10) montre les distributions de tailles de grains obtenues par simulation avec les différentes valeurs de p . Ces distributions sont calculées lorsque la taille moyenne de grains D_m est comparable à celle obtenue à partir de l'échantillon expérimental (c-à-d aux temps de simulation pour lesquels $D_m = 2D_{mi}$, où D_{mi} est la taille moyenne des grains de l'état initial).

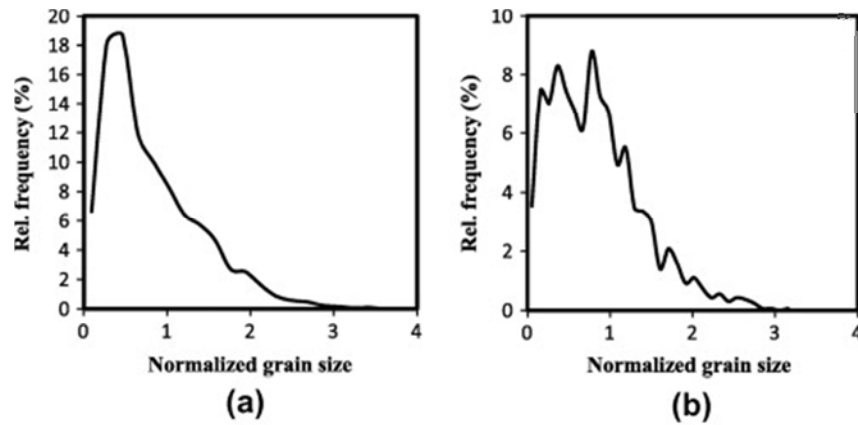


Fig.V-9: fréquence relative de grains en fonction de D/D_m pour les deux états expérimentaux : (a) état initial (630°C, 3h), (b) après croissance de grains (800°C, 5h).

Pour les simulations avec les valeurs plus élevées de p ($p = 1$ et $p = 0.75$), il y a plus de grains de petites tailles que dans le cas expérimental (Fig. V9-b). Ceci est principalement dû à la croissance très rapide de gros grains, qui mène à la fragmentation des petits grains. Ces dernières disparaissent, en plusieurs petites parties, identifiées par la suite comme des petits grains séparés. Les distributions avec des valeurs moins élevées de p , en particulier le cas $p = 0.50$, ressemblent fortement à la distribution expérimentale de tailles de grains.

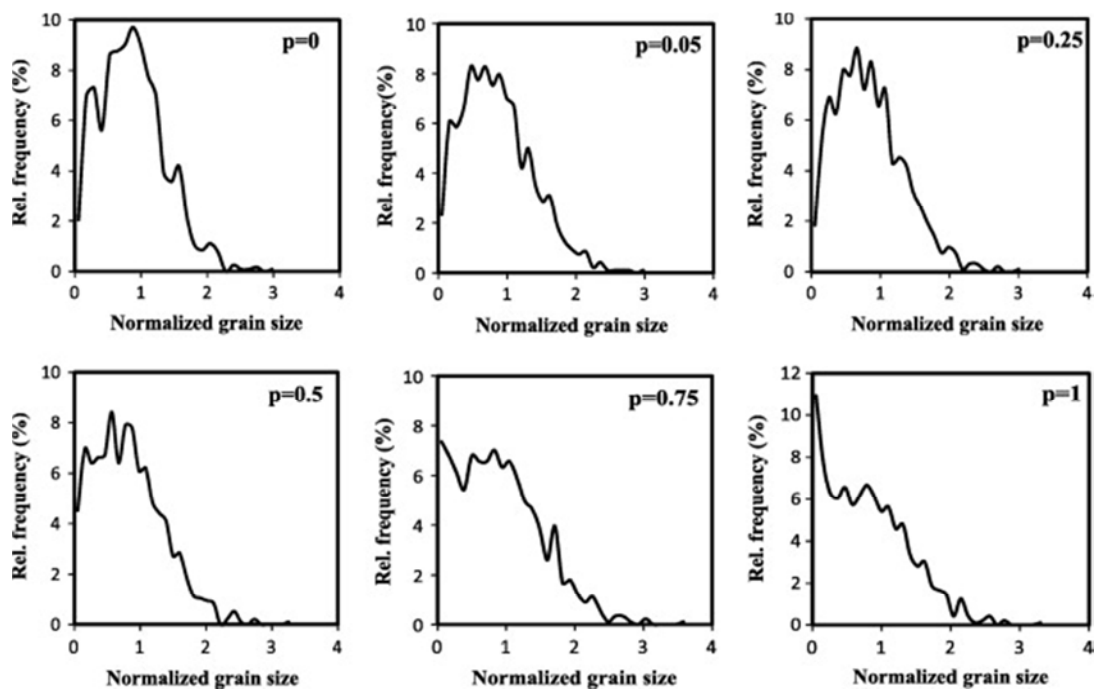


Fig. V-10: Distribution de tailles de grains à $D_m=2D_{mi}$, issues des simulations avec de différentes valeurs du facteur p .

Pour les plus faibles valeurs de p ($p = 0.25$ et $p = 0.05$), la similitude avec la distribution expérimentale est également correcte, sauf pour les grains de très petite taille, qui sont moins nombreux dans les simulations.

La distribution de tailles de grains pour $p = 0$ confirme les résultats de simulation obtenus avec de faibles valeurs de p . Elle est similaire à la distribution des tailles de grains expérimentale initiale. Cette dernière donne le meilleur ajustement à une distribution log-normale (Fig.V-11). Par conséquent, la simulation avec $p = 0$ donne la distribution de tailles de grains la plus proche à une distribution log-normale. L'accroissement de la valeur de p augmente la déviation par rapport à une distribution log-normale de tailles de grains.

Afin de montrer une possible compatibilité entre la distribution de tailles de grains de l'état expérimental final et les distributions issues des simulations, nous avons utilisé un test statistique, à savoir le test de Kolmogorov-Smirnov [Chakravarti & Laha, 1967]. C'est un test d'hypothèse utilisé, d'une part, pour déterminer si un échantillon (distribution) suit bien une loi donnée connue par sa fonction de répartition continu, la distribution log-normale dans notre cas. Et d'autre part, pour montrer si deux distributions suivent la même loi. Nous l'avons utilisé pour la comparaison entre les distributions expérimentales de tailles de grains et celles obtenues par simulation. Ce test a bien confirmé que la simulation avec $p = 0.5$ présente la distribution la plus proche de l'état expérimental final (Fig.V-11).

Il convient de noter que le nombre de grains restant, dans les états finals de simulation, est environ 800 grains après un nombre initial 2982 de grains. Ce nombre de grains est inférieur à celui de l'état expérimental final (1667 grains dans les deux cartographies collées).

Globalement, les distributions de tailles de grains obtenues à partir de la simulation sont plutôt réalistes et ressemblent à la distribution de l'état expérimental, excepté pour les valeurs élevées de p , notamment les cas où $p > 0.75$.

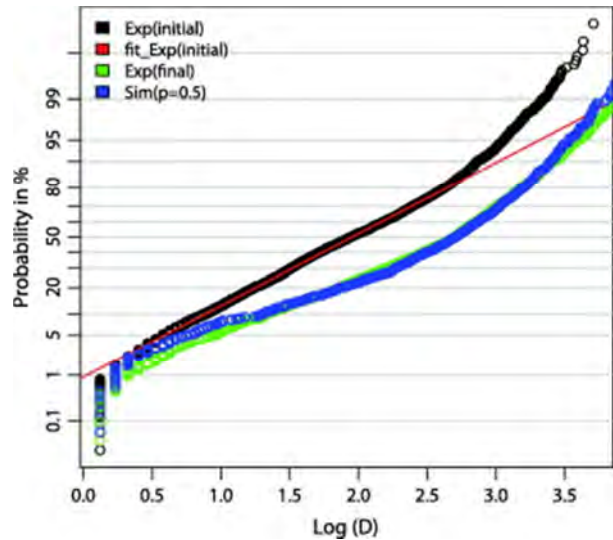


Fig.V-11: Probabilités inverses cumulées des distributions de tailles de grains : état expérimental initial (630°C, 3h) et son ajustement à une distribution log-normale, état expérimental final ((800°C, 5h) et simulation avec $p=0.5$.

V-4-2-3- Distribution du caractère des joints de grains

L'évolution de la distribution du caractère des joints de grains a été également analysée. Le caractère des joints signifie l'angle de désorientation entre les (sites des) grains voisins. En termes de répartitions d'angles de désorientation, l'évolution au cours de la croissance de grains est extrêmement limitée : les deux distributions sont assez similaires avec une très légère augmentation des joints à grands angles (HAGB) après croissance de grains.

La figure (V-12) représente la fraction de joints ayant des désorientations inférieures à un angle de désorientation ω donnée (courbe cumulative) pour : les deux cas expérimentaux, la simulation avec $p = 0$ et pour une distribution aléatoire d'orientations (distribution de Mackenzie [Mackenzie, 1958]).

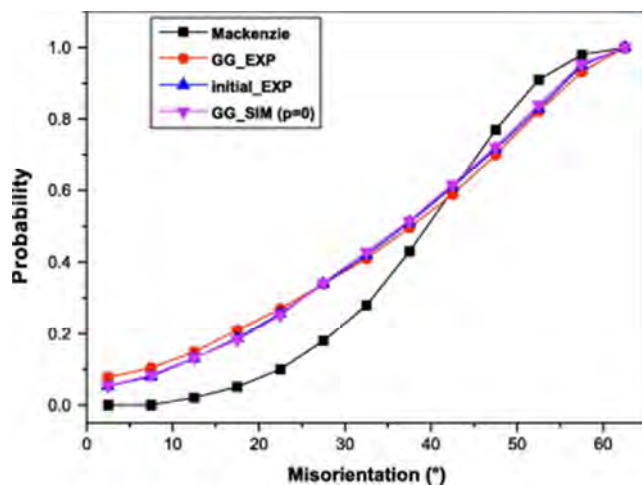


Fig.V-12: Distribution des désorientations pour les cas suivants :

Expérimentaux (recristallisé et après croissance), simulation avec $p=0$ et la distribution de Mackenzie (texture aléatoire)

Les courbes expérimentales et de simulation sont très proches et diffèrent significativement de la distribution de Mackenzie, en particulier pour les désorientations en dessous de 40° . Par exemple, environ 20% de désorientations sont inférieures à 15° pour les données expérimentales, alors que seulement $\sim 2\%$ sont prévues pour une distribution aléatoire ou uniforme.

V-4-2-4- Texture de croissance

- Texture expérimentale

La figure (V-13) montre la texture expérimentale finale de l'échantillon (800°C , 5h). La FDOC de cet échantillon a été calculée à partir des orientations individuelles de deux cartographies EBSD collées (cf. §V-2).

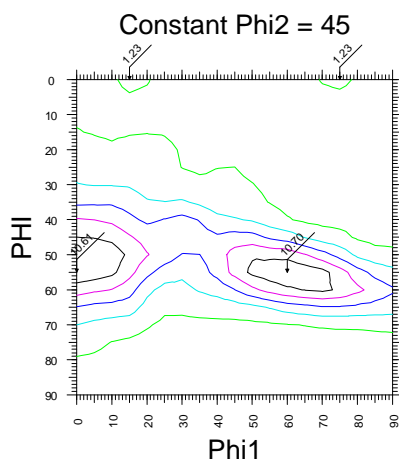


Figure V-13 : Texture expérimentale finale (800°C , 5h), section $\phi_2=45^\circ$ de la FDOC.

Levels (1.,3.,5.,7.,9.,11., 13.)

Rappelons que pour cet échantillon, la texture est constituée principalement d'une fibre γ avec une dispersion importante, en particulier dans la direction de la fibre α (c-à-d., $\phi_1=0^\circ$). La valeur de la FDOC diminue de 8.7 à 6.9 autour de $\{111\} \langle 112 \rangle$ (par rapport à l'état recristallisé de la figure V-4) et semble avoir le même niveau autour de $\{111\} \langle 110 \rangle$ avec une $f(g)=10.7$ (Fig.V-13).

La fraction volumique ou poids d'une composante de texture est le moyen le plus simple pour comparer deux textures de même type (cf. § I-2-4-4). Si on utilise le concept de composantes de texture, une composante est définie comme une orientation idéale g_i et son poids associé w_i (fraction volumique) est calculé comme l'intégrale de la FDOC autour de l'orientation g_i avec une dispersion donnée. Pour les matériaux de structure CFC, le calcul se fait sur des sphères centrées sur les composantes considérées, avec un rayon estimé à partir des dispersions réelles autour de ces composantes. Pour les matériaux CC, la texture est généralement caractérisée

par des fibres (tubes d'orientations) et la dispersion doit être définie sous forme de cylindres le long du squelette.

Pour simplifier les calculs, bien que notre texture soit sous forme de fibres, nous avons utilisé des sphères de rayon 15° , centrées sur les orientations idéales g_i . La dispersion de texture de la fibre γ est suffisante pour englober la sphère considérée. Avec cette hypothèse, il y a juste une petite sous-estimation du poids des composantes, acceptable pour une étude comparative du même type de texture.

Avec une telle définition, les composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ ont, respectivement, un poids de 22.3% et 20.6% pour l'état initial (fin de recristallisation primaire) et un poids de 25.2% et 16.7% après la croissance des grains.

- *Textures de simulation*

La figure V-14 présente les textures de croissance, obtenues par les simulations décrites précédemment, lorsque la taille moyenne de grains D_m atteint le double de sa valeur initiale ($D_m = 2D_{mi}$).

D'après les sections $\varphi_2=45^\circ$ de la FDOC (Fig.V-14), quelle que soit la valeur de p utilisée dans la simulation, les sections de la FDOC obtenues sont globalement similaires et ressemblent à la texture expérimentale de croissance (Fig.V-13). Autour de l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$, la densité de la FDOC augmente de 10.8 (état initial) jusqu'à 13.2 (simulation avec $p=1$). L'évolution de la densité de la FDOC autour de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est moins marquée que dans le cas expérimental. Autour de $\{111\}\langle 112\rangle$, la fonction de texture augmente légèrement de 8.7 jusqu'à 9.6, respectivement pour l'état initial et la simulation avec $p=1$.

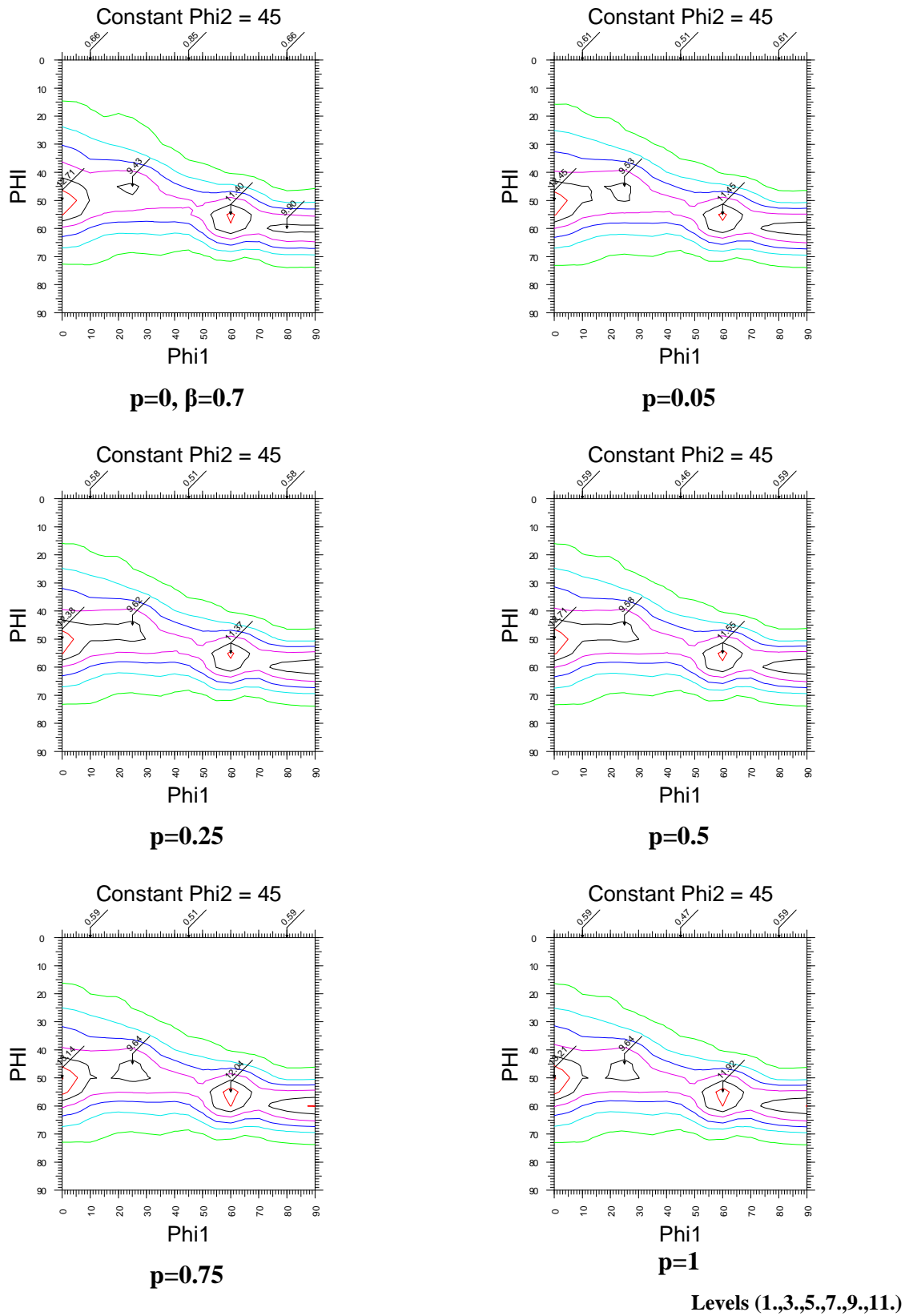


Fig. V-14 : Textures de croissance de grains obtenues par simulation avec différentes valeurs de p .

En utilisant une fois de plus le concept de composantes, les poids des composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$, pour chaque valeur de p , sont indiqués dans le tableau (V-2).

Tableau V-2 : Poids des composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ après croissance de grains, obtenus expérimentalement et par simulations.

		Poids de composante (%)	
		$\{111\}\langle 110\rangle$	$\{111\}\langle 112\rangle$
Exp.	(630°C-3h)	22.3	20.6
	(800°C-5h)	25.4	16.7
Sim. ($D_m/D_{mi}=2$)	($p=1$)	25.2	22.5
	($p=0.75$)	25.4	22.8
	($p=0.5$)	24.9	22.5
	($p=0.25$)	24.5	22.4
	($p=0.05$)	24.5	22.0
	($p=0$)	24.4	21.6

Dans toutes les simulations, les poids de la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ augmentent et atteignent un niveau qui correspond bien à la réalité expérimentale. Notons que la simulation avec $p=0$ donne la plus faible augmentation. Par contre, le poids de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ augmente légèrement dans tous les calculs, ce qui s'oppose à la tendance expérimentale. Cette tendance (augmentation des deux composantes dans la fibre γ) se poursuit aussi avec les simulations donnant plus de croissance. Par exemple, pour $D_m=3D_{mi}$ et $p = 0,05$, les poids de ces composants sont respectivement 28,0% et 24,5%. Ce comportement est cohérent avec la situation initiale en termes de textures partielles (cf. §V-2).

Les textures partielles de la figure (V-1) montre que les orientations des plus gros grains sont plus concentrées dans la fibre γ d'une manière semblable pour les deux composantes (Fig. V-1a), tandis que les orientations des petits grains sont plus dispersées autour des deux fibres α et γ (Fig. V-1b). Au cours de la croissance, les petits grains des deux fibres disparaissent et conduisent au renforcement de la fibre γ . La croissance des plus gros grains de la fibre γ se fait d'une manière semblable pour les deux composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$. Cela justifie bien l'évolution de la texture qu'on a observé dans les simulations, en particulier, lorsque le facteur de taille p est activé. La faible différence, entre les FDOC expérimentales et celles obtenues à partir des simulations de croissance, est très probablement liée aux hypothèses simplificatrices faites sur l'énergie et la mobilité des joint de grains, spécialement, la mobilité qui est supposée constante dans tous les calculs et aussi la non considération des

jointes CSL (principalement les $\Sigma 3$) qui pourraient avoir des mobilité et des énergies distinctes [Choi, 2002], ce qui peut influencer l'évolution de la texture.

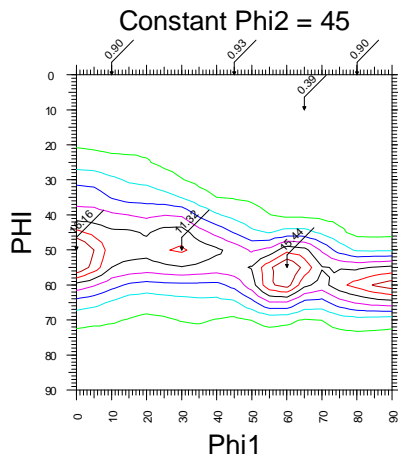


Fig. V-15 : Texture de simulation de croissance de grains, cas $D_m=3D_{mi}$ avec $p=0.05$.

Levels (1.,3.,5.,7.,9.,11.,13.,15.)

V-5- CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons présenté les modifications apportées au modèle de Potts en 2D, afin de simuler la croissance normale de grains dans les aciers IF. Notre principale contribution à la simulation de croissance de grains est l'introduction d'un facteur de taille modulable (paramétré par p), dans le modèle de Potts. Ce facteur permet de mieux rendre compte de la pression aux joints de grains ; il permet également d'accélérer, de manière significative, le calcul par rapport au modèle classique. L'introduction d'un tel paramètre permet en plus d'obtenir des cinétiques de croissance comparables à la théorie.

Notre modèle permet aussi une entrée directe des données expérimentales fournies par les cartographies EBSD et génère les résultats en termes de distributions de tailles de grains, distributions d'orientations (texture) et de désorientations aux joints de grains qui peuvent être directement comparés aux données expérimentales.

Les résultats obtenus pour les différentes simulations montrent que le paramètre p permet de contrôler la cinétique de croissance. La simulation sans la considération de l'effet de tailles de grains ($p=0$) donne un exposant de croissance est égal à ~ 4 or la théorie classique de Burke et Turnbull prévoit un exposant égal à 2. Cet écart est dû à la présence d'une grande fraction de joints à faibles angles dans le matériau initial texturé ainsi qu'à la présence de quelques précipités. Notons qu'avec $p=0.05$, nous pouvons reproduire la cinétique parabolique ($n=2$) prévue par le modèle classique de croissance de grains. Ces cinétiques restent cependant très rapide par rapport aux cinétiques expérimentales (n est égal à ~ 11). Ceci est dû au non prise

en compte des précipités inhibiteurs de croissance, telles que TiC et $Ti_4C_2S_2$, dans notre modèle.

L'introduction d'un tel paramètre de taille permet aussi de préserver l'autosimilarité de la distribution de tailles de grains et mène à des distributions de tailles de grains qui sont en meilleur accord avec les observations expérimentales.

Ce paramètre a cependant un effet limité sur l'évolution de la texture, car les textures finales obtenues à partir des différentes simulations sont très proches. Notons que ces évolutions de textures reproduisent globalement les principales caractéristiques de la texture expérimentale finale, c-à-d., les renforcement de la fibre γ aux dépens de ceux de la fibre α avec une composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ plus intense que la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$. Cependant, les simulations mènent à une augmentation des poids de ces deux composantes, ce qui s'écarte un peu de la tendance expérimentale qui est caractérisée par une augmentation de l'intensité de la composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ et une légère diminution de l'intensité de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$. La différence d'évolution texturale entre les simulations et la réalité expérimentale peut être justifiée par les hypothèses nécessairement simplificatrices faites sur l'énergie et la mobilité des joints de grains et la non considération des joints CSL qui ont, à priori, des valeurs distinctes d'énergie et de mobilité.

bibliographiques

- Abbruzzese G., Heckelmann I., Lucke K., *Acta Metall. Mater.* 40 (1992) 519–532.
- Aboav D.A., *Metallography* 13 (1980) 43–58.
- Anderson M.P., Srolovitz D.J., Grest G.S., Sahni P.S., *Acta Metall.* 32 (1984) 783–791.
- Atkinson H.V., *Acta Metall.* 36 (3) (1988) 469.
- Ayad A., Wagner F., Rouag N., Rollett A. D., *Computational Materials Science*, 68 (2013) 189–197.
- Ayad A., Allain-Bonasso N., Rouag N., Wagner F., *Mater. Sci. For.* 702–703 (2012) 269–272.
- Bozzolo N., Dewobroto N., Grosdidier T., Wagner F., *Mater. Sci. Eng. A397* (2005) 346–355.
- Burke J.E., *A.I.M.E. Trans.* 180 (1949) 73.
- Burke J.E., Turnbull D., *Prog. Metal Phys.* 3 (1952) 220–244.
- Chakravarti I.M., Laha R.G., Roy J. (Eds.), *Handbook of Methods of Applied Statistics*, Wiley, New York, 1967.
- Choi S.-H., *Mater. Sci. Forum* 408–412 (2002) 469.
- Chun Y.B., Semiatin S.L., Hwang S.K., *Acta Mater.* 54 (2006) 3673–3689.
- Grest G.S., Srolovitz D.J., Anderson M.P., *Acta Metall.* 33 (1985) 509–520.
- Gruber J., Miller H.M., Hoffmann T.D., Rohrer G.S., Rollett A.D., *Acta Mater.* 57 (2009) 6102–6112.
- Higgins G.T., *Met. Sci.* 8 (1974) 143–150.
- Holm E. A., Zacharopoulos N. and Srolovitz D. J., *Acta mater.* 46(3) (1998) 953–964.
- Holm E.A., Hassold G.N., Miodownik M.A., *Acta Mater.* 49 (2001) 2981–2991.
- Holm E.A., Miodownik M.A. and Rollett A.D., *Acta Mater.* 51 (2003) 2701–2711
- Holm E. A., Glazier, J. A., Srolovitz, D. J. & Grest, G. S.. *Phys. Rev. A* 43 (1991) 2662–2668.
- Hu H., *Can. Metall. Quart.* 13 (1974) 275–286.
- Humphreys F.J., Hatherly M. (Eds.), *Recrystallization Related Annealing Phenomena*, 2nd edition, Elsevier, Oxford, 2004.
- Mackenzie J.K., *Biometrika* 45 (1958) 229–240.
- Mullins W.W., *Acta Mater.* 46 (17) (1998) 6219–6226.
- Nordbakke M.W., Ryum N., Hunderi O., *Acta Mater.* 50 (2002) 3661–3670.
- Raabe D., Hantcherli L., *Comput. Mater. Sci.* 34 (2005) 299–313.
- Read. W. T and Shockly. W, *Phys. Rev.*, 78 (1950) 275
- Rollett A.D., Manohar P., in: D. Raabe, F. Roters, F. Barlat, L.-Q. Chen (Eds.), *Continuum Scale Simulation of Engineering Materials*, Wiley-VCH, Weinheim, (2004)77–114.

Sawina G., Gerspach F., Bozzolo N., Mater. Sci. Forum 558–559 (2007) 1163–1169.

Seong B.S., Shin E., Choi S.-H., Choi Y., Han Y.S., Lee K.H., Tomota Y., Appl. Phys.9
(2010) 613–620.

Tong W.P., Chen W.Y., Wagner F., Zuo L., He J.C., Mater. Sci. For. 638–642 (2010) 2799-
2804.

Wang S., Holm E.A., Suni J., Alvi M.H., Kalu P.N., Rollett A.D., Acta Mater. 59 (2011)
3872–3882.

Wang Z.D., Guo Y.H., Sun D.Q., Liu X.H., Wang G.D., Mater. Charact. 57(2006) 402–407.

Warrington H. and Boon M., Acta Met. 23 (1975) 499.

Winning M., Rollett A.D., Gottstein G., Srolovitz D.J., Lim A., Shvindlerman L.S., Philos.
Mag. 90 (2010) 3107–3128.

Conclusions et Perspectives

CONCLUSION GENERALE

La maîtrise de la microstructure et de la texture pour l'optimisation des propriétés des alliages industriels doux, tels que les aciers IF, nécessitent la compréhension des différents phénomènes physico-chimiques qui régissent, les étapes du processus de recristallisation. Dans ce vaste contexte, notre travail est une contribution dans la compréhension et la modélisation des changements microstructuraux qui ont lieu pendant la recristallisation d'un acier IF, en particulier en croissances normale des grains. L'acier IF est un alliage à grande capacité d'emboutissage et est destiné à l'industrie de l'automobile.

Une combinaison de caractérisations expérimentales et de modélisation a été envisagée. La caractérisation et le suivi des microstructures et l'évolution de leurs propriétés anisotropes nécessitent à la fois l'utilisation de techniques locales comme la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) en microscopie à balayage et de techniques globales comme la diffraction des rayons X. Les observations expérimentales permettent la détermination des différents états métallurgiques de l'acier étudié et connaître et maîtriser les cinétiques de recristallisation et de croissance. L'introduction des paramètres expérimentaux dans les matrices initiales des simulations de croissance, en formes et orientations de grains, permet une application de modèles très proches de la réalité.

La comparaison des résultats des simulations de croissance de grains avec la réalité expérimentale, ce qui n'est pas très fréquent dans la littérature sur la croissance normale, nécessite d'une part l'introduction de données d'entrée, de l'état de fin de recristallisation primaire, pour la modélisation et d'autre part des données finales de l'état de croissance avancée, pour la validation expérimentale du modèle.

Plusieurs traitements thermiques ont été effectués pour déterminer ces deux états métallurgiques à partir d'un état laminé à 70% de réduction. Dans cette démarche, plusieurs techniques telles que : la microdureté, le contraste de bande et la dispersion d'orientation (GOS) ont été utilisées pour étudier la cinétique de recristallisation primaire. Nous avons aussi utilisé une technique originale de dispersion d'orientation normalisée, développée au cours de cette étude. Toutes ces méthodes ont montré que l'échantillon (630°C, 1h) est en fin de recristallisation primaire et possède une taille moyenne de grain de l'ordre de 10µm. En croissance, la taille maximale de grains est observée pour l'échantillon (800°C, 5h) et représente le double de celle de l'échantillon avant croissance. En effet, dans ces aciers, pour

des températures qui doivent rester en dessous de celle du point de transformation α - γ (environ $0,55T_f$), la croissance de grains est limitée.

Les techniques de détermination de texture, locale et globale, montrent que la texture de laminage est caractérisée par l'existence des deux fibres α et γ , avec une fibre α plus intense que la fibre γ . Cette tendance est inversée au cours de la recristallisation primaire où la fibre γ se renforce aux dépens de la fibre α . Au cours de la croissance de grains, la composante la valeur de la FDOC diminue de 8.7 à 6.9 autour de $\{111\} \langle 112 \rangle$ et semble avoir le même niveau autour de $\{111\} \langle 110 \rangle$, avec une valeur maximale de 10.7.

En parallèle nous avons développé et utilisé un modèle numérique pour l'étude de croissance de grains, basé sur la méthode de Monte Carlo. Nous avons introduit un concept original de prise en compte modulable de la taille des grains qui est basé sur des observations expérimentales des textures partielles de certaines sous populations de grains. Cela permet à la fois de mieux rendre compte de la pression aux joints de grains et d'accélérer très significativement les volumineux calculs. De plus, en faisant varier le facteur de taille, nous pouvons contrôler les cinétiques de croissance de grains et les comparer avec la réalité. Ce modèle permet une entrée directe des données expérimentales fournies par les cartographies EBSD et génère des résultats en termes de distributions de tailles de grains, distributions d'orientations cristallographiques ou désorientations de joints de grains qui peuvent être directement comparés aux données expérimentales.

Les cinétiques de croissance montrent que les exposants de croissance obtenus à partir des simulations sont largement inférieurs aux exposants expérimentaux. Par exemple, pour des simulations avec un facteur de taille variant de 0 à 0.05, les cinétiques de croissance suivent une loi parabolique et donnent un exposant de croissance variant respectivement de 4 à 2. Tandis que les cinétiques expérimentales donnent un exposant de croissance proche de 11. La force motrice pour le grossissement provient uniquement de la courbure des joints de grains. Elle est diminuée de la force de freinage de Zener, due à la présence des précipités (carbures de titane), qui ne sont pas prises en compte dans la simulation.

La considération de l'effet de tailles de grains dans la simulation de croissance des grains permet également de préserver l'autosimilarité de la distribution de tailles de grains et mène à des distributions de tailles de grains qui sont en meilleur accord avec les observations expérimentales. Cependant, ce paramètre a un effet très limité sur la texture car les textures finales obtenues à partir des différentes simulations sont très proches. Dans toutes les simulations, le poids de la composante $\{111\} \langle 110 \rangle$ augmente et atteint un niveau qui

correspond bien à la réalité expérimentale. Par contre, le poids de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ augmente légèrement dans tous les calculs, ce qui s'oppose à la tendance expérimentale qui prévoit une légère diminution de cette composante.

Une simulation par un modèle Monte Carlo modifié, utilisant en entrée des données expérimentales a permis de reproduire les principales caractéristiques de l'évolution de la microstructure et de la texture en utilisant des hypothèses simplificatrices sur l'énergie des joints de grains et sur leur mobilité qui est supposée constante. L'introduction de fortes hypothèses sur l'énergie et la mobilité, notamment de quelques joints spéciaux (CSL), pourrait palier les petits écarts entre la simulation et l'expérience.

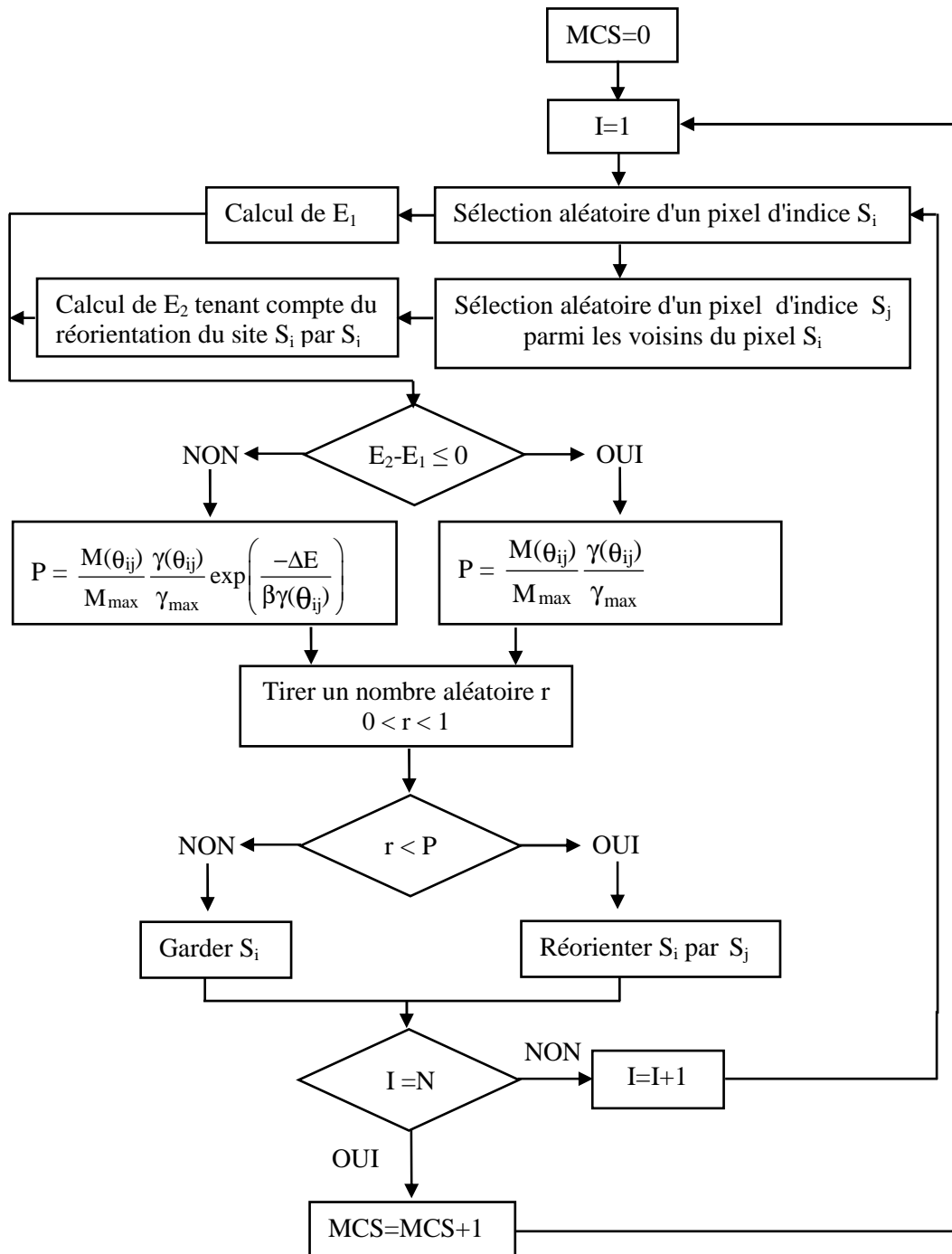
PERSPECTIVES

Afin d'approfondir la compréhension du phénomène de recristallisation, plusieurs axes de recherche sont possibles, sur la base d'approches expérimentales et numériques. A partir des résultats de notre travail, il nous a paru intéressant de poursuivre notre recherche avec l'introduction de l'effet d'épinglage des joints par les particules d'une 2^{ème} phase et d'autres hypothèses sur les énergies et les mobilités des joints de grains. Du fait de la flexibilité de la technique de Monte Carlo, nous pensons élargir l'application du modèle conçu à l'issue de cette thèse, pour qu'il couvre les axes suivants:

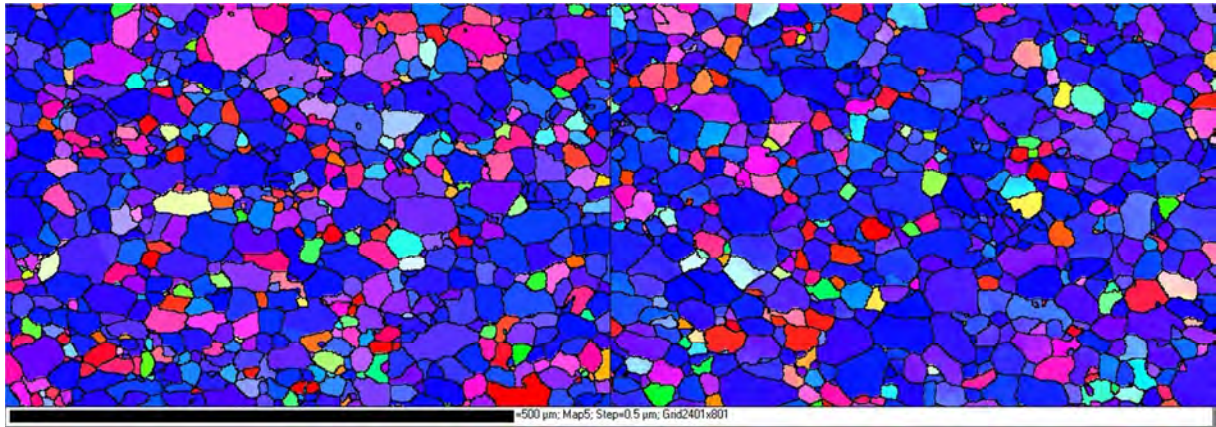
- Dans le cadre de ce travail, notre modèle a été appliqué à un seul matériau (acier IF). Son application à d'autres matériaux est de nature à généraliser les conclusions obtenues, en particulier pour les alliages hexagonaux (titane ou zirconium, par exemple), qui présentent souvent des croissances de grains beaucoup plus importantes.
- Le suivi in situ de l'évolution de la microstructure et de la texture lors de la recristallisation primaire, afin de comprendre les mécanismes qui régissent ce phénomène et les exploiter dans les simulations. Il faudrait en effet améliorer la connaissance de l'étape de germination (cinétique du taux de germination, localisation de la germination).
- La modélisation de la recristallisation primaire sur la base du modèle issu de ce travail. Cette démarche nécessite une approche pour la quantification de l'énergie stockée au cours de la déformation, afin de l'introduire dans notre modèle étendu. Les données expérimentales pour l'énergie stockée sont très difficiles à acquérir lorsque le matériau est très déformé. Les modèles de plasticité cristalline prenant en compte le comportement élastique peuvent être un substitut pour fournir ces données.

- L'extension de notre modèle 2D à un modèle 3D : cette procédure nécessite l'utilisation de microstructures d'entrée en 3D, ce qui est accessible maintenant soit par le biais de générateurs des microstructures synthétiques (équipe de A.D. Rollett, par exemple) ou par des caractérisations expérimentales en volume, accessibles par le nouveau microscope 'Dual Beam' (acquis récemment par le LEM3).

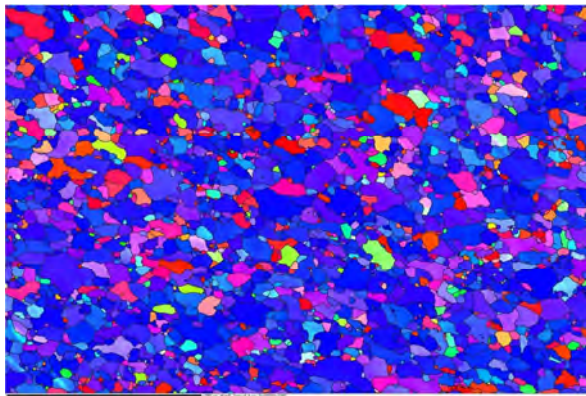
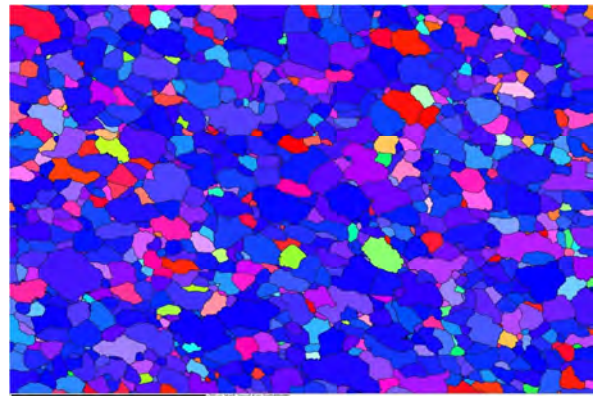
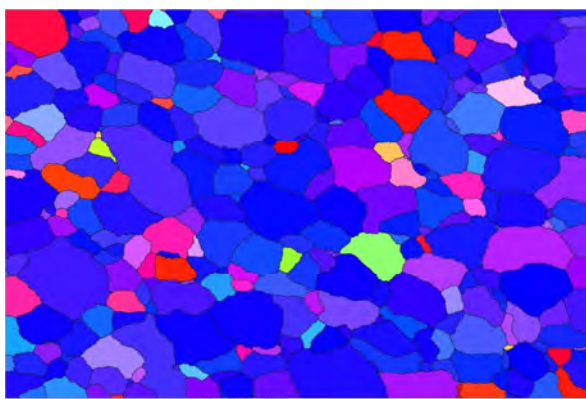
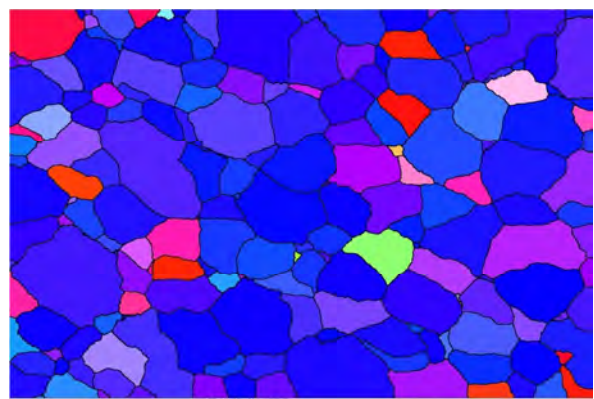
Annexe n°1 : Algorithme standard de la simulation Monte Carlo



Annexe n°2 : Microstructures de la croissance des grains



Microstructures expérimentales (850°C-5h)

*MCS=0MCS**MCS=25MCS**MCS=50MCS**MCS=75MCS*Microstructures de Simulation (avec $p=0.5$)

ملخص

هذه الدراسة تمثل مساهمة في فهم و محاكاة الآليات المجهرية التي تتحكم في تغيرات البنية النسيجية خلال إعادة البلورة الأولية ونمو الحبيبات. الهدف الرئيسي منها هو تحديد الخصائص التي تسمح بمتابعة تطور البنية النسيجية و تحديد الآليات الأساسية التي تحكم هذا التطور من اجل تصميم نموذج لمرحلة النمو العادي للحبيبات في الفولاذ IF. مقارنة نتائج محاكاة نمو الحبيبات مع السلوك التجريبي يتطلب بيانات تجريبية، أولا من أجل إدخالها في النموذج و ثانيا للحالة النهائية من اجل قبول النموذج. لقد اجرينا دراسة تجريبية مفصلة لمرحلتي إعادة البلورة الأولية ونمو الحبيبات، و ذلك انطلاقا من حالة الدرفلة 75 %. لقد قمنا بدراسة البنية النسيجية العامة بتقنية DRX و المحلية عن طريق ال EBSD وذلك بالموازاة مع تتبع نسبة إعادة البلورة، توزيع حجم الحبيبات و تباين الاتجاهات بالإضافة لحركية إعادة البلورة الأولية و نمو الحبيبات. لقد قمنا بإعداد نسخة معدلة لتقنية مونت كارلو 'Monte Carlo' من أجل محاكاة النمو العادي للحبيبات حيث أدخلنا مفهوم جديد يأخذ بعين الاعتبار تأثير متغير لحجم الحبيبات. هذا المفهوم يركز على دور بعض أنماط احجام الحبيبات في تحديد البنية النسيجية النهائية. إذ يسمح بتقييم أفضل للضغط على حدود الحبيبات و تسريع للعمليات الحسابية بشكل معتبر. إن إدخال عامل حجم الحبيبات يسمح بالتحكم في حركية النمو و توليد الحركية النظرية، أي حركية تتبع معدلة قطع مكاني (n=2). بالإضافة إلى ذلك، النتائج المتحصل عليها تبين أن خاصية التشابه الذاتي لتوزيع حجم الحبيبات تبقى محفوظة و أن التوزيعات المتحصل عليها في اتفاق مع الملاحظات التجريبية. في جميع عمليات المحاكاة تزداد كثافة المركبة النسيجية $\{111\} <110>$ لتصل إلى مستوى يتوافق مع واقع التجربة، أما كثافة المركبة $\{111\} <112>$ فتزداد زيادة طفيفة ما يتعارض مع الاتجاه التجريبي الذي يبين انخفاضا طفيفا في شدة المركبة. تجدر الإشارة إلى أن معامل حجم الحبيبات الذي أدخل في النموذج له تأثير محدود على البنية النسيجية.

الكلمات الدلالية

الفولاذ IF، EBSD، Monte Carlo، النمو العادي للحبيبات ، حركية، البنية النسيجية، توزيع حجم الحبيبات، تباين الاتجاهات، إعادة البلورة الأولية، تشوه DRX.

Abstract

The present study is a contribution to understanding and modeling the microstructural mechanisms that control the changes in the crystallographic texture during recrystallization and grain growth. Our aim is to determine the characteristics that allow the following of texture evolutions and identifying the fundamental mechanisms that govern this evolution, in order to model the normal grain growth stage, in IF steel. The comparison of grain growth simulation results with the experimental behavior requires initial data for the model development and final data for its validation. For this, a detailed experimental study was performed of primary recrystallization grain growth stages, starting from 75% rolled state. We characterized the crystallographic texture, global by XRD and local by EBSD, in parallel of following the recrystallized fractions, the grain sizes and misorientations distributions and the kinetics of recrystallization and grain growth. For the simulation of normal grain growth, a modified version of the Monte Carlo technique was implemented. An original concept, using a consideration of an adjustable effect of grain size, has been introduced. This concept is based on the role of certain subpopulations of grains in the control of the final texture. It allows not only better account for the pressure at the grain boundaries but also accelerates significantly large calculations. The introduction of such grain size parameter allows to control the growth kinetics and generates the parabolic law ($n = 2$), predicted by theory. In addition, the self-similarity of the distribution of grain sizes is preserved and the distributions obtained are in agreement with the experimental observations. In all simulations, the intensity of the component $\{111\} \langle 110 \rangle$ increases and reaches a level that corresponds to the experimental reality. The intensity of component $\{111\} \langle 112 \rangle$ increases slightly in all calculations, which opposes to the experimental trend which provides a slight decrease of this component. It should be noted that the introduced grain size parameter has a very limited effect on the texture evolution in our model.

Keywords:

IF steels, XRD, EBSD, Monte Carlo, normal grain growth, kinetics, texture, grain size distribution, misorientation, recrystallization, deformation.

Résumé

Cette étude est une contribution dans la compréhension et la modélisation des mécanismes microstructuraux qui contrôlent les changements de la texture cristallographique, au cours de la recristallisation et de la croissance des grains. Notre objectif est de pouvoir déterminer les caractéristiques qui permettent de suivre l'évolution des textures et d'identifier les mécanismes fondamentaux, qui régissent cette évolution, pour pouvoir modéliser l'étape de croissance normale de grains, dans un acier IF. La comparaison des résultats de simulations de croissance de grains avec le comportement expérimental nécessite des données, initiales pour la mise au point de la modélisation et finales pour sa validation. Pour cela, nous avons effectué une étude expérimentale détaillée, depuis l'état laminé à 75%, des étapes de recristallisation primaire et de croissance des grains. Nous avons caractérisé les textures cristallographiques, globale par DRX et locale par EBSD, parallèlement au suivi des fractions recristallisées, des distributions de tailles de grains et de désorientation, des cinétiques de recristallisation et de croissance. Pour la simulation de la croissance normale des grains, nous avons mis en œuvre une version modifiée de la technique Monte Carlo. Nous avons introduit un concept original d'une prise en compte modulable de l'effet de la taille des grains. Ce concept s'articule sur le rôle de certaines sous-populations de grains, pour le contrôle de la texture finale. Il permet, à la fois, de mieux rendre compte de la pression aux joints de grains et d'accélérer les volumineux calculs de manière très significative. L'introduction d'un paramètre de taille de grains modulable permet de contrôler la cinétique de croissance et de générer la forme parabolique ($n=2$), prévue par la théorie. Par ailleurs, l'autosimilarité de la distribution de tailles de grains est préservée et les distributions obtenues sont en accord avec les observations expérimentales. Dans toutes les simulations, l'intensité de la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ augmente et atteint un niveau qui correspond bien à la réalité expérimentale. Par contre, celle de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ augmente légèrement dans tous les calculs, ce qui s'oppose à la tendance expérimentale qui prévoit une légère diminution de cette composante. Il faut souligner que le paramètre de taille de grains introduit dans notre modélisation a un effet très limité sur la texture.

Mots clés :

Aciers IF, DRX, EBSD, Monte Carlo, croissance normale, cinétique, texture, distribution de tailles de grains, désorientations, recristallisation, déformation.