



**HAL**  
open science

# Hétérogénéité de la déformation plastique des monocristaux de nickel déformés à froid par ECAE

Daniel Goran

► **To cite this version:**

Daniel Goran. Hétérogénéité de la déformation plastique des monocristaux de nickel déformés à froid par ECAE. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2007. Français. NNT : 2007METZ021S . tel-01748977

**HAL Id: tel-01748977**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748977v1>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THESE

Présentée à



L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

Par

**Daniel GORAN**

Pour l'obtention du grade de :

**Docteur de l'Université de Metz**

**SPECIALITE : Sciences des matériaux**

**OPTION : Physique**

## Hétérogénéité de la déformation plastique des monocristaux de nickel déformés à froid par ECAE

Soutenue le 28 juin 2007 à Metz, devant le jury composé de :

M. Edgar RAUCH	Directeur de Recherche CNRS, ENSPG, GPM2, France	Rapporteur
M. Bert VERLINDEN	Professeur à l'Université Catholique de Louvain, MTM, Belgique	Rapporteur
Mme. Nuria LIORCA-ISERN	Professeur à l'Université de Barcelone, CPCM, Espagne	Examinatrice
M. Werner SKROTZKI	Professeur à l'Université de Technologie de Dresde, Allemagne	Examinateur
M. László TOTH	Professeur à l'Université de Metz, LPMM, France	Invité
M. Satyam SUWAS	Professeur associé à l'Institut Indien de Technologie, Département Métallurgique, Bangalore, Inde	Invité
M. Thierry GROSDIDIER	Professeur à l'Université de Metz, LETAM, France	Directeur de thèse
M. Jean-Jacques FUNDENBERGER	Maître de Conférences à l'Université de Metz, LETAM, France	Co-encadrant scientifique
M. Emmanuel BOUZY	Maître de Conférences à l'Université de Metz, LETAM, France	Co-encadrant scientifique

*A ma grand-mère,  
Que tu trouves pour l'éternité l'amour, l'affection  
et la tolérance que t'a montré lors de ta vie!*

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etude des Textures et Application aux Matériaux (LETAM UMR CNRS 7078) de l'Université Paul Verlaine de Metz en collaboration avec le Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM UMR CNRS 7554) de l'Université Paul Verlaine de Metz. A ce titre, je voudrais exprimer mes remerciements à M. Francis WAGNER pour m'avoir accueilli dans le laboratoire.

Je voudrais remercier tout particulièrement M. Thierry GROSDIDIER, M. Jean-Jacques FUNDENBERGER ainsi que M. Emmanuel BOUZY pour la manière dont ils ont su diriger cette étude, les précieux conseils qu'ils m'ont donné, la confiance qu'il m'ont témoigné et l'autonomie qu'ils m'ont laissé.

Je tiens vivement à remercier également:

- M. Werner SKROTZKI, Professeur à l'Université de Technologie de Dresde, qui a accepté de présider le jury de cette thèse. J'ai beaucoup apprécié ses conseils et son aide dans les mesures de texture globale par diffraction des neutrons.
- M. Edgar RAUCH, Directeur de Recherche CNRS – ENSPG et M. Bert VERLINDEN, Professeur à l'Université Catholique de Louvain, pour l'honneur qui m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de ce travail et pour leur participation au jury de la thèse.
- Mme. Nuria LIORCA-ISERN, Professeur à l'Université de Barcelone, d'avoir accepté d'examiner cette étude et d'être membre du jury.

J'exprime toute ma reconnaissance à l'équipe de chercheurs du laboratoire LPMM qui m'ont permis d'utiliser le coude ECAE pour les essais ainsi que le modèle à lignes d'écoulement pour les simulations numériques. Notamment j'exprime ma gratitude à M. Laszlo TOTH le coordonnateur de l'équipe et M. Satyam SUWAS qui ont accepté de participer au jury de cette thèse ainsi qu'à M. André EBERHARDT et M. Patrick MOLL pour leur aide et conseils.

Que toutes les personnes que j'ai côtoyé quotidiennement ou occasionnellement trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et de toute ma reconnaissance. Le travail à leurs côtés, l'ambiance qu'ils ont su créer et la gentillesse dont ils ont toujours fait preuve m'ont énormément apporté tant sur le plan scientifique que sur le plan humain en particulier:

- Mme. Nathalie GEY qui m'a apporté toute son expérience pour l'obtention et le traitement des données EBSD. Je remercie également M. Alain HAZOTTE que Mme. GEY pour la confiance qu'ils m'ont montré en m'accordant le PostDoc dans le cadre d'un contrat d'étude avec la société CRT;
- Mme. Nathalie NICLAS pour sa disponibilité et efficacité à résoudre tous mes problèmes administratifs, surtout comme il y en a beaucoup pour les étudiants étrangers;
- Mme. Roxane ARRUFFAT MASSION pour l'aide dans la réalisation des simulations d'évolution de la texture pendant l'extrusion ECAE.
- M. Armand THIL pour l'aide dans la réalisation des mesures de texture par DRX ainsi que tous les acteurs du LETAM qu'ils soient des techniciens, ingénieurs, maître de conférences ou professeurs;
- M. Christian LARUELLE pour sa disponibilité et ses conseils avisés dans l'utilisation des logiciels scientifiques;

Je remercie chaleureusement mes camarades étudiants et stagiaires pour les bons moments partagés, de m'avoir aider et supporter surtout pendant ma période de rédaction.

Enfin mes sincères remerciements vont à ma famille et à Alina, ma fiancée, pour le soutien et les encouragements qu'ils m'ont adressé pendant toute cette période.

## *Table des matières*

<i>Introduction</i> .....	1
<hr/> <i>Chapitre I. Etude bibliographique sur l'hétérogénéité de la déformation plastique</i>	
I.1. Introduction.....	5
I.2. Matériaux à grains ultra fins .....	6
I.3. Déformation plastique des métaux.....	7
I.3.1. Stades de la déformation plastique.....	8
I.3.1.1. Glissement facile des monocristaux – Stade I .....	9
I.3.1.2. Le durcissement linéaire des monocristaux – Stade II (métaux CFC).....	10
I.3.1.3. Stade III – Durcissement et restauration dynamique dans les métaux CFC .....	11
I.3.1.4. Taux de durcissement au stades IV et V – Domaine des grands taux de déformation ..	11
I.3.2. Structures de déformation .....	13
I.3.2.1. Microstructures obtenues par glissement.....	13
I.3.2.2. Microstructures obtenues par maclage.....	18
I.3.3. Hétérogénéité de la déformation plastique .....	20
I.4. Présentation de l'ECAE.....	22
I.4.1. Introduction.....	22
I.4.2. Paramètres fondamentaux du procédé ECAE.....	23
I.4.2.1. Les angles $\Phi$ et $\Psi$ et le mode de déformation imposé par l'ECAE.....	23
I.4.2.2. Les différentes routes en ECAE.....	27
I.4.2.3. Les chemins de déformation correspondant pour chaque route.....	28
I.4.3. Paramètres expérimentaux du procédé ECAE.....	30
I.4.4. Textures obtenues par le procédé ECAE .....	31
I.4.5. Hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE .....	34
Bibliographie .....	38

***Chapitre II. Techniques de préparation et de caractérisation***

---

II.1. Choix des monocristaux .....	45
II.2. Préparation des échantillons .....	46
II.2.1. Dispositif expérimental ECAE .....	47
II.2.2. Préparation des échantillons .....	48
II.3. Techniques et paramètres utilisés pour analyser la texture globale et locale .....	49
II.3.1. Notion d'orientation individuelle .....	50
II.3.2. Calcul de la fonction de texture .....	52
II.3.3. Mesure de la texture locale par diffraction des rayons X .....	52
II.3.4. Mesure de la texture globale par diffraction des neutrons.....	54
II.3.5. Analyse d'orientations individuelles par EBSD.....	54
II.3.5.1. Aquisition des données EBSD.....	54
II.3.5.2. Exploitation courante des données EBSD .....	56
II.4. Procédure pour la modélisation et les simulations de la texture.....	57
II.4.1. Modélisation .....	57
II.4.1.1. Modèle auto-cohérent de Molinari .....	57
II.4.1.2. Approche par cisaillement simple .....	57
II.4.1.3. Approche par lignes d'écoulement.....	59
II.4.2. Simulations .....	60
Bibliographie .....	61

***Chapitre III. Mise en évidence des hétérogénéités de déformation obtenues par ECAE***

---

III.1. Hétérogénéités de déformation au niveau macroscopique .....	63
III.1.1. Echantillon A.....	63
III.1.2. Echantillon B .....	64
III.2. Etudes globales de texture des deux échantillons .....	66
III.2.1. Echantillon A.....	66
III.2.2. Echantillon B .....	67
III.3. Recapitulation des idées principales .....	67
Bibliographie .....	68

***Chapitre IV. Etude de l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE à l'échelle macroscopique***

---

IV.1. Echantillon B.....	70
IV.1.1. Textures et microstructures locales dans le plan DE .....	70
IV.1.1.1. Zone I .....	70
IV.1.1.2. Zone II.....	73
IV.1.1.3. Zones latérales ( $\Pi^G$ et $\Pi^D$ ).....	73
IV.1.1.4. Zone III.....	73
IV.1.2. Discussion sur l'hétérogénéité de la déformation dans l'échantillon B .....	74
IV.1.2.1. Partie supérieure (zone I) .....	74
IV.1.2.2. Zone du milieu (zone II et les deux zones latérales).....	76
IV.1.2.3. Partie inférieure (zone III).....	77
IV.1.3. Résumé sur l'échantillon B.....	77
IV.2 Echantillon A.....	78
IV.2.1. Textures et microstructures aux différents endroits sur l'échantillon A.....	79
IV.2.1.1. Zone I .....	79
IV.2.1.2. Zone II.....	79
IV.2.1.3. Zone latérale $\Pi^G$ .....	79
IV.1.1.3. Zone latérale $\Pi^D$ .....	81
IV.2.1.4. Zone III.....	82
IV.2.2. Interprétation de l'hétérogénéité de la déformation selon DT.....	83
IV.2.2.1. Zone II – influence cristallographique .....	84
IV.2.2.2. Zones latérales – cristallographie et géométrie du coude .....	85
IV.2.2.3. Influence des parois latérales .....	87
IV.2.3. Interprétation de l'hétérogénéité de la déformation le long de DN.....	87
IV.2.3.1. Partie supérieure (zone I) .....	87
IV.2.3.2. Partie centrale (zone II).....	91



---

## Table des matières

---

IV.2.3.3. Partie inférieure (zone III).....	92
IV.2.3. Résumé sur l'échantillon A.....	93
IV.3. Discussion et conclusions finales pour le niveau macroscopique.....	94
IV.3.1. Influence cristallographique.....	94
IV.3.2. Influence du procédé ECAE.....	95
IV.3.3. Points communs entre les deux échantillons.....	95
Bibliographie.....	97

### *Chapitre V. Evolution de la texture le long d'une ligne d'écoulement au cours du passage dans le coude ECAE*

---

V.1. Introduction .....	100
V.2. Conformité avec la texture finale .....	101
V.3. Ligne d'écoulement correspondant à la zone I .....	102
V.3.1. Description des résultats .....	102
V.3.2. Interprétation des résultats .....	102
V.3.2.1. Rotation assez homogène avant le PTC .....	102
V.3.2.2. Apparition d'une dispersion en orientation au passage dans le PTC .....	104
V.4. Ligne d'écoulement correspondant à la zone II .....	106
V.4.1. Description des résultats .....	106
V.4.2. Interprétation des résultats .....	109
V.5. Ligne d'écoulement correspondant à la zone III.....	110
V.5.1. Description des résultats .....	110
V.5.2. Interprétation des résultats .....	112
V.5.2.1. Effet de la zone morte .....	112
V.5.2.2. Effet du cisaillement dans la zone de déformation entourant le PTC .....	113
V.6. Conclusions et discussion sur la littérature .....	114
Bibliographie.....	116

***Chapitre VI. Effet de l'orientation initiale sur les mécanismes de déformation à l'échelle microscopique***

---

VI.1. Introduction.....	118
VI.2. Cinétique de la déformation plastique sur l'échantillon B .....	118
VI.2.1. Partie supérieure (zone I) .....	118
VI.2.2. Partie centrale (zone II).....	119
VI.2.2.1. Discussion.....	119
VI.2.2.2. Origine de la composante $C_E$ .....	120
VI.2.3. Partie inférieure (zone III).....	121
VI.3. Cinétique de la déformation plastique sur l'échantillon A .....	122
VI.3.1 Introduction .....	122
VI.3.2. Partie supérieure (zone I) .....	122
VI.3.2.1. Etapes I et II – Evolution de la texture .....	122
VI.3.2.2. Origine des hétérogénéités.....	124
VI.3.2.3. Deux orientations différentes – deux comportements différents .....	125
VI.3.3. Partie centrale (zone II).....	126
VI.3.3.1. Evolution de la texture.....	126
VI.3.3.2. Cinétique de la formation des caractéristiques microstructurales .....	126
VI.3.3.3 Identification des caractéristiques microstructurales .....	131
VI.3.4. Partie inférieure (zone III) – mécanismes différents .....	134
VI.4. Récapitulation des idées principales .....	137
Bibliographie .....	139

***Chapitre VII. Conclusions finales***

---

VII.1. Introduction.....	142
VII.2. Différents modes de déformation suivant DN et DT - influence du procédé.....	143
VII.3. Plusieurs étapes de déformation – influence de l'orientation et du procédé .....	143

# *Introduction*

Il est bien connu que la diminution de la taille des grains des métaux et alliages métalliques a un effet d'augmentation de la résistance mécanique sans diminuer les propriétés de ductilité comme c'est le cas de l'écrouissage. Cet avantage a amené à un très grand intérêt de fabriquer des métaux et alliages métalliques avec une taille des grains extrêmement fine (submicronique).

Les procédés thermomécaniques classiques (laminage, extrusion, étirage, recuit, homogénéisation, etc.) sont utilisés pour contrôler la taille des grains des alliages commerciaux en fonction de leur application spécifique. Parce que ces procédures classiques ne peuvent pas être utilisées pour produire des matériaux avec des tailles de grains submicroniques car il existe invariablement une limite inférieure, l'attention des chercheurs a été orientée vers le développement de nouvelles techniques qui pourront être utilisées pour la fabrication de matériaux à grains très fins ayant des tailles de grains dans le domaine submicronique.

L'extrusion coudée à aires égales (**ECAE** - **E**qual **C**hannel **A**ngular **E**xtrusion ou **ECAP** **E**qual **C**hannel **A**ngular **P**ressing) est une technique de déformation plastique sévère qui permet d'obtenir des matériaux métalliques massifs à grains très fins. Ceci est possible grâce au fait que les canaux du coude ECAE ont des sections traverses identiques et, par conséquent, l'extrusion peut être répétée afin d'introduire un grand taux de déformation et finalement affiner la taille des grains jusqu'à la limite théorique imposée par les caractéristiques du métal ou de l'alliage métallique utilisé.

Ce procédé a été inventé au début des années '80 par Segal et ses collaborateurs à l'Institut de Minsk dans l'ex-Union Soviétique et il a commencé attirer l'attention des chercheurs quinze ans après. La problématique c'était de bien comprendre l'influence de chaque paramètre sur l'évolution de la texture et de la microstructure pendant l'extrusion ECAE afin de pouvoir contrôler les propriétés finales des matériaux et trouver des applications industrielles du procédé ECAE.

Des centaines d'articles ont été publiés dans des journaux scientifiques à partir des années '90 sur l'influence des paramètres du procédé ECAE (e.g. angle du coude, nombre de passes, route suivie, etc.) sur la texture et la microstructure des différents métaux et alliages métalliques. Par contre, peu de travaux ont été dédiés à l'étude de l'hétérogénéité de la déformation plastique pendant l'extrusion ECAE.

C'est dans ce contexte, que le sujet de cette thèse a été proposé. Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une collaboration entre trois laboratoires LETAM et LPMM de l'Université Paul Verlaine de Metz et le laboratoire de l'Institut de la Physique Structurale, de l'Université de Technologie de Dresde, Allemagne. Notre partenaire Allemand s'est attaché à l'obtention des échantillons monocristallins et à la caractérisation de la texture globale par diffraction des neutrons. Les échantillons ont été extrudés au LPMM et tout le reste de l'étude concernant l'évolution de la texture et

de la microstructure pendant la déformation a été fait au LETAM à travers cette thèse.

Ce travail examine tout d'abord l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE au niveau macroscopique pour continuer l'étude au niveau microscopique et finalement s'efforcer de comprendre les origines et mécanismes qui sont à la base de cette hétérogénéité. Ce manuscrit est divisé en sept chapitres, y compris le chapitre conclusions finales.

Des rappels bibliographiques vont être faits au cours du *chapitre I* afin de mieux cerner le contexte de l'étude et la complexité du procédé ECAE ainsi que pour faire une classification des structures de déformation telles qu'elles sont décrites dans la littérature. Tout d'abord un court historique de la déformation plastique sera donné ensemble avec une présentation des matériaux à grains fins et des techniques utilisées pour obtenir ce type de matériaux. Cette première partie sera suivie par une présentation des stades de la déformation plastique et une classification des structures de déformation. Le chapitre se termine par une présentation du procédé ECAE et de la problématique dans laquelle s'inscrit le sujet de cette thèse.

Les particularités des méthodologies utilisées pour préparer les échantillons, pour déterminer et analyser les textures locales des échantillons sont détaillées dans le *chapitre II*. La technique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) associée à la microscopie électronique à balayage, a largement été utilisée pour l'acquisition de cartographies d'orientations aux différents endroits et sur différentes coupes des échantillons.

Le *chapitre III* représente une introduction dans le travail présent qui montre au lecteur l'amplitude de l'hétérogénéité de la déformation en ECAE, sans entrer dans des détails ou essayer de discuter sur les phénomènes impliqués dans ce procédé. Ainsi, les vues d'ensemble des microstructures des deux échantillons, obtenues au microscope optique, seront comparées et présentée en parallèle avec les textures globales des deux échantillons. Une courte discussion sera faite à la fin du chapitre afin de souligner les principaux sujets qui seront étudiés en détail dans les chapitres suivants.

Suite aux résultats de texture et microstructure globales présentés au chapitre III, la texture locale mesurée aux différents endroits sur les deux échantillons sera présentée au *chapitre IV* et une discussion sera faite sur la formation des différentes composantes de texture et sur l'origine des hétérogénéités trouvés au niveau de l'échantillon. Des résultats d'analyses EBSD seront utilisés parfois pour faire le lien entre la microstructure et les composantes dominantes de texture. Les résultats des calculs du facteur d'orientation des systèmes de glissement seront utilisés dans la discussion pour interpréter l'évolution de la texture et de la microstructure.

L'évolution de la texture au cours du passage du matériau dans la zone d'intersection des deux canaux en suivant des lignes d'écoulement sera présentée au *chapitre V* afin d'améliorer la compréhension des phénomènes de déformation plastique ayant lieu dans la proximité du plan théorique de cisaillement (PTC) pendant l'extrusion ECAE. L'étude a été faite par analyse EBSD dans le plan DT sur un échantillon partiellement passé dans le coude ECAE. Une discussion sera faite en prenant en compte les résultats expérimentaux, les résultats des calculs des facteurs d'orientation ainsi

## Introduction

---

que l'information existante dans la littérature qui est majoritairement composée par des études théoriques.

Le *chapitre VI*, présente une discussion finale sur les mécanismes de déformation. Des résultats expérimentaux des analyses EBSD (faites au MEB), des images prises au MET ainsi que des résultats des calculs des facteurs d'orientation et des résultats existants dans la littérature seront utilisés pour soutenir la discussion. L'ensemble de ces résultats nous a permis de proposer une explication possible pour les mécanismes mis en jeu au cours de la déformation plastique sévère par ECAE.

Dans un dernier chapitre seront présentées les *conclusions finales* du présent travail.

## **Chapitre I. Etude bibliographique sur l'hétérogénéité de la déformation plastique**

Après une courte introduction et historique de la déformation plastique sévère, les matériaux à grains fins seront présentés brièvement ainsi que les principales méthodes d'obtention de ce type de matériaux.

Une étude bibliographique sur les différents stades de la déformation plastique sera présentée suivie par la présentation des différents types de microstructures et leurs caractéristiques, obtenues par la déformation plastique des métaux et alliages métalliques. Une discussion sera faite sur l'hétérogénéité de la déformation plastique aux niveaux macro et microscopique.

Dans ce contexte de l'hétérogénéité de la déformation plastique, le procédé ECAE sera introduit et présenté. Le principe et les principaux paramètres seront présentés ainsi que les textures obtenues en ECAE.

Enfin, une étude bibliographique sur l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE sera faite et des conclusions seront tirées en même temps avec l'introduction du présent travail.

### I.1. Introduction.

Les propriétés mécaniques des métaux comme la résistance mécanique et la plasticité dépendent de beaucoup de facteurs mais, la taille moyenne des grains joue, en général, un rôle très important qui souvent est dominant. Ainsi, la résistance mécanique des matériaux polycristallins est liée à la taille des grains,  $d$ , par l'intermédiaire de l'équation de Hall et Petch :

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

où  $\sigma_y$  est la limite élastique pour un grain "y" de diamètre moyen  $d$ ,  $\sigma_0$  est une contrainte appelée "force de frottement" et  $k_y$  est une constante [Hall51, Petch53].

Il résulte de l'équation (1) que la résistance mécanique d'un matériau augmente avec la réduction de la taille de ses grains. La résistance mécanique peut être aussi améliorée à l'aide d'autres moyens comme par exemple l'écrouissage. Le phénomène d'écrouissage se traduit par le durcissement d'un métal ou d'un alliage à l'aide de la déformation plastique et correspond à une modification structurale. L'écrouissage induit une augmentation des caractéristiques de résistance (dureté, limite élastique, etc.) mais il est aussi associée à une diminution des caractéristiques de ductilité (allongement, striction, etc.). Un des plus grands avantages de la diminution de la taille des grains est le fait que les propriétés de ductilité restent au moins les mêmes avec l'augmentation de la résistance mécanique. Par conséquent, ceci a amené un très grand intérêt à fabriquer des matériaux avec une taille des grains extrêmement fine.

Il est important de préciser quand même que des résultats expérimentaux sur des métaux ont indiqué que l'équation de Hall et Petch enregistrée pour des grandes tailles de grains ne peut pas être extrapolée pour des tailles de grains inférieures à 25 nm d'après [Meyers06] ou inférieures à 20 nm d'après [Kimura95]. L'affinement de la microstructure en dessous de ces valeurs ne conduira plus à une amélioration des propriétés mécaniques et pourra même amener à un processus appelé "inverse Hall-Petch" dans lequel la résistance mécanique diminue avec la taille des grains [Chokshi89, Nieman89, Hofler90, Lu90, etc.]. Chokshi et ses collaborateurs ont été les premiers qui ont rapporté l'effet Hall-Petch négatif sur des échantillons nanocristallins de Cu et Pd. Ils ont attribué cette tendance négative à une déformation par diffusion (diffusional creep) dans des matériaux nanocristallins à la température ambiante, phénomène analogue au glissement aux joints des grains à haute température dans des matériaux à taille de grains conventionnelle.

La taille des grains des alliages commerciaux est généralement contrôlée pour chaque application spécifique à l'aide de traitements thermomécaniques prédéterminés pendant lesquels les alliages sont soumis à des régimes spécifiques de température et de sollicitations mécaniques. Ces procédures ne peuvent pas être utilisées pour produire des matériaux avec des tailles de grains submicroniques car il existe invariablement une limite inférieure, de l'ordre de quelques microns, qui représente essentiellement la taille de grains minimale facilement atteignable avec ces procédés. En conséquence, l'attention des chercheurs a été orientée vers le développement de nouvelles techniques qui pourront être utilisées pour la fabrication de matériaux à grains très fins ayant des tailles de grains dans le domaine submicronique.

### I.2. Matériaux à grains ultra fins.

Les matériaux à grains ultra fins (UFG où *ultrafine-grained materials*) sont définis comme des polycristaux ayant des très petits grains avec une taille moyenne des grains inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Pour les matériaux UFG massifs, il existe aussi des conditions additionnelles: ils doivent présenter des microstructures assez homogènes composées par des grains plus ou moins equiaxe et qui sont séparés en majorité par des joints fortement désorientés. La présence d'une grande fraction de joints de grains fortement désorientés est importante afin d'obtenir des matériaux ayant des propriétés avancées et uniques [Valiev00].

Pour synthétiser des matériaux UFG deux approches complémentaires de base ont été développées [Zhu04]:

- "bottom-up" – les matériaux UFG sont fabriqués par l'assemblage des atomes individuels ou par la consolidation des nanoparticules solides. Parmi ces techniques "bottom-up" on peut donner des exemples comme: la condensation en gaz inerte [Gleiter89], l'électrodéposition [Erb93], le broyage à billes avec condensation ultérieure [Koch92], le broyage cryogénique avec pressage isostatique à chaud [Luton89]. En pratique ces techniques sont souvent limitées à l'obtention d'échantillons assez petits qui pourront être éventuellement utilisés pour des applications dans des domaines comme la microélectronique mais en général ces techniques ne sont pas appropriées pour des applications structurales à grande échelle. De plus, les produits finis obtenus avec ces techniques contiennent invariablement des porosités résiduelles ainsi qu'une petite contamination qui est introduite pendant la fabrication.
- "top-down" – est une approche différente de celle présentée ci-dessus parce qu'elle consiste dans le traitement par déformation plastique sévère d'un matériau massif solide, ayant des gros grains, afin de diminuer la taille moyenne de ses grains. Cette approche évite les produits à dimensions réduites et la contamination qui sont deux caractéristiques inhérentes aux matériaux produits par l'approche "bottom-up" et elle a aussi l'avantage de pouvoir être facilement appliquée à un grand nombre d'alliages ou matériaux composites.

Pour transformer un matériau à gros grains en un matériau UFG il est nécessaire, premièrement, d'imposer une déformation extrêmement grande afin d'introduire une grande densité de dislocations et, deuxièmement, ces dislocations doivent par la suite se réarranger pour former un réseau de joints de grains. En pratique, par contre, des procédés conventionnels comme l'extrusion ou le laminage ne possèdent pas l'aptitude nécessaire pour produire des matériaux UFG à cause de deux raisons principales; premièrement, pour ces procédés la déformation totale imposée est limitée par une réduction correspondante de la coupe transverse des pièces en discussion. Deuxièmement, la déformation plastique totale introduite par ces procédés classiques est insuffisante pour produire des structures UFG à cause de la faible formabilité des alliages métalliques à la température ordinaire et à des températures relativement basses. A cause de ces limitations, l'attention a été concentrée au développement de procédés alternatifs basés sur l'application de la déformation plastique sévère qui impose des taux de déformation extrêmement grands à des températures relativement basses sans produire des changements des dimensions des pièces. Dans leur article récent Valiev et ses collaborateurs [Valiev00] ont présentée une vue d'ensemble sur l'utilisation de ces techniques dans la fabrication des matériaux massifs nanostructurés.

Au moins en principe, l'utilisation de la déformation plastique sévère, avec l'objectif d'obtenir des alliages avec des propriétés supérieures, a une longue histoire qui date de la Chine antique



[Wang06] ou les forgerons du Moyen-Orient qui produisait l'acier de haute qualité de Damas [Sherby01]. Cependant, les bases de la recherche scientifique dans le domaine de la déformation plastique sévère ont été proposées pour la première fois par Bridgman aux Etats-Unis, il y a plus de 50 ans. Dans ces expériences Bridgman a utilisé des disques métalliques soumis à des différentes pressions et simultanément à une déformation par torsion en utilisant une technique qui aujourd'hui pourra être considérée comme une méthode classique de déformation plastique sévère [Bridgman52]. Même s'il a réussi à montrer le potentiel d'obtenir une meilleure déformabilité par l'application des grandes pressions, malheureusement la pression maximale de 0,2 Gpa appliquée n'a pas été suffisante pour obtenir des propriétés exceptionnelles. En conséquence, malgré l'évidence d'une innovation avec un succès potentiel, dans son premier travail, les principes du traitement des alliages par la déformation plastique sévère ont reçu peu d'attention dans les cercles académiques ainsi que dans les tentatives d'utiliser cette nouvelle technique dans l'industrie.

### I.3. Déformation plastique des métaux.

Il est maintenant bien établi que la déformation plastique des cristaux métalliques est produite sous l'action des contraintes externes et que cette déformation est un phénomène qui se manifeste sous deux formes principales: le glissement et le maclage.

Dans *le glissement*, le passage d'une dislocation dans le cristal ne laisse aucune trace; le cisaillement étant une période du réseau, celui-ci est reconstitué sans perturbation derrière la dislocation.

*Le maclage*, au contraire, est un mode de déformation qui s'accompagne d'une modification cristalline en volume. Il peut se décrire comme un cisaillement homogène d'une partie du cristal située entre deux plans d'accolement ou plans de macles. La partie maclée est globalement basculée et amenée dans une position symétrique de celle de la matrice par rapport à un plan de macle qui joue le rôle de plan miroir.

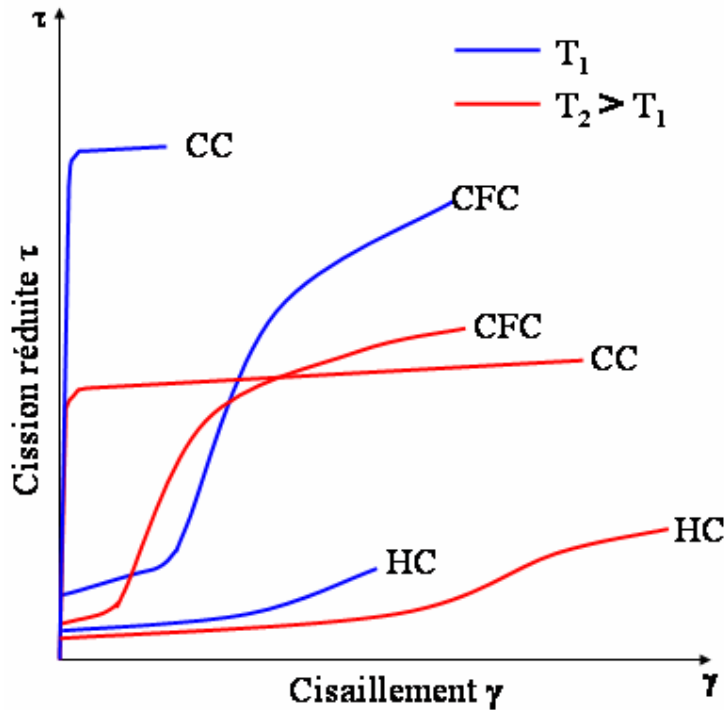
Les principaux facteurs qui influencent le type de déformation plastique, par glissement ou par maclage, sont l'énergie de faute d'empilement ( $\gamma_{SFE}$  – Stacking Fault Energy), la température, la taille des grains et le taux de déformation. Pour le cas des métaux ayant une structure cristalline *cubique à faces centrées* (CFC), qui seront le principal sujet de cette étude bibliographique, des fortes  $\gamma_{SFE}$  (Al, Ni) signifient que la déformation sera faite principalement par glissement sur un ou plusieurs systèmes de glissement  $\{111\}\langle 110\rangle$ , tandis que pour des métaux à faible  $\gamma_{SFE}$  (Ag, Au, laitons, etc.) le maclage dans des plans  $\{111\}$  et suivant des directions  $\langle 112\rangle$  sera le principal mode de déformation.

Même si la théorie des dislocations a été proposée pour interpréter la déformation plastique des cristaux il y a plus de cinquante ans, il n'existe pas encore une théorie universellement acceptée qui rende compte des principaux aspects de cette déformation. Ce qui semble bien établi c'est le calcul de la contrainte qu'il faut fournir pour propager une dislocation dans un réseau de dislocations donné. Un des problèmes les plus importants qui reste à comprendre c'est l'organisation de ce réseau de dislocations au fur et à mesure que la déformation continue. Cette évolution du réseau de dislocations pendant la déformation a été divisée en différents stades caractéristiques qui seront présentés dans la section suivante.

**I.3.1. Stades de la déformation plastique.**

Il existe déjà quelques études bibliographiques bien détaillées sur l'évolution des structures des cristaux dès le début de la déformation jusqu'à des grands taux de déformation. Un travail très important est constitué par l'étude bibliographique faite par Nabarro et ses collaborateurs sur "La plasticité des monocristaux purs" [Nabarro64]. D'autres travaux bibliographiques importants sur les différents stades de la déformation plastique ont été publiés par Argon [Argon93, Cahn96], Humphreys et Hatherly [Humphreys96], ou par Adda et ses collaborateurs [Adda79].

Dans la figure I.1 est présentée schématiquement une comparaison des courbes généralisées de consolidation d'un monocristal pour les différentes structures et pour deux températures différentes. Pour le cas d'un monocristal d'une structure CFC on peut distinguer les trois premiers stades de la déformation plastique qui peuvent être décrits globalement par: un glissement facile et consolidation faible (stade I), un durcissement linéaire et augmentation rapide de la contrainte (stade II) et un durcissement parabolique associé à un taux de consolidation décroissant avec la déformation (stade III).



**Figure I.1: Comparaison schématique des courbes d'écrouissage d'un monocristal pour les différents structures et à deux températures différentes [Qods06].**

La présence des différents stades, leur étendue et leurs propriétés dépendent d'un grand nombre de facteurs dont les plus importants sont: la nature et la structure cristallographique du métal, son orientation, la température et la vitesse de déformation, la pureté, etc. En prenant en compte seulement la structure cristallographique on remarque que (voir Fig.I.1):

- les cristaux CFC se caractérisent par une faible cission critique et une forte consolidation, après un court stade de glissement simple;
- les cristaux ayant une structure cristalline cubique centrée (CC) ont une forte cission critique mais durcissent peu par écrouissage;
- les cristaux hexagonaux ont à la fois une cission critique et une consolidation faibles; ils peuvent se déformer considérablement par glissement simple.

I.3.1.1. Glissement facile des monocristaux – Stade I.

Le stade I commence quand la densité des dislocations atteint des valeurs qui dépassent  $10^6 \text{cm}^{-2}$  dans tous les cristaux qui initialement avaient des densités inférieures à cette valeur [Nabarro64].

Dans ce premier stade de la déformation plastique, seulement les dislocations du plan de glissement principal sont mobiles ou autrement dit, le glissement correspond à l'écoulement plastique laminaire où un seul système de glissement est actif. La microscopie électronique en transmission montre qu'au cours du stade I les dislocations sont principalement groupées en dipôles à caractère coin [Adda79].

L'étendue du stade I augmente avec la diminution de la température ou l'augmentation des éléments d'alliage. Il y a plusieurs moyens "artificiels" d'allonger le stade I et ces moyens sont liés à un durcissement latent<sup>1</sup> des systèmes secondaires par les dislocations du système de glissement principal. Le taux d'écrouissage est d'autant plus grand que le stade I est plus court [Adda79].

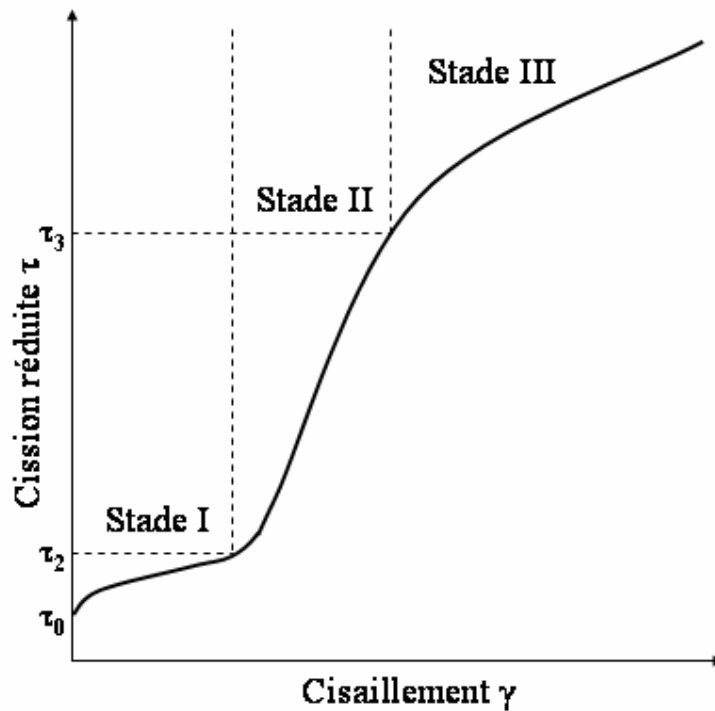


Figure I.2: Courbe schématique de consolidation d'un monocristal CFC; définition des premières trois stades de la déformation plastique [Diehl56, Rolett88].

La fin du stade I (Fig.I.2) est atteinte quand la contrainte de cisaillement résolue dans le système conjugué de glissement est égale à la contrainte critique de cisaillement résolue à laquelle le système primaire de glissement s'est activé au début de la déformation [Nabarro64].

<sup>1</sup> Durcissement latent – phénomène de durcissement observé dans les structures cristallines avec plusieurs systèmes de glissement équivalents qui se traduit par le fait qu'une fois la déformation initiée dans un système donné l'accumulation des dislocations dans plan actif amène à une augmentation de la densité d'obstacles au glissement sur les autres systèmes. Par conséquent, ces systèmes vont aussi se durcir avec peu ou pas de déformation par glissement se produisant suivant ces systèmes.

I.3.1.2. Le durcissement linéaire des monocristaux – Stade II (métaux CFC).

Ce stade est aussi appelé le stade de fort durcissement linéaire car le taux d'écroutissage est très élevé (voir Fig.I.3.a)). Il correspond à un écoulement plastique turbulent [Cottrell53] et est associé à une activité supplémentaire de systèmes de glissement secondaires pour lesquelles la contrainte (appliquée) résolue n'est pas la plus élevée [Clarebrough59].

Entre la fin du stade I et le début du stade II, il y a une région de transition (voir Fig.I.2) [Nabarro64]. Cette transition est importante puisqu'elle transforme la distribution des dislocations très anisotrope du stade I (dipôles) en une distribution uniforme (formation des cellules (voir §I.3.2) du stade II) [Adda79].

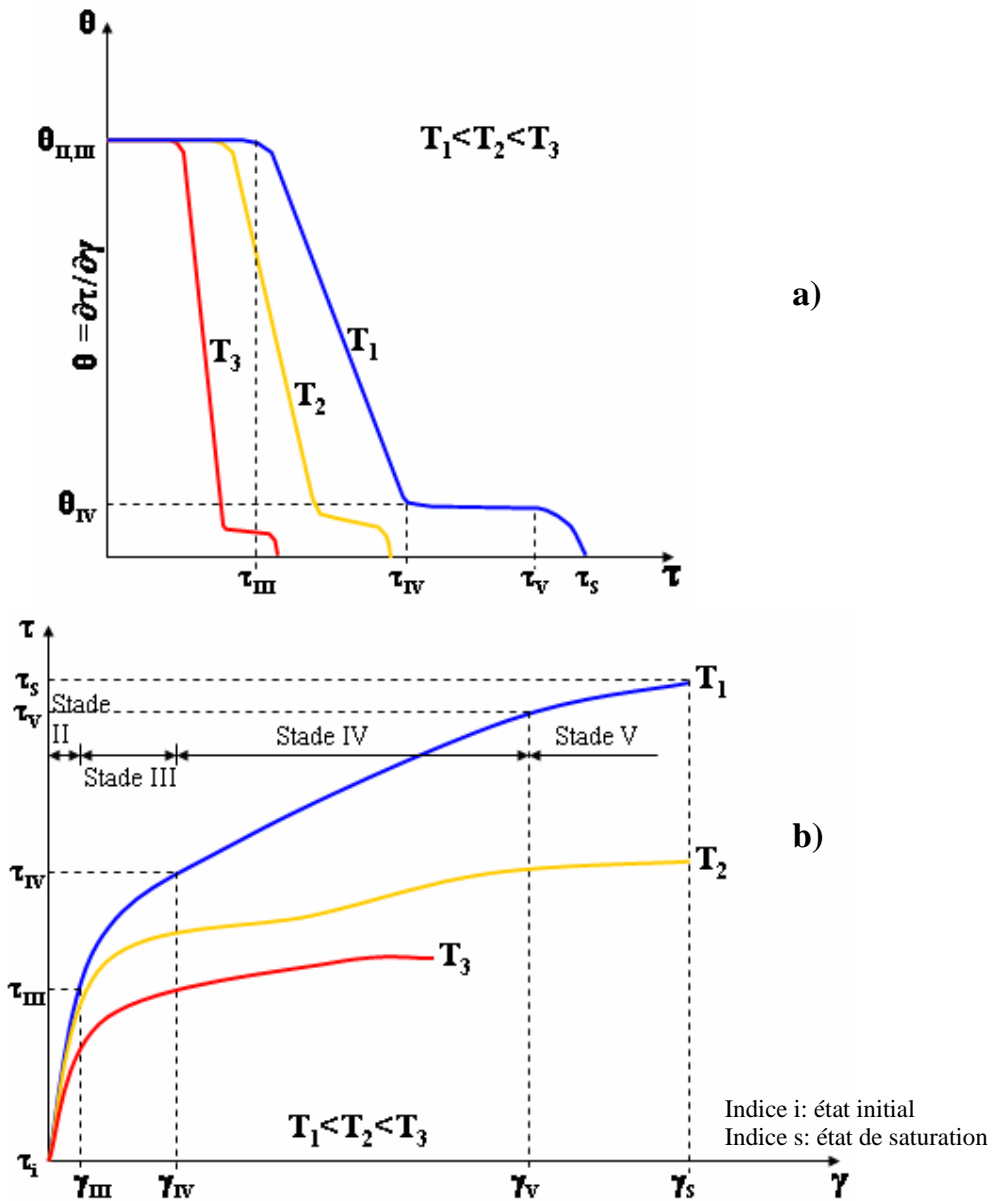


Figure I.3: Stades d'écroutissage représentés sur une courbe de taux d'écroutissage a) et sur une courbe de cisssion – cisaillement b) pour un polycristal CFC déformé à trois différentes températures [Qods06].

Après un domaine transitoire où le durcissement augmente énormément, on retrouve une variation linéaire de la cission en fonction du cisaillement (Fig.I.3.b)).

Le taux d'écroutissage au stade II dépend de l'orientation initiale du cristal de la même façon qu'au stade I. Cette dépendance n'est pas affectée par la transition au double glissement, transition caractéristique du stade II de la déformation plastique [Nabarro64].

La fin du stade II correspond à l'apparition du *glissement dévié* (cross-slip) qui est un phénomène correspondant aux dislocations qui changent de plan de glissement au cours de leur déplacement. L'étendue de ce stade de la déformation est d'autant plus courte que la température est plus élevée ou que l'énergie de faute d'empilement (voir §I.3.2) du métal est plus élevée [Adda79].

Pour des déformations supérieures à ~25% où plus précisément quand le durcissement passe au stade III, il n'existe plus des différences importantes entre le comportement des monocristaux et celui des polycristaux. Par conséquent, pour les derniers stades de la déformation plastique les courbes spécifiques des polycristaux peuvent être utilisées pour caractériser le comportement de durcissement des différents métaux purs et alliages.

### I.3.1.3. Stade III – Durcissement et restauration dynamique dans les métaux CFC.

Le stade III de la déformation plastique est un processus contrôlé par un glissement dévié des dislocations très important et correspond à un durcissement parabolique (Fig.I.3.b)).

L'apparition du stade III est un phénomène activé thermiquement qui a lieu à une contrainte et à une température d'autant moins fortes que l'énergie de faute d'empilement du métal est plus élevée (Fig.I.3.b)). Ce stade de la déformation ne traduit pas seulement un moyen pour les dislocations d'éviter les obstacles, mais plutôt un réarrangement complet du réseau de dislocations développé au cours des stades antérieurs, réseau de dislocations qui est devenu instable au stade III [Washburn67].

D'après [Adda79] au cours du stade III, des dislocations de tous les vecteurs de Burgers possibles se multiplient et s'accumulent dans des parois des cellules ayant un nombre croissant de dislocations de signes opposés. Cette accumulation de dislocations crée ainsi une sous-structure de plus en plus instable. Une fois atteinte une densité de dislocations critique, tout le réseau se réorganise et des nombreuses annihilations de paires de dislocations opposées se produisent – c'est le phénomène de *restauration dynamique*. Ce phénomène se traduit par une forte décroissance linéaire du taux d'écroutissage (Fig.I.3.a)) sans forcément retomber à zéro.

L'apparition des lignes de glissement déviées sur des distances importantes indique que le glissement dévié joue un rôle essentiel pour ces arrangements et annihilations. La densité critique de dislocations, nécessaire pour l'activation du processus de restauration dynamique, augmente avec la diminution de la température et de l'énergie de faute d'empilement.

Si on déforme des cristaux à des basses températures, afin d'empêcher l'apparition du stade III, le maclage sur des plans {111} sera activé quand le taux de déformation sera suffisamment élevé [Nabarro64].

### I.3.1.4. Taux de durcissement au Stades IV et V – Domaine des grands taux de déformation.

Il est difficile de trouver une définition simple et généralement acceptée dans la littérature pour le stade IV de la déformation plastique ainsi qu'une interprétation simple pour l'influence de chaque paramètre sur l'évolution de l'écroutissage à ce stade [Rollett88].

Le *stade IV* correspond à un faible taux d'écroutissage quasi linéaire (Fig.I.3.a)) qui est donné par un durcissement localisé à l'intérieur des cellules. Après la saturation en écroutissage dans les parois des cellules, le durcissement continue à l'intérieur des cellules à cause de l'augmentation des

contraintes imposée par les désorientations de la maille qui deviennent de plus en plus grandes avec l'avancement de la déformation [Argon93].

Autrement dit les caractéristiques de l'écroutissage ayant lieu au stade IV de la déformation sont une combinaison entre un faible taux d'écroutissage indépendant de la température [Argon93] et le fait que la majorité des dislocations stockées se retrouvent dans les parois des cellules ayant des densités de dislocations proches ou égales à la densité de saturation, tandis que l'intérieur des cellules est presque dépourvu de dislocations [Cahn96].

Une idée plus ou moins généralement acceptée est que l'influence de la taille des grains sur l'écroutissage tend à disparaître même à des faibles taux de déformation [Jago86].

Mecking a rapporté la présence du stade IV dans le cas du laminage des monocristaux à orientations stables sans la formation des fortes désorientations [Mecking81]. Il a attribué l'apparition du stade IV à la formation des microbandes. Ses résultats indiquent donc que la formation des joints fortement désorientés n'est pas nécessaire pour l'apparition du stade IV d'écroutissage.

A des grands taux de déformation la texture arrive à des orientations stables et, par conséquent, on s'attend qu'au niveau du stade IV, la texture n'ait plus une grande influence sur le phénomène d'écroutissage [Rollett88].

L'ambiguïté observée dans la compréhension du stade IV est encore plus intense dans le cas du stade V de la déformation car dans la littérature certains chercheurs ont rapporté et/ou discuté de l'existence de seulement quatre stades [Hughes01, Pantleon04, etc.] tandis que d'autres considèrent qu'il en existe cinq stades [Argon93, Estrin98, etc.].

Le plateau sur le diagramme  $\theta - \tau$  (Fig.I.3.a) associé au stade IV est suivi d'une chute du taux d'écroutissage. Ce nouveau domaine est considéré comme un autre stade de durcissement, le stade V.

Pendant le stade V, la déformation élastique de la maille élémentaire devient spontanément relaxée par l'initiation du glissement secondaire local à l'intérieur des parois des cellules [Argon93]. A ce stade, le taux d'écroutissage commence à diminuer pour arriver éventuellement à saturation.

Ce phénomène d'écroutissage est aussi indépendant du taux de déformation et il arrive à saturation après un certain taux de déformation qui dépend de la nature du matériau [Mughrabi86] et qui d'après Argon et Haasen [Argon93] se situe entre 5 et 8.

Pour récapituler, le [tableau I.1](#) présente les cinq stades de la déformation plastique et leurs principales caractéristiques.

**Tableau I.1: Les stades de la déformation plastique.**

Stade	Taux de déformation approximatifs	Evolution de l'écroutissage	Dépendance de la température
I	0-0,08	Croissance faible linéaire	Non
II	0,08-0,25	Croissance forte linéaire	Non
III	0,25-1	Croissance parabolique	Oui
IV	1-5 (8)	Croissance faible linéaire	Non
V	Supérieur à 5 (8)	Saturation	Oui

### I.3.2. Structures de déformation.

L'identification, la classification et la quantification des structures issues de la déformation plastique et la relation entre ces structures et les propriétés des matériaux déformés sont la principale problématique de la recherche dans le domaine des sciences des matériaux ainsi que la base pour l'optimisation industrielle des métaux et des alliages traités thermomécaniquement.

Le développement des microstructures de déformation dans les métaux CFC à la température ordinaire a été beaucoup étudié dans les monocristaux ainsi que dans les polycristaux [Jackson83, Morii85, Bay92, Hansen92, Driver94, Rosen95, Basson00, Hansen04, Tsuji04, etc.].

Dans la suite seront présentées les différents types de structures qui peuvent être obtenues dans les métaux et alliages métalliques pour différents taux de déformation et en fonction du mode de déformation suivi: glissement ou maclage.

#### I.3.2.1. Microstructures obtenues par glissement.

Le glissement est le mode de déformation pour [Hansen04]:

- les métaux CFC ayant une  $\gamma_{SFE}$  forte ou moyenne et les métaux CC, déformés à des températures inférieures à  $0,6 \cdot T_f$  jusqu'à des faibles et moyens taux de déformation;
- les métaux ayant une faible  $\gamma_{SFE}$  et alliages CFC et CC déformés à des hautes températures (entre  $0,3$  et  $0,8 T_f$ ).

et il commence sur le système le plus favorablement orienté qui est nommé système de glissement primaire. Ce glissement correspond au stade I de la déformation plastique des monocristaux (§I.3.1.1) [Adda79].

Dans les mêmes types de métaux mais polycristallins, la déformation plastique commence directement par un glissement turbulent crée par l'addition du glissement secondaire au glissement primaire déjà existant et qui transforme la distribution anisotrope des dislocations (stade I) en une distribution assez uniforme créant un réseau 3D de dislocations qui est le précurseur de l'apparition des cellules [Adda79]. Pour tous les métaux et les conditions décrites ci-dessus, les cellules de dislocation représentent l'unité structurelle de base.

Les cellules de dislocations sont des volumes d'éléments à peu près equiaxe (Fig.I.4) à l'intérieur desquelles la densité de dislocations est beaucoup plus petite que la densité moyenne et qui sont désorientées par rapport à des volumes d'éléments similaires et adjacents [Bay92].

En général la différence d'orientation entre les cellules voisines est très petite et souvent elle ne dépasse pas  $2^\circ$  [Humphreys96].

Les domaines continus de cellules de dislocation qui partagent la même sélection de système actif de glissement sont appelés des blocks de cellules ou **CB's** (cell blocks) [Bay92] (voir Fig.I.4 [Liu98]).

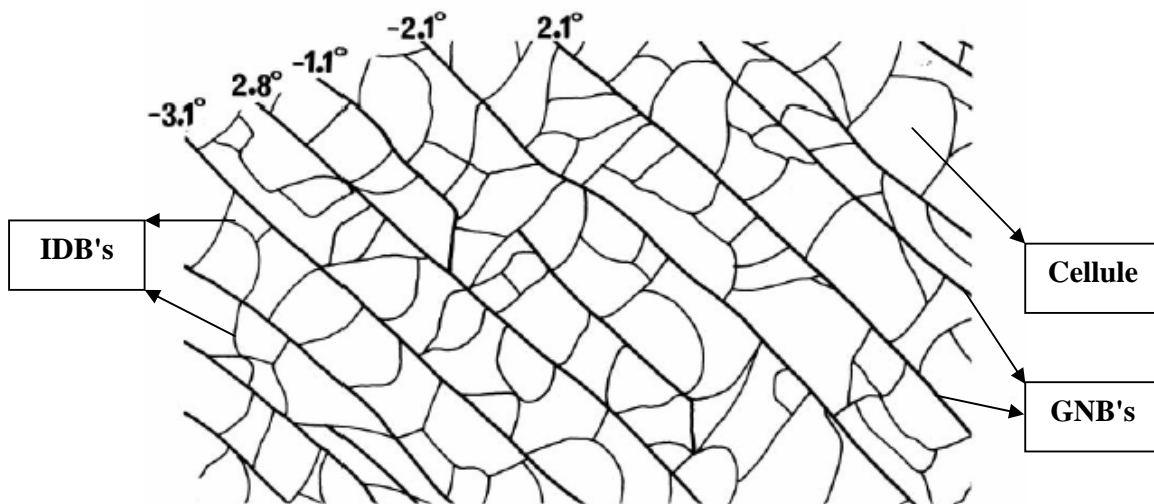
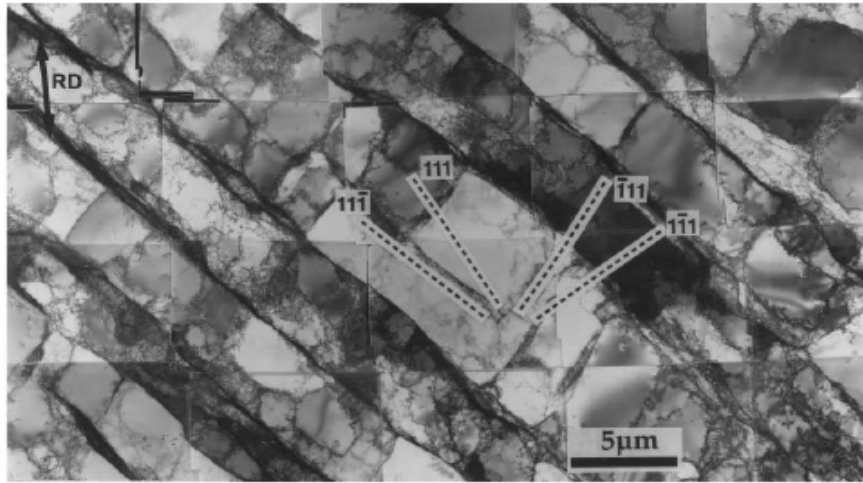
Comme montré dans la figure I.4, un CB est délimité par des joints allongés de dislocations qui ont été nommés joints géométriquement nécessaires ou **GNB's** (geometrically necessary boundaries), car il est supposé qu'ils sont formés par l'activation de différents systèmes de glissement de chaque coté de ces joints. Les joints des cellules (Fig.I.4) sont nommés joints de

dislocation incidents ou **IDB's** (incidental dislocation boundaries) car ils sont supposés être formés par la capture statistique des dislocations qui glissent [Hansen04].

Les angles de désorientation à travers les IDB's sont très petits et varient dans un domaine assez restreint tandis que la désorientation à travers les GNB's est plus grande et les valeurs sont dispersées dans un domaine beaucoup plus large que pour les IDB's [Pantleon01].

Avec l'avancement de la déformation l'espacement entre les joints de dislocation diminue et leur désorientation augmente. Aussi, la morphologie change car l'évolution structurale amène la structure en CB's vers une orientation macroscopique parallèle ou proche du plan de la sollicitation, i.e. la forme des CB's devient planaire pour le laminage, la compression, la torsion et le cisaillement simple tandis que pour les échantillons extrudés elle devienne cylindrique.

Par le passage au stade III de la déformation plastique, les parois de dislocations deviennent plus nettes et la structure cellulaire commence à être remplacée par des *sousgrains*. Ceci sont des cellules de dislocation suffisamment désorientées pour que la même combinaison de systèmes de glissement ne soit plus active dans les cellules adjacentes [Bay92].



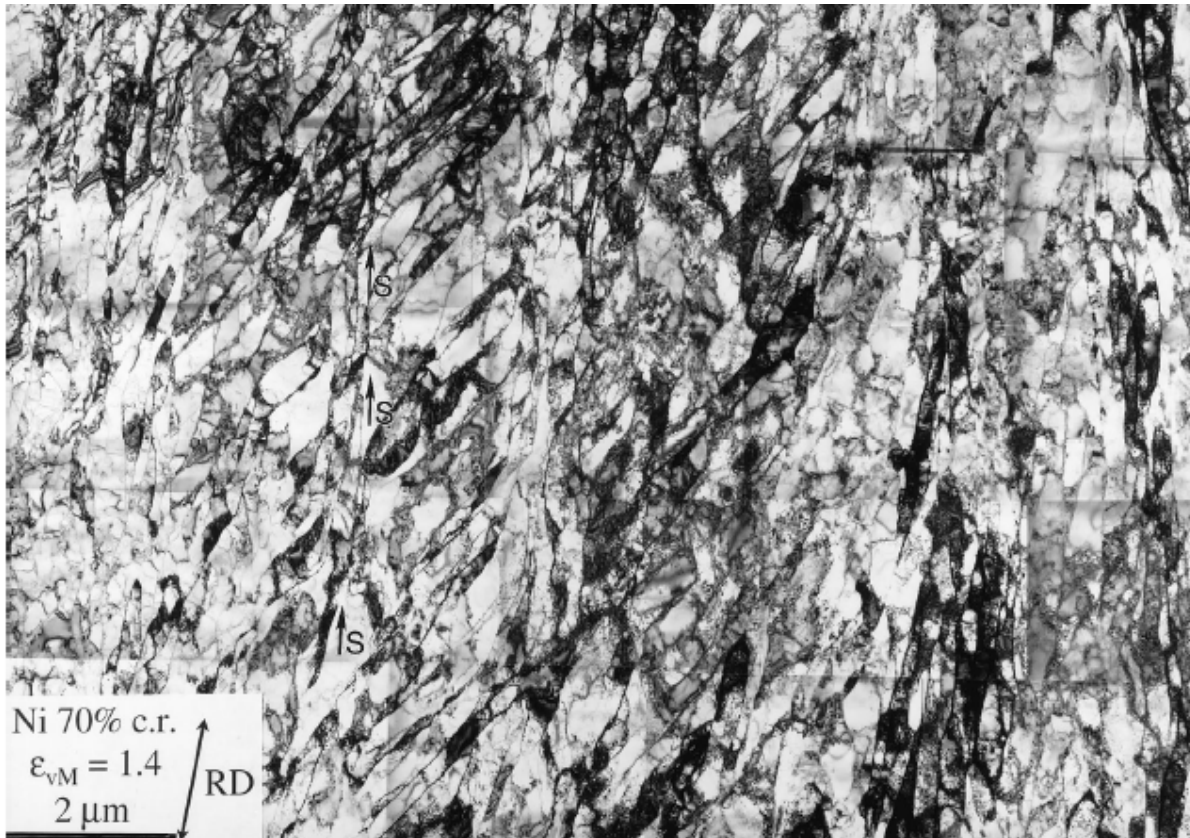
**Figure I.4: Structure 3D en blocks de cellules d'un échantillon en Al pur laminé à froid (10%); le schéma présente aussi les désorientations entre les différents blocks de cellules [Liu98]**



D'après Humphreys et Hatherly la distinction entre les cellules et les sousgrains est faite par la nature des joints. Ainsi, si les joints sont diffus, constitués par un réseau enchevêtré de dislocations, alors ils séparent une *structure de cellules* tandis que si les joints sont bien délimités et sont formés par des réseaux bien ordonnés de dislocations, alors, cette structure est mieux décrite par le terme *structure de sousgrains* [Humphreys96].

Une caractéristique de la microstructure des métaux ayant une  $\gamma_{SFE}$  moyenne à forte qui a généré beaucoup de controverses et qui pose encore beaucoup de questions est la microbande. Ces questions incluent la relation entre les bandes alignées géométriquement (par rapport au procédé) à des grands taux de déformation et les bandes alignées cristallographiquement à des faibles déformations.

*Les microbandes* sont des zones bien définies en forme de feuille qui ont une morphologie et une cristallographie indiquant que la combinaison des systèmes de glissement actifs à l'intérieur de ces zones est différente de celle du matériau adjoint. Souvent, les microbandes sont subdivisées dans des cellules de dislocation qui ont une taille moyenne plus petite que les cellules du matériau voisin [Bay92]. Un exemple de microstructure caractérisée par des microbandes et des parois denses de dislocations formées dans un échantillon polycristallin en Ni pur laminé à froid jusqu'à 70%, est présenté dans la [figure I.5](#) [Hughes00].



**Figure I.5: Micrographie MET qui montre une microstructure développée après 70% de déformation par laminage à froid microbandes observées par microscopie électronique à transmission dans des [Hughes00].**

Le modèle de la formation des microbandes le mieux accepté c'est le modèle de Jackson [Jackson83]. Comme d'autres modèles, celui-ci reconnaît que les microbandes se forment quand la

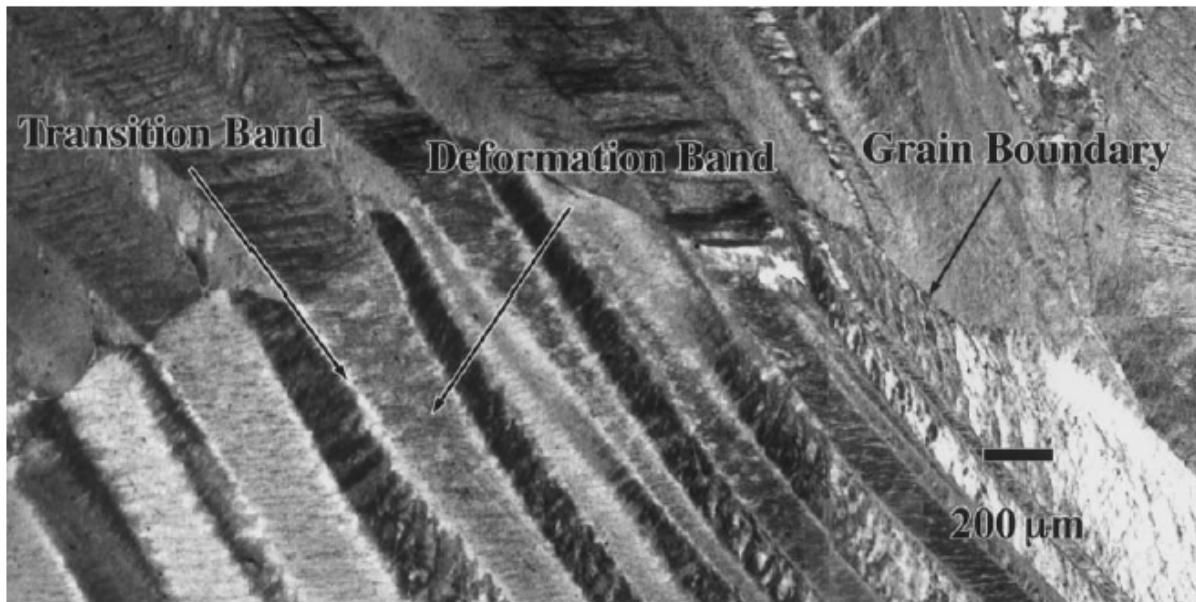
structure cellulaire n'est plus stable avec l'avancement de la déformation. Cette instabilité peut être due aux changements continus dans le chemin de déformation à l'intérieur d'un grain.

Il a été suggéré que la formation des microbandes soit associée à un faible taux d'écoulement et par conséquent à la restauration dynamique et que les microbandes représentent une instabilité de l'écoulement plastique due au glissement dévié qui implique des dislocations mélangées dans un groupe de plans parallèles. La formation d'une microbande commence quand une dislocation se déplace par glissement dévié afin d'éviter un obstacle et ce comportement est répété par les dislocations suivantes qui doivent aussi se déplacer par glissement dévié pour éviter les dislocations coin laissées par la première dislocation.

Généralement, l'orientation dans la microbande est seulement un peu différente de celle des cellules adjacentes et la plupart des articles indiquent que l'orientation au long d'une microbande reste relativement constante. Il est aussi bien connu que les microbandes se forment premièrement (~20% de déformation) sur des plans de glissement  $\{111\}$ . A des plus grand taux de déformation, ce type de bandes a souvent été observé sur plusieurs plans de glissement et leurs intersections ont été ainsi marquées par des déplacements importants du cisaillement. Pour des taux de déformation très grands ( $\epsilon > 1,5$ ) ces microbandes se concentrent dans certaines zones et forment des "clusters" [Humphreys96] qui sont alignée d'après le plan de la sollicitation.

Parfois, des structures minces et allongées qui ressemblent beaucoup aux microbandes peuvent être observées sous forme de clusters de cellules ou sousgrains allongés et minces à travers lesquels l'orientation change de façon très importante. Ces clusters sont appelés par Humphreys et Hatherly *bandes de transition* (Fig.I.6). Une bande de transition se forme quand des volumes voisins d'un grain se déforment d'après différents systèmes de glissement et tournent vers des différentes orientations finales [Humphreys96].

Une des plus importantes structures qui se forme à des grands taux de déformation dans les matériaux qui se déforment par glissement est la *bande de déformation* (Fig.I.6).

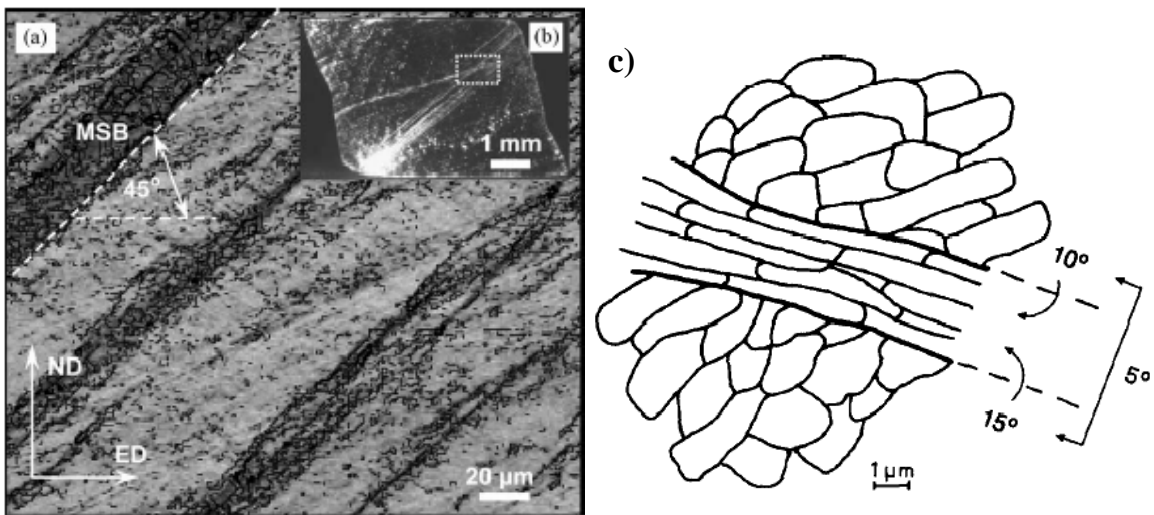


**Figure I.6: Micrographie optique d'un alliage Al-Cu après compression uniaxiale à la température ambiante (~69% déformation) qui montre une microstructure caractérisée par des bandes de déformation et des bandes de transition [Kulkarni98].**

Les bandes de déformation correspondent à la division du cristal dans deux ou plusieurs zones ayant des tailles comparables et qui subissent des taux de déformation relativement égaux [Lee93, Kulkarni98, Basson00, etc.]. Ce type d'hétérogénéités a deux origines principales; une est donnée par l'ambiguïté associée à la sélection du système de glissement quand, en fonction du mode de déformation, plusieurs systèmes de glissement peuvent être activés et le résultat sera la rotation du matériau en différents sens. La deuxième origine des bandes de déformation vient du fait que différentes zones du cristal peuvent subir différents taux de déformation si le travail à l'intérieur des bandes est inférieur à celui requis pour une déformation homogène et si les bandes peuvent être arrangées de telle façon que la déformation nette soit égale à la déformation totale [Humphreys96].

D'après Hansen les *bandes de déformation* représentent des grands changements d'orientation et séparent des volumes ayant des orientations communes, qui se déforment uniformément mais d'après différentes combinaisons de systèmes de glissement. Par conséquent, ces volumes vont tourner vers différentes orientations finales [Hansen92]. Li et ses collaborateurs [Li00] ont trouvé que les bandes de déformation se développent plus ou moins le long des plans de glissement primaires  $\{111\}$ . A des très grands taux de déformation l'épaisseur des bandes de déformation ainsi que l'espace entre les bandes diminuent.

Une autre structure importante caractérisant les microstructures fortement déformées des métaux c'est la *bande de cisaillement* (Fig.I.7). La formation des bandes de cisaillement semble à plutôt être un processus général qui accompagne des très grands taux de déformation et qui a été rapporté jusqu'à présent pour des métaux mono et multiphasés ayant des structures cristallographiques CFC, CC, et HC déformés par laminage, forgeage, traction, compression ou fatigue [Dillamore79, Van Houtte79, Asaro79, Canova84, Morii85, Wagner95, Paul03, etc.].



**Figure I.7:** Cartographie en mode qualité des bandes de Kikuchi obtenue par EBSD sur un monocristal de Cu déformé par "channel die" pour 41% à 77K [Paul03] a) mesurée dans la zone marquée dans la vue globale b) et une représentation schématique d'une bande de cisaillement avec l'indication de la désorientation de chaque côté de la bande [Liu95] c)

L'apparition des bandes de cisaillement est étroitement liée au développement d'une structure de dislocations en couches et elle est contrôlée par la géométrie du glissement et par la restauration dynamique.

Les structures en couches représentent des obstacles dans le glissement homogène et en fonction du type de structure dans laquelle elles se forment, deux types de bandes de cisaillement ont été distinguées et nommées d'après les types standard de texture obtenus en laminage:

- *bandes de cisaillement de type cuivre* qui sont caractéristiques aux métaux se déformant par glissement et qui se forment dans des microstructures lamellaires caractérisées par des cellules de dislocations allongées;
- *bandes de cisaillement de type laiton* qui apparaissent aux fortes déformations dans des métaux ayant comme mode de déformation le maclage. Ce type de bandes de cisaillement sera présenté dans la section suivante quand le type de microstructures correspondantes sera présenté (§I.3.2.2).

Le volume des bandes de cisaillement est soumis à une forte déformation et ces bandes sont des sites majeurs de nucléation pendant la recristallisation. Ces bandes correspondent à des régions étroites fortement déformées par un cisaillement qui se produit indépendamment de la structure des cristaux et de considérations cristallographiques normales [Humphreys96].

La nature des structures en couches s'avère influencer les dimensions et la fraction volumique des bandes de cisaillement mais elle n'a pas beaucoup d'importance sur le principe d'apparition des bandes de cisaillement [Morii85].

Vu le fait que l'apparition des bandes de cisaillement est gouvernée par le développement des structures cellulaires en couches il en résulte qu'à une température nécessairement élevée la formation des bandes de cisaillement sera arrêtée par la restauration dynamique qui empêchera le développement des structures cellulaires en couches. Le meilleur exemple c'est le cas de l'aluminium pur qui présente le phénomène de restauration à la température ambiante et qui ne présente pas de bandes de cisaillement [Morii85]. On peut donc considérer que la formation des bandes de cisaillement est un phénomène typique des basses températures.

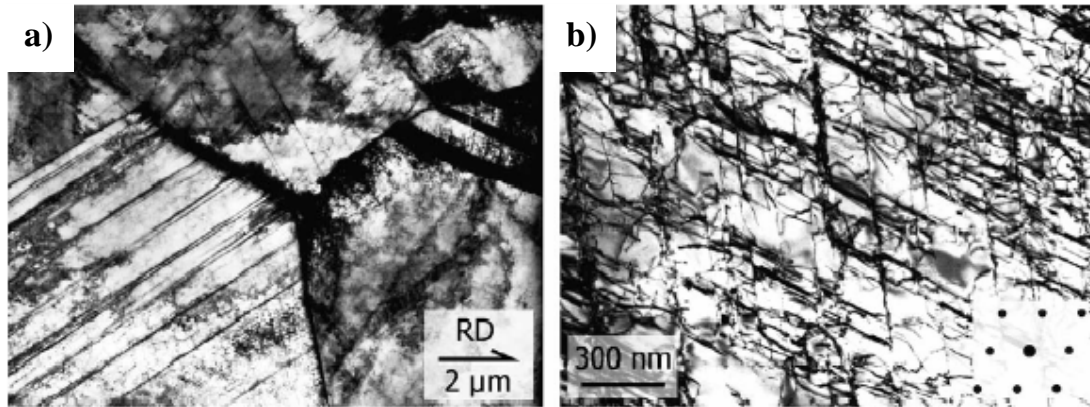
### I.3.2.2. Microstructures obtenues par maclage.

Ce type de microstructures est caractéristique aux métaux et alliages métalliques suivants:

- métaux à faible  $\gamma_{SFE}$  déformés à basse température (inférieures à  $0,3 \cdot T_f$ );
- alliages CFC et CC avec des hautes contraintes de friction et alliages ordonnés à courte distance [Hansen04];

Dans ces matériaux les dislocations ne peuvent plus se déplacer en 3D et, par conséquent, les cellules de dislocation ne peuvent pas se former mais il existe, quand même, une mobilité suffisante pour former des joints de dislocation planaires. Des familles parallèles de GNB's se forment dans des plans qui sont proches ou reliés aux plans primaires de glissement. Entre ces GNB's parallèles il existe des dislocations qui forment des réseaux assez régulières appelés *réseaux de Taylor*.

La subdivision des grains dans ces matériaux consiste, donc, dans des GNB's planaires qui entourent des blocs de réseaux de Taylor (Fig.I.8) au lieu des blocs de cellules comme dans le cas des métaux qui se déforment par glissement.

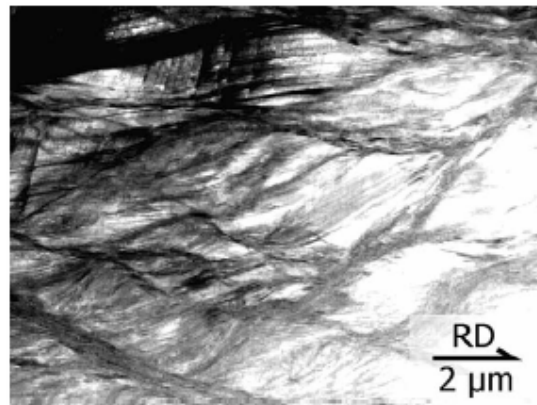


**Figure I.8: Micrographies MET d'un acier TWIP faiblement déformé par laminage à froid (10%) qui montrent des microstructures typiques pour un métal à faible  $\gamma_{SFE}$ , des macles de déformation a) et une structure de cellules de Taylor [Vercammen04].**

Des analyses faites à l'aide de la microscopie électronique montrent que lors de la déformation, des *macles de déformation* commencent à apparaître dans ces structures (voir §I.3 pour la description du phénomène de maclage) (Fig.I.8.a). Ces structures se développent facilement sur des plans  $\{111\}$  et leur taille et fraction volumique augmentent avec l'augmentation de la température et de la  $\gamma_{SFE}$ . L'ampleur du phénomène de maclage est fonction de l'orientation des grains [Humphreys96].

La structure en macles de déformation et réseaux de Taylor évolue à des déformations moyennes vers une structure qui ressemble aux cellules car le nombre des dislocations entre les GNB's augmente [Hansen04]. A des taux élevés de déformation dans ces structures on observe l'apparition des hétérogénéités de déformation comme les *bandes de cisaillement de type laiton*. Dans le cas du laminage, ce type de d'hétérogénéités se forment initialement à approximativement  $\pm 35^\circ$  par rapport au plan de laminage et donnent naissance à une microstructure en prismes rhomboïdaux (Fig.I.9) [Humphreys96] ou structure en chevrons (herringbone tructure).

Le nombre de bandes de cisaillement augmente rapidement avec le taux de déformation et dans le domaine  $0,8 < \epsilon < 2,6$  la formation des bandes de cisaillement devient le principal mode de déformation. Au-delà de ce domaine de déformation peu de macles de déformation restent visibles dans la microstructure.



**Figure I.9: Image MET en champs clair d'un acier TWIP déformé par laminage à froid ( $\epsilon=1,05$ ) indiquant la présence des bandes de cisaillement [Vercammen04].**

Comme dans le cas des bandes de cisaillement de type cuivre, si la déformation plastique continue, elle amènera à la formation de bandes de cisaillement très grandes, au niveau de l'échantillon, qui éventuellement vont faciliter l'apparition de fissures.

Les hétérogénéités de déformation présentées au sections §I.3.2.1 et §I.3.2.2 sont des structures très importantes et demandent une analyse rigoureuse et systématique. Ceci est nécessaire afin d'améliorer la compréhension du processus d'affinement de la microstructure et de fournir des données d'entrée les plus proches possibles de la réalité pour les modèles de texture qui sont limitées généralement à des modes de déformation homogènes. Une courte discussion sera faite dans la suite sur l'hétérogénéité de la déformation plastique à toutes les échelles.

### *1.3.3. Hétérogénéité de la déformation plastique.*

La déformation plastique des métaux se produit par la formation, le mouvement et le stockage des dislocations. Les dislocations stockées sont distribuées à travers les métaux et en fonction de plusieurs paramètres, liés au matériau ainsi qu'au procédé de déformation, cette distribution peut présenter des gradients.

L'effet du mouvement des dislocations sur les caractéristiques des structures de déformation se résume à l'étude de plusieurs paramètres qui affectent la mobilité des dislocations. Ces paramètres ont été discutés en détail par Hansen et ses collaborateurs [Bay92, Liu98, Hansen01, 04, Hughes95, Hughes97] et peuvent être résumés [Hansen04] comme suit:

- l'énergie de faute d'empilement ( $\gamma_{SFE}$ ) qui modifie l'aptitude d'une dislocation de glisser dans un plan voisin qui croise le plan contenant cette dislocation, i.e. glissement croisé. La mobilité tridimensionnelle diminue avec la diminution du  $\gamma_{SFE}$  et le glissement change d'un comportement ondulé vers un comportement planaire;
- les atomes en solution et les atomes d'impuretés qui interagissent fortement avec les dislocations de glissement de façon que le glissement planaire soit favorisé;
- l'augmentation de la température et la diminution du taux de déformation augmentent la vitesse d'activation thermique du glissement des dislocations à travers des obstacles par glissement dévié;
- le mode de déformation et l'orientation initiale déterminent l'activité des systèmes de glissement en termes de nombre de systèmes de glissement et de population de vecteurs de Burgers des dislocations;
- la déformation change le stade de l'évolution de la microstructure ainsi que l'orientation du cristal par rapport aux axes du procédé de déformation ou autrement dit, la texture cristalline.

Parmi les paramètres présentés ci-dessus il y en a certains comme le taux d'atomes en solution ou les atomes des impuretés qui influencent l'énergie de faute d'empilement  $\gamma_{SFE}$  donc, leur influence sur l'hétérogénéité de la déformation est indirecte. Il est difficile de distinguer l'influence de chaque paramètre car dans la plupart des cas les hétérogénéités de déformation apparaissent comme l'effet conjugué de deux ou plusieurs paramètres.

L'hétérogénéité de la déformation plastique est un terme imprécis si on l'utilise sans préciser l'échelle à laquelle on se réfère.

Par exemple, le glissement qui se produit au stade II de la déformation plastique et qui est responsable de la formation des structures cellulaires est considéré comme une déformation assez

homogène au niveau macroscopique ou même au niveau micronique, mais si on regarde au niveau nanométrique, les cellules faiblement désorientées qui forment la microstructure représentent elles mêmes des hétérogénéités. Il en résulte, donc, qu'on doit se rapporter à une échelle à chaque fois que l'on discute de l'hétérogénéité de la déformation plastique.

En fonction donc de l'échelle, l'hétérogénéité de la déformation plastique est généralement divisée en deux types:

- hétérogénéité au niveau microscopique – qui est donnée principalement par la nature de l'échantillon ( $\gamma_{SFE}$ , orientation (texture), taille des grains, etc.) et par les paramètres du procédé de déformation (taux et température de déformation, etc.);
- hétérogénéité au niveau macroscopique (niveau de l'échantillon) – influencée principalement par la géométrie du procédé de déformation et plus précisément par les gradients dans la déformation imposée par chaque type de procédé.

Il faut bien sûr préciser que certains des paramètres cités plus haut influencent de façon importante la déformation aux deux niveaux comme par exemple le taux de déformation.

Au niveau microscopique, en fonction de la nature du métal et du taux de déformation, différents modes de déformation seront suivis et par conséquent la microstructure sera caractérisée (voir §I.3.2) par différentes structures (microbandes, macles, bandes de déformation, bandes de cisaillement, etc.) qui à cette échelle peuvent être considérées comme des hétérogénéités.

L'apparition de ces hétérogénéités et leur concentration est très importante et considérée comme un facteur essentiel dans le processus d'affinement de la taille des grains des métaux et alliages métalliques.

Un cas particulier c'est le cas des monocristaux dans lesquels à des taux de déformation assez élevés les bandes de déformation peuvent avoir des tailles allant jusqu'à des millimètres et donc, représenter des hétérogénéités au niveau macroscopique.

Peu de travaux ont été fait jusqu'à présent sur l'hétérogénéité de la déformation au niveau macroscopique car les modes de déformation imposés par les procédés de mise en forme classiques sont assez homogènes pour la majorité du volume du matériau déformé. Il est bien connu, par exemple, que le laminage impose une déformation par cisaillement à l'interface entre la tôle et les cylindres due aux effets de frottement, qui est totalement différente par rapport au mode de déformation imposé dans le reste du matériau mais cette zone près de la surface représente une fraction volumique trop faible pour être prise en compte.

Par contre, le procédé ECAE est différent de ce point de vue comparé aux procédés de mise en forme classiques. Il a été montré que le procédé ECAE, par sa nature, impose une déformation par cisaillement qui présente un gradient le long de la direction normale [Goran05, Skrotzki03, 05, 06, Beyerlein05] et que ce gradient mène à différentes types de microstructures et textures sur la hauteur des échantillons, donc au niveau macroscopique.

Une étude bibliographique plus détaillée sur l'hétérogénéité et les particularités de la déformation en ECAE sera faite plus loin (§I.4.6) lors de la présentation du procédé ECAE.

## I.4. Présentation de l'ECAE<sup>1</sup>.

### I.4.1.Introduction.

Depuis le premier travail de Bridgman [Bridgman52], plusieurs techniques de déformation plastique sévère ont été proposées, développées et évaluées. Parmi ces techniques on retrouve aussi l'ECAE (Equal Channel Angular Extrusion ou extrusion angulaire à aire transversale égale), un procédé qui a été inventé dans l'ex Union Soviétique (Minsk) au début des années 1980 par Segal et ses collaborateurs.

L'objectif de base, à cette époque là, était de développer un procédé de mise en forme qui sera capable d'introduire des grands taux de déformation aux billettes par cisaillement simple. Cependant, même si l'objectif à été atteint avec succès, le procédé ECAE connu aussi sous le nom de ECAP (Equal Channel Angular Pression), a attiré une attention limitée de la part de la communauté scientifique. C'est seulement après dix ans que le procédé a commencé à attirer l'attention des chercheurs dans le monde et des milliers d'articles scientifiques ont été publiés dans les plus importants journaux des sciences des matériaux.

Il existe plusieurs articles qui décrivent le procédé fondamental d'écoulement plastique d'un métal pendant l'extrusion ECAE [Segal81, 95, 99, 02, 03, 04]. Ce procédé consiste dans l'extrusion d'un échantillon, bien lubrifié, qui est introduit dans le canal vertical d'un coude et ensuite pressé, à l'aide d'un piston, afin de passer dans un deuxième canal ayant la même section transversale et qui forme un angle  $\Phi$  avec le canal d'introduction (Fig.I.10). L'échantillon est soumis principalement à une déformation par cisaillement qui est considérée théoriquement comme du cisaillement simple s'exerçant dans le plan de la bissectrice de l'angle  $\Phi$  (Fig.I.10).

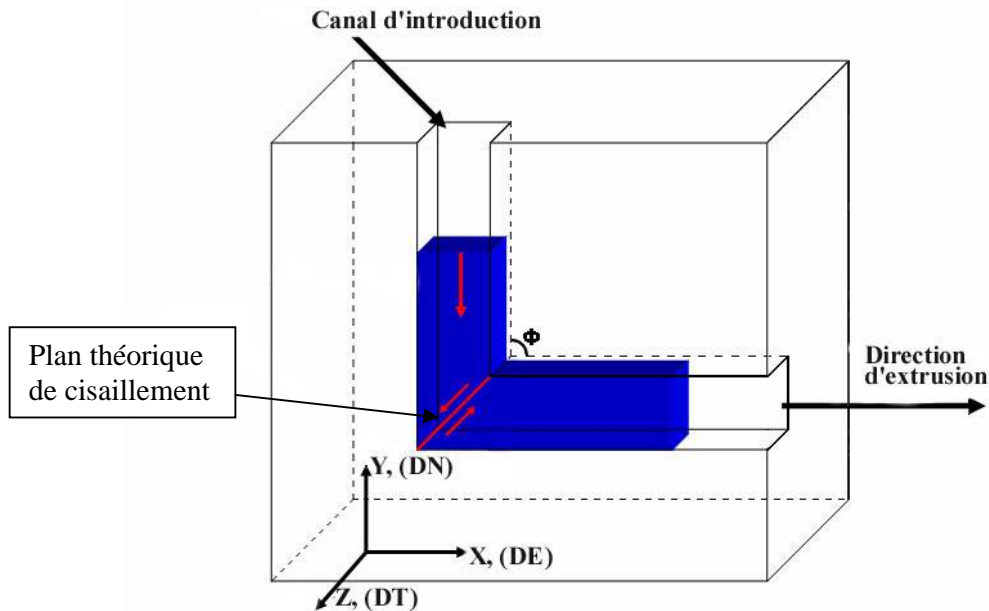


Figure I.10: Représentation schématique du procédé ECAE avec les angles  $\Phi$  et  $\Psi$  ainsi que le repère macroscopique ECAE.

<sup>1</sup> ECAE ® – c'est aussi une marque enregistrée de Honeywell International, Inc.



Comparé aux autres techniques de déformation plastique sévère, l'ECAE est spécialement attractif grâce à plusieurs avantages dont les plus importants sont:

- Grâce au fait que les deux canaux du coude ont la même section transversale, les échantillons peuvent être extrudés de façon répétitive afin d'atteindre des taux de déformation exceptionnellement élevés;
- Différentes routes (§1.3.1) peuvent être utilisées pour contrôler l'évolution de la texture et de la microstructure pendant la déformation;
- Après plusieurs passages dans le coude, pour atteindre le taux de déformation désiré, les échantillons gardent une homogénéité raisonnable sur la plupart de la longueur du barreau extrudé;
- Ce procédé peut être appliqué à des billettes assez grandes de telle façon qu'il existe un réel potentiel de produire des matériaux qui pourront être utilisés dans un large domaine d'applications;
- L'extrusion par ECAE nécessite des procédures assez simples qui peuvent facilement être exécutées sur un grand nombre d'alliages et le matériel nécessaire pour faire du ECAE est facilement trouvable dans la plupart des laboratoires;
- L'ECAE peut être développé et appliqué à des matériaux ayant différentes structures cristallines ainsi qu'à une grande variété de matériaux: des alliages durcis par précipitation, des intermétalliques, des matériaux composites, etc.;
- Le procédé peut être conçu pour des grandes échelles et il existe du potentiel pour qu'un jour l'ECAE soit utilisé dans les procédés industriels de traitement des matériaux.

Ces différentes caractéristiques attractives ont mené dans les dernières années à beaucoup d'études expérimentales et théoriques qui ont amélioré la compréhension des phénomènes ayant lieu pendant la déformation par ECAE.

### *1.4.2. Paramètres fondamentaux du procédé ECAE.*

L'ECAE est un procédé de mise en forme caractérisé par quelques paramètres fondamentaux comme la déformation imposée après chaque passage dans le coude ainsi que le cisaillement et le changement de chemins de déformation pendant chaque route. Ces différents paramètres définissent la nature de l'extrusion par ECAE et sont influencés principalement par deux paramètres caractérisant la géométrie du coude ECAE, l'angle d'intersection des deux canaux et l'angle de courbure fait par ces deux canaux.

#### *1.4.2.1. Les angles $\Phi$ et $\Psi$ et le mode de déformation imposé par l'ECAE.*

Un échantillon déformé par ECAE est soumis à une forte déformation au cours de chaque passage dans le coude. La grandeur de cette déformation peut être estimée à l'aide d'une méthode analytique basée sur plusieurs configurations du coude ECAE. Ces configurations sont présentées schématiquement dans la [figure I.11](#) [Iwahashi96], où  $\Phi$  est l'angle d'intersection des deux canaux et  $\Psi$  représente l'angle associé à la courbure entre les deux canaux. Les conditions montrées dans la [figure I.11](#) correspondent à deux situations limite quand  $\Psi=0^\circ$  et  $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$  pour les deux premiers cas ([Fig.I.11.a](#)) et [b](#)) et une situation intermédiaire entre ces deux valeurs pour le troisième cas ([Fig.I.11.c](#)).

Segal a donné les premières expressions pour la déformation équivalente par cisaillement imposée à un échantillon extrudé par ECAE après N passes dans le coude [Segal95]. Dans son

approche l'échantillon a été déformé dans un coude à  $\Psi=0^\circ$  et les effets du frottement ont été négligés (il faut préciser qu'à la place d'une notation  $\Phi$ , l'angle d'intersection a été noté  $2\phi$ ):

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \cot \phi \quad (1)$$

Pour la situation présentée dans la [figure I.11.a](#)), un petit élément carré qui se trouve à l'entrée du coude, noté  $abcd$ , pendant son passage dans le plan théorique de cisaillement sera transformé dans un parallélogramme noté  $a'b'c'd'$ . Il a été démontré [Iwahashi96] que la déformation par cisaillement  $\gamma$  est donnée par l'équation suivante:

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2}\right) \quad (2)$$

En utilisant la même méthode pour le cas présenté dans la [figure I.11.b](#)), on obtient [Iwahashi96]:

$$\gamma = \Psi \quad (3)$$

Une analyse similaire pour la situation présentée dans la [figure I.11.c](#)) amène à :

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (4)$$

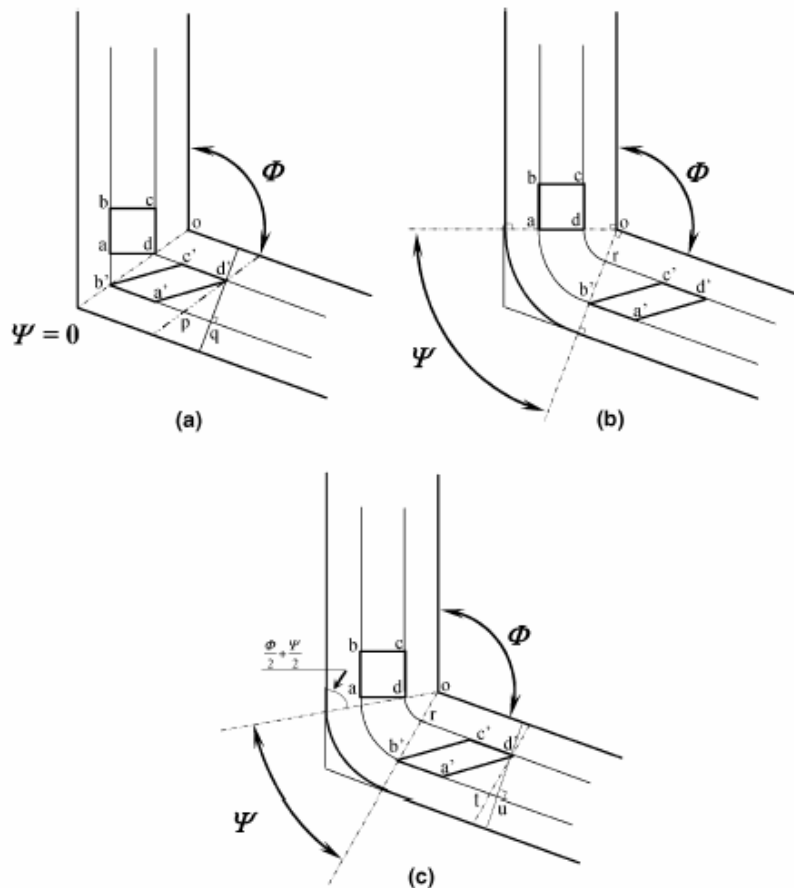


Figure I.11: Principe de l'ECAE pour un angle  $\Phi$  quelconque et:  $\Psi=0^\circ$  a),  $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$  b) et une valeur arbitraire de  $\Psi$  qui se trouve entre  $\Psi=0$  et  $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$  c) [Iwahashi96].

Après une courte inspection il résulte que la solution générale de l'équation (4) est réduite à l'équation (2) quand  $\Psi=0^\circ$  et à l'équation (3) quand  $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$ . Finalement, la déformation équivalente après N passages dans le coude ECAE,  $\varepsilon_N$ , peut être écrite dans une forme générale par la relation [Iwahashi96]:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \cos ec \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (5)$$

Même si les deux méthodes (de Segal et de Iwahashi et ses collaborateurs) amènent à des résultats similaires pour la déformation équivalente, l'équation (5) a l'avantage de prendre en compte aussi l'angle de courbure  $\Psi$ . L'équation (5) est aussi compatible avec d'autres approches alternatives [Lee00, Xia00, Aida01] et fournit une méthode simple et directe pour estimer la déformation équivalente pour des coudes ayant différentes valeurs des angles  $\Phi$  et  $\Psi$ .

Des études expérimentales faites à l'aide de plasticine pressée dans un coude en plexiglas par Wu et Baker [Wu97] ont relevé des excellents accords avec l'équation (5) pour la région centrale bien qu'il existait des déviations près des parois du coude à cause du frottement. Dans une autre étude expérimentale pour modéliser la déformation par ECAE, des échantillons ayant des grilles rectangulaires dessinées en surface ont été déformés dans un coude à  $\Phi=90^\circ$  et  $\Psi=0^\circ$  et la déformation a été mesurée directement après l'extrusion [Shan99]. Cette étude a aussi montré des résultats cohérents avec l'équation (5) ainsi qu'une non-uniformité de la déformation dans la partie inférieure de l'échantillon. Cette zone a été considérée comme occupant ~15% de l'aire totale.

La figure I.12 montre une représentation graphique de l'équation (5) qui a été établie premièrement par Iwahashi et ses collaborateurs [Iwahashi97] pour des coudes à  $\Phi=90^\circ$  et supérieures à cette valeur. Par la suite, cette représentation a été élargie par Furuno et ses collaborateurs [Furuno04] pour des coudes ayant des angles  $\Phi$  inférieurs à  $90^\circ$ .

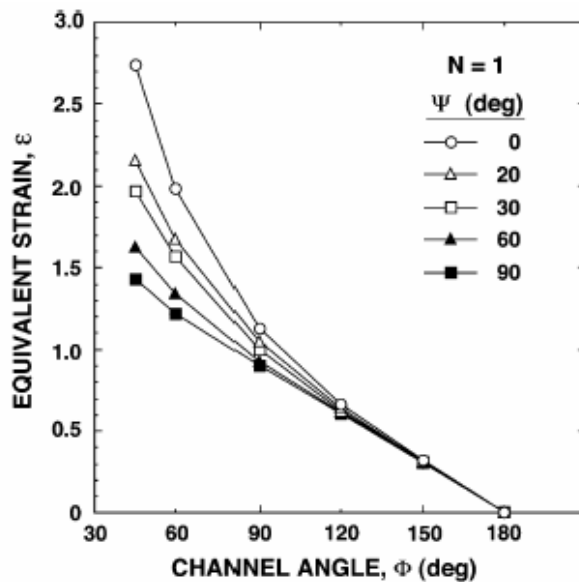


Figure I.12: Variation de la déformation équivalente  $\varepsilon_N$  avec l'angle  $\Phi$  pour des différentes valeurs de l'angle de courbure  $\Psi$  (après un seul passage dans le coude) [Furuno04].

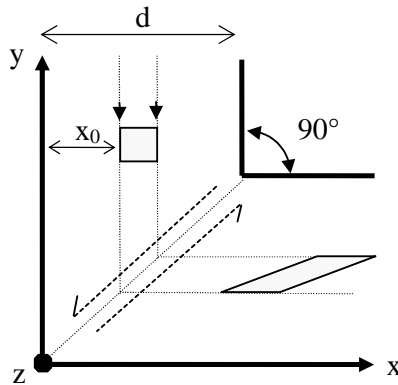
Plusieurs conclusions peuvent être tirées après une analyse de cette représentation graphique:

- L'angle de courbure  $\Psi$  a une influence relativement faible sur la déformation équivalente sauf pour des coudes ayant des angles  $\Phi$  inférieures à  $90^\circ$ ;
- Des déformations exceptionnellement grandes peuvent être atteintes en une seule passe dans des coudes avec des angles  $\Phi$  et  $\Psi$  petits;
- Pour des coudes conventionnels, avec l'angle  $\Phi=90^\circ$ , la déformation équivalente est proche de  $\sim 1$  pour une seule passe et cette déformation est presque indépendante de l'angle  $\Psi$ .

Afin d'éviter la discontinuité du procédé de déformation existante dans l'approche classique présentée ci-dessus et d'améliorer l'approximation de l'écoulement de la matière dans le dispositif ECAE, Tóth et ses collaborateurs [Tóth04, Arruffat-Massion04] ont proposé la fonction analytique suivante (6). Basée sur des *lignes de courant*, elle décrit la trajectoire suivie par un élément de matière traversant la matrice :

$$\phi = (d-x)^n + (d-y)^n = (d-x_0)^n \quad (6)$$

où  $d$  est la largeur des canaux,  $x$  et  $y$  sont les coordonnées de l'élément dans le système de référence de la [figure I.13](#) et  $x_0$  définit la position d'entrée (et de sortie) de la ligne d'écoulement. Cette approche s'applique uniquement à un dispositif ECAE dont les canaux forment un angle droit à leur intersection.



**Figure I.13: Représentation schématique de l'intersection des deux canaux du coude avec les trois axes macroscopiques  $x,y,z$  et l'élément carré qui se transforme dans un parallélogramme lors du passage dans le plan de cisaillement [Arruffat-Massion04].**

Dans cette approche, " $n$ " est le seul paramètre qui décrit la forme possible prise par la trajectoire. Pour  $n=2$ , la fonction prend une forme circulaire. Pour  $n=\infty$ , les lignes d'écoulement sont simplement deux droites formant un angle droit et reliées entre elles au niveau du plan de symétrie à  $45^\circ$ , comme pour le modèle de cisaillement discontinu. En pratique, les valeurs de  $n$  se situent entre 4 et 12.

Cette approche qui sera nommée modèle de « lignes d'écoulement » ou de « lignes de courant » pour la suite, a donc été, proposée pour le procédé ECAE ayant un coude à  $90^\circ$  et utilise seulement un paramètre, le paramètre  $n$ .

Comparée au modèle de cisaillement simple, cette approche donne un gradient de vitesse au niveau du plan de symétrie (c'est-à-dire seulement pour  $x=y$ ). Pourtant, elle en diffère par sa

dépendance à la position le long de la ligne d'écoulement. De plus, ce gradient de vitesses est complètement déterminé par des paramètres expérimentaux à l'exception de  $n$ . La déformation équivalente totale au long d'une ligne d'écoulement est donnée par l'équation suivante:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\pi(n-1)}{n^2 \sin(\pi/n)} \quad (11)$$

Il est bien connu que d'après le modèle du Segal, la déformation équivalente totale imposée en un passe dans un coude à  $\Phi=90^\circ$  et  $\Psi=0^\circ$  est :  $\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} = 1,1547$

L'équation (11) reproduit la même valeur pour la déformation équivalente totale pour une valeur de  $n$  qui tend vers l'infini.

Le nouveau modèle analytique proposé ne dépend que d'un seul paramètre, il est en parfait accord avec les calculs par éléments finis pour le champ de déformation et donne une évaluation correcte (par les modèles auto-cohérent et viscoplastique de Taylor) des textures cristallographiques.

Une présentation plus détaillée de cette approche par lignes de courant sera faite dans le chapitre suivant (§II.4.1.3).

#### 1.4.2.2. Les différentes routes en ECAE.

Un des avantages du procédé ECAE est la possibilité de tourner l'échantillon autour de son axe long après chaque passage dans le coude afin de changer la position du plan de cisaillement par rapport à la passe antérieure. Ce changement de la position du plan de cisaillement a montré des différences importantes dans les microstructures obtenues par ECAE [Nemoto98, Horita00, Furukawa03, Stolyarov01, Vinogradov05, etc.]. Ce procédé qui implique la rotation de l'échantillon après chaque passe est connu sous le nom de route et en fonction de la séquence des rotations on distingue, dans la littérature, quatre routes de base (voir Fig.I.14):

- Route A – l'échantillon est extrudé sans être tourné;
- Route B<sub>A</sub> – l'échantillon est tourné de 90° dans des directions alternantes entre deux passes consécutives;
- Route B<sub>C</sub> – la billette est tournée de 90° dans le même sens après chaque passe;
- Route C – après chaque passage dans le coude, la billette est tournée de 180°

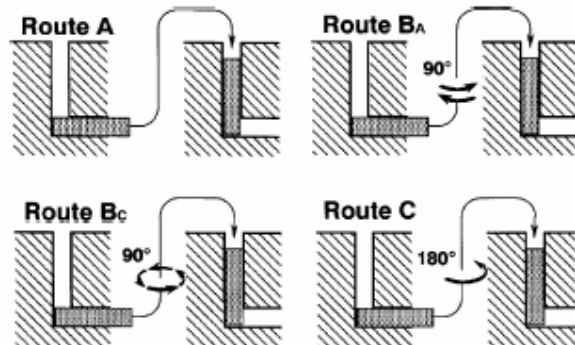
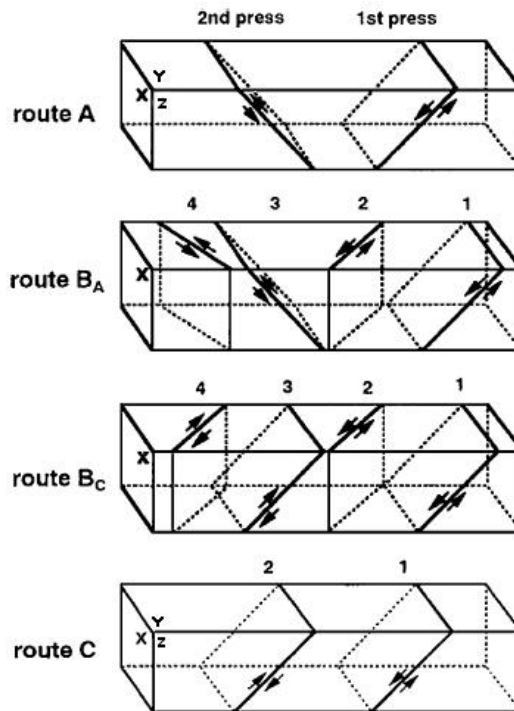


Figure I.14: Les quatre routes fondamentales du procédé ECAE [Nakashima00].

I.4.2.3. Les chemins de déformation correspondants pour chaque route.

Les chemins d'après lesquels la déformation par cisaillement est imposée ainsi que le sens du cisaillement sont présentés schématiquement dans la [figure I.15](#) [Nakashima00]. Ainsi, les plans notés avec des numéros de 1 à 4 correspondent aux quatre premières passes en ECAE tandis que les plans X, Y et Z correspondent aux trois plans orthogonaux vus dans la [figure I.10](#).

Un échantillon déformé par ECAE en utilisant la route C est soumis à une déformation par cisaillement dans le même plan mais le sens du cisaillement est inversé après chaque passe. En conséquent, la route C est considérée comme un procédé redondant de déformation et cette déformation est restaurée après chaque nombre pair de passes. Apparemment la route B<sub>C</sub> est aussi redondante car le cisaillement dans la première passe est annulé par le glissement dans la troisième passe et le cisaillement dans la deuxième passe est annulé par le glissement dans la quatrième passe.



**Figure I.15: Les chemins d'après lesquels la déformation est imposée dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAE [Nakashima00].**

L'effet induit par ces différents chemins de cisaillement sur le matériau est présenté dans la [figure I.16](#), où on représente schématiquement la distorsion d'un élément cubique vue dans les trois plans X, Y et Z jusqu'à huit passes. Ces chemins de déformation et le choix des routes joueront un rôle très important dans le processus d'affinement de la microstructure.

L'effet du changement des chemins de déformation en ECAE a été étudié sur des alliages Al-Mg par Dupuy et Rauch [Dupuy02]. Ils ont trouvé que la différence entre les microstructures obtenues par les différentes routes est proportionnelle au nombre de passes. Ceci a été interprété comme indiquant le fait que des changements successifs du chemin de la déformation ont un effet additionnel sur le comportement mécanique des échantillons. D'après Dupuy et Rauch en facilitant l'apparition du durcissement latent (par la route B<sub>C</sub>), à la place de l'inversion de la déformation (Route C), on s'attend à diminuer d'avantage la taille des grains. En fonction de la géométrie du

coude la route correspond soit à une inversion de la direction de glissement soit à un durcissement latent [Dupuy02].

Route	Plane	Number of pressings								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	□	□	—	—	—	—	—	—
	Z	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	□	□	□	□	□	□	□	□
B <sub>A</sub>	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
B <sub>C</sub>	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
C	X	□	□	□	□	□	□	□	□	□
	Z	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	□	□	□	□	□	□	□	□

**Figure I.16: Les distorsions d'un élément cubique vues dans les trois plans orthogonaux jusqu'à huit passes dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAE [Furukawa98].**

Après avoir fait des tests de traction sur des échantillons en Al-Mg déformés par ECAE en 8 passes, Komura et ses collaborateurs ont trouvé que les meilleures propriétés de plasticité sont obtenues avec les échantillons extrudés par la route B<sub>C</sub> [Komura01].

La route B<sub>C</sub> a aussi été trouvée comme la meilleure procédure à suivre pour atteindre des microstructures très fines dans des échantillons en Ti pur [Stolyarov01]. Il est important de préciser que dans leur étude Stolyarov et ses collaborateurs ont observé que le facteur majeur dans le processus d'affinement de la microstructure est le positionnement du plan de cisaillement par rapport à l'évolution de la texture après chaque passe.

Par contre, en étudiant des alliages Al-Mg et Al-Mn, Gholinia et ses collaborateurs [Gholinia00] ont trouvé que la meilleure façon de diminuer la taille des grains est de garder un chemin constant de la déformation (Route A). L'inversion de la déformation (route C) a aussi été trouvée comme la moins efficace route dans la diminution de la taille des grains. Les deux formes de rotation de 90° (routes B) ont donné des microstructures plus fines que la route C mais ont été moins efficaces dans la formation de nouveaux joints de grains fortement désorientés (affinement de la microstructure) que la route A. Une conclusion importante dans leur article est que les microstructures produites par le procédé ECAE sont en général "inhomogènes".

### 1.4.3. Paramètres expérimentaux du procédé ECAE.

Quand une billette est extrudée par ECAE il existe plusieurs facteurs qui peuvent influencer la capacité de la billette à être mise en forme ainsi que l'évolution de la microstructure et de la texture dans cette billette. Ces facteurs peuvent être classifiés en trois catégories:

- des facteurs associés directement à la géométrie du coude comme les deux angles  $\Phi$  et  $\Psi$  présentés avant (§I.4.3.1);
- des facteurs expérimentaux liés aux régimes du procédé ECAE, incluant par exemple la vitesse d'avancement dans le coude, la température d'extrusion et la présence ou non d'une contre-pression;
- le troisième groupe de facteurs est donné par la nature du matériau à extruder;

L'influence de la géométrie du coude par les deux *angles  $\Phi$  et  $\Psi$*  a été présenté avant (§I.4.3.1) donc on n'insiste pas sur ces deux paramètres. Il est quand même important de préciser que le consensus général dans la littérature est que le coude à  $\Phi=90^\circ$  avec un petit arc de courbure ou voir même sans courbure (angle  $0^\circ \leq \Psi < 20^\circ$ ), est le meilleur compromis entre taux de déformation imposé et la pression nécessaire pour pousser l'échantillon dans le coude sans provoquer sa fissuration [Valiev06].

L'extrusion ECAE est faite d'habitude avec des presses hydrauliques de grande capacité qui fonctionnent à des grandes *vitesses d'avancement du piston*. Typiquement, les vitesses d'avancement dans le coude sont dans le domaine  $\sim 1-20 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . La première étude en détail sur l'influence de la vitesse d'avancement à été faite par Berbon et ses collaborateurs [Berbon99] sur de l'aluminium pur et un alliage Al-Mg pour des vitesses de  $10^{-2}$  jusqu'à  $10 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Cette étude a démontré qu'il n'y a pas une influence significative de la vitesse sur la taille finale des grains ultrafins obtenus avec l'ECAE mais, comme la restauration se produit plus facilement pour des vitesses plus lentes, ces vitesses plus lentes produisent des microstructures plus homogènes.

Une conclusion similaire a été obtenue après l'étude d'échantillon en Al pur et des alliages à base d'aluminium extrudés à des vitesses de 0,18 et 18  $\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  [Yamaguchi99]. Un échauffement plus grand a été observé pour des grandes vitesses.

Des tests sur du titane pur en utilisant des vitesses de 0,2 et 2,8  $\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  ont révélé des différences mineures entre les microstructures obtenues après une passe [Kim03].

La *température* à laquelle est faite l'extrusion est un paramètre clef car on peut la contrôler facilement et ainsi influencer des processus comme la restauration ou la recristallisation. Une des premières études sur l'influence de la température d'extrusion a été fait sur des échantillons en Al pur et alliages à base d'aluminium (Al-Mg, Al-Mg-Si) pour des températures comprises entre la température ambiante et 573 K [Yamashita00]. Les résultats de cette étude indiquent l'existence de deux tendances importantes. Premièrement, il existe une augmentation de la taille finale des grains avec l'augmentation de la température et deuxièmement, la fraction des angles à petites désorientations augmente avec la température. Cette dernière conclusion a été considérée comme due aux plus grands taux de restauration à des hautes températures qui amènent à un plus important phénomène d'annihilation des dislocations à l'intérieur des grains et par conséquent à une diminution des dislocations qui sont absorbées dans les parois des sousgrains.

La tendance à former des grains ou sousgrains ayant des tailles plus grandes avec l'augmentation de la température a aussi été confirmée par d'autres études [Shin02, Chen03, Huang04, Goloborodko04, Wang04]. Des analyses détaillées des clichés de Kikuchi ont confirmé aussi la tendance à former des joints fortement désorientés à des basses températures [Shin02, Chen03, Goloborodko04, Wang04].



La conclusion généralement acceptée est qu'en maintenant une température basse pendant l'extrusion on peut atteindre la plus petite taille des grains possible ainsi que la plus grande fraction de joints de grains fortement désorientés.

Le rôle important de la *contre-pression* dans l'extrusion ECAE a été proposé pour la première fois par Segal et ses collaborateurs au début des années 80 [Segal81]. Durant ces dernières années des études ont été faites sur l'application d'une contre-pression contrôlée par l'ordinateur. Pendant l'extrusion du Cu pur sans l'application de la contre-pression généralement les échantillons présentent des fissures en surface tandis que par l'application d'une contre-pression de 300 Mpa les fissures n'apparaissent plus même après 16 passes [Valiev02]. De façon similaire, un échantillon en Al trempé présentait des fissures après une passe sans contre-pression tandis que par l'application d'une contre-pression de 450 Mpa l'échantillon a pu être extrudé jusqu'à 4 passes sans l'apparition des fissures [Krasilnikov05].

Un autre avantage important de l'utilisation de la contre-pression est l'amélioration visible introduite dans l'écoulement du métal dans le coude. Comme il a déjà été montré par Semiatin et DeLo, pendant l'ECAE le coin extérieur du coude ne se remplit pas toujours en formant une zone nommée "zone morte", spécialement dans les matériaux subissant un fort durcissement pendant la déformation. Ce phénomène fait que la forme de la zone de déformation, qui théoriquement est une ligne, devient plus large en prenant la forme d'un éventail. En conséquence, le processus d'affinement de la microstructure devienne moins uniforme, spécialement dans la partie inférieure des billettes [Semiatin00]. Par contre, l'application de la contre-pression amène à une disparition de la "zone morte" pour tous les métaux purs et alliages.

Techniquement, cette contre-pression peut être appliquée en utilisant plusieurs méthodes. La plus simple consiste dans l'augmentation du frottement dans le canal de sortie ou par une petite diminution de l'aire transversale de ce canal. Cette deuxième solution est plus souvent utilisée car elle aide aussi à compenser les effets de retour élastique des échantillons extrudés. Ce phénomène amène à une petite augmentation de la taille des échantillons après la sortie du coude et donc à l'impossibilité de poursuivre une extrusion à plusieurs passes.

Une autre possibilité pour l'application de la contre-pression est l'utilisation d'un deuxième piston dans le canal de sortie qui appliquera une pression constante contrôlée par un ordinateur [Krasilnikov05].

La nature de la texture cristallographique et la distribution des désorientations entre les grains dans le matériau de départ sont aussi deux paramètres importants qui doivent être pris en compte par l'expérimentateur. L'importance de l'état initial (e.g. texture, microstructure) et de la nature du matériau (e.g. énergie de faute d'empilement, taux de restauration dynamique) seront présentées plus loin dans la section §I.5 quand une discussion sera faite sur les différents facteurs ayant une influence sur l'hétérogénéité de la déformation plastique dans le procédé ECAE.

### *1.4.4. Textures obtenues par le procédé ECAE.*

L'étude de l'évolution des orientations cristallographiques prédominantes résultant de la déformation plastique sévère imposée par l'ECAE est d'une importance majeure. Cette importance est donnée par le fait que beaucoup de propriétés mécaniques et physiques des matériaux sont sensibles la texture cristallographique et qu'une analyse minutieuse de la texture peut rendre possible l'estimation des mécanismes responsables de l'évolution de la déformation plastique et des transformations de phases. Il est bien connu que le principe du procédé ECAE est basé sur une déformation plastique par cisaillement simple dans le plan ainsi qu'au voisinage du plan d'intersection des deux canaux du coude.

Grâce à cette liaison, dans la plupart des études les textures obtenues par ECAE ont été comparées avec des textures obtenues après des grands taux de déformation par cisaillement simple (essais de torsion) [Li05, Tóth04, Suwash06, Beyerlein05, 06, Miyamoto04, etc.]. Avant de passer à une discussion sur cette comparaison des textures il faut présenter les textures obtenues en cisaillement simple (textures de torsion), textures qui ont été étudiées et classifiées il y a plus de vingt ans premièrement par Canova et ses collaborateurs [Canova84] mais aussi par d'autres équipes de chercheurs [Montheillet84, Tóth88, 89].

Il est bien établi que les plus importantes orientations idéales obtenues en torsion sont distribuées le long de deux fibres partielles. En utilisant la description conventionnelle  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  avec une direction cristallographique  $\langle uvw \rangle$  parallèle avec la direction macroscopique de cisaillement et un plan cristallographique de glissement  $\{hkl\}$  parallèle au plan macroscopique de cisaillement [Canova84, Montheillet84, Tóth88], pour les matériaux ayant une maille élémentaire cubique à faces centrées, ces deux fibres partielles sont :

- la fibre A –  $\{111\}\langle uvw \rangle$  ou plus court – la fibre  $\{111\}$ ;
- la fibre B –  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$  ou plus court – la fibre  $\langle 110 \rangle$ ;

Une autre composante de texture très souvent rencontrée dans les matériaux CFC déformés par cisaillement simple est l'orientation idéale C  $(001)\langle 110 \rangle$ . Ces trois composantes de texture sont représentées schématiquement dans la [figure I.17](#) dans les figures de pôles  $(111)$  et  $(100)$  [Canova84].

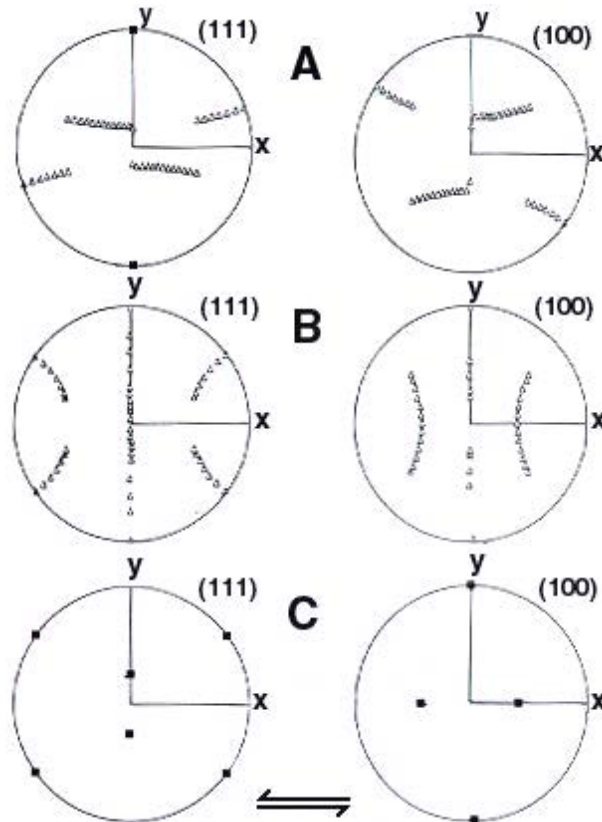


Figure I.17: Représentation schématique des composantes de texture idéales A, B et C dans les figures de pôles  $(111)$  et  $(100)$  [Canova84].

Dans leur étude de comparaison des textures de cisaillement simple avec celles obtenues en ECAE, Tóth et ses collaborateurs ont démontré qu'il existe une bonne similitude entre les composantes idéales obtenues par les deux techniques de déformation, même en ce qui concerne les variations en intensité de ces composantes [Tóth04]. Ils ont trouvé quand même une particularité pour les composantes idéales de texture obtenues en ECAE.

Ces composantes étaient tournées de  $10^\circ$  après la première passe et de  $5^\circ$  après les passes suivantes, par rapport aux positions idéales [Tóth04]. Une déviation de  $5^\circ$  autour de la DT, par rapport aux orientations idéales, a aussi été observée par Li et ses collaborateurs [Li05] pour des composantes de texture obtenues après un passage dans le coude ECAE. Dans cette étude ils ont aussi démontré que, pour un coude ayant un angle  $\Phi$  général et pour des matériaux CFC et CC, il est approprié de comparer les textures ECAE développées après une passe avec des textures obtenues en cisaillement négatif

. Ainsi, les orientations idéales en ECAE après une passe peuvent être déduites des textures obtenues en cisaillement simple négatif avec une rotation additionnelle dans le sens trigonométrique autour de la DT, autrement dit, par l'augmentation de l'angle d'Euler  $\varphi_1$  d'une valeur égale à la moitié de l'angle du coude  $\Phi$ . Ceci est nécessaire afin d'éliminer les différences de repère. Pour le cas le plus étudié d'un coude à  $90^\circ$  cette rotation sera donc de  $45^\circ$  autour de la DT, l'axe X (DE) devenant parallèle à la direction de cisaillement (voir Fig.I.10).

Quoique on se réfère toujours au mêmes orientations, dans la littérature il existe plusieurs notations pour les différentes orientations idéales qui sont distribuées le long des deux fibres partielles A et B. Tóth et ses collaborateurs ont introduit une notation pour les orientations idéales de cisaillement simple (torsion) [Tóth92] ainsi que pour les composantes correspondantes en ECAE [Tóth04] obtenues dans les matériaux CFC. Ces orientations idéales sont présentées dans le [tableau I.1](#) pour le cisaillement simple et dans le [tableau I.2](#) pour l'ECAE.

Les composante idéales en ECAE ont été nommées d'après les composantes idéales en cisaillement simple et en ajoutant l'indice "E". Ces composantes idéales sont représentées schématiquement dans la [figure I.18](#) dans les coupes à  $\varphi_2 = 0^\circ$  et  $\varphi_2 = 45^\circ$  (constant) de l'espace d'Euler.

<b>Composantes de texture</b>	<b>Indices de Miller (plan de cisaillement) [direction de cisaillement]</b>
A	$(1\ 1\ \bar{1})\ [1\ \bar{1}\ 0]$
$\bar{A}$	$(\bar{1}\ \bar{1}\ 1)\ [\bar{1}\ 1\ 0]$
B	$(1\ 1\ \bar{2})\ [1\ \bar{1}\ 0]$
$\bar{B}$	$(\bar{1}\ \bar{1}\ 2)\ [\bar{1}\ 1\ 0]$
C	$(1\ 0\ 0)\ [0\ \bar{1}\ 1]$
$A_1^*$	$(1\ 1\ \bar{1})\ [2\ \bar{1}\ 1]$
$A_2^*$	$(1\ 1\ \bar{1})\ [\bar{2}\ \bar{1}\ 1]$
$\{111\}$ fibre	$\{111\}\ \langle uvw \rangle$
$\langle 110 \rangle$ fibre	$\{hk\ell\}\ \langle 110 \rangle$

**Tableau I.1: Composantes idéales de texture obtenues en cisaillement simple dans les matériaux CFC [Tóth92].**

	Indices Miller			Angles d'Euler		
	DE	DN	DT	$\phi_1$	$\phi$	$\phi_2$
A <sub>2E</sub>	[25 $\bar{3}$ 3]	[6 25 $\bar{25}$ ]	[011]	9.74	45	0
	[ $\bar{3}$ 3 25]	[25 $\bar{25}$ 6]	[110]	99.74	90	45
A <sub>1E</sub>	[6 $\bar{25}$ 25]	[25 3 $\bar{3}$ ]	[011]	80.37	45	0
	[ $\bar{25}$ 25 6]	[3 $\bar{3}$ 25]	[110]	170.37	90	45
C <sub>E</sub>	[ $\bar{100}$ $\bar{71}$ 71]	[100 $\bar{71}$ 71]	[011]	135	45	0
	[71 $\bar{71}$ 100]	[71 $\bar{71}$ $\bar{100}$ ]	[110]	45	90	45
A <sub>E</sub>	[2 $\bar{20}$ 9]	[20 $\bar{2}$ 9]	[112]	45	35.26	45
$\bar{A}_E$	[ $\bar{2}$ 20 $\bar{9}$ ]	[ $\bar{20}$ 2 9]	[112]	225	35.26	45
B <sub>E</sub>	[27 $\bar{100}$ 73]	[100 $\bar{27}$ 73]	[111]	45	54.74	45
	[ $\bar{100}$ 73 27]	[ $\bar{27}$ 73 100]	[111]	165	54.74	45
$\bar{B}_E$	[73 $\bar{27}$ 100]	[73 $\bar{100}$ 27]	[111]	105	54.74	45
	[ $\bar{27}$ 100 73]	[ $\bar{100}$ 27 73]	[111]	225	54.74	45

Tableau I.2: Orientations idéales obtenues en ECAE dans les matériaux CFC [Tóth04].

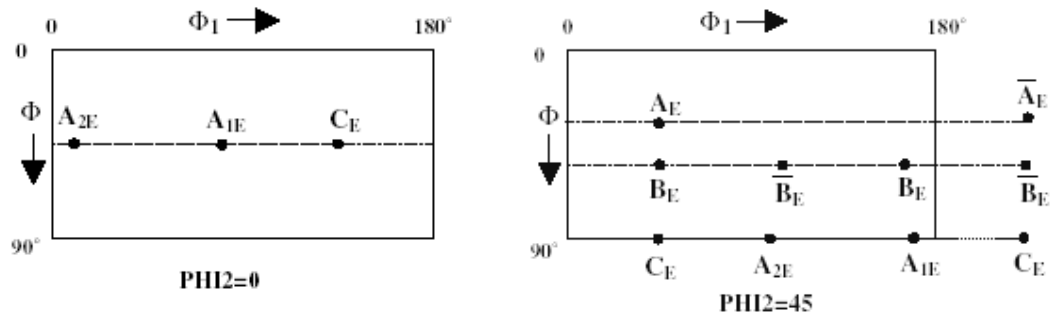


Figure I.18: Représentation schématique des orientations idéales en ECAE dans l'espace d'Euler pour les coupes à  $\phi_2 = 0^\circ$  et  $\phi_2 = 45^\circ$  constant

### 1.4.5. Hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE.

L'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE a été analysée par des études microstructurales et de texture sur des échantillons déformés après une ou plusieurs passes dans le coude. Beaucoup d'articles ont été publiés dans la littérature sur l'étude des différents paramètres influant l'évolution de la texture et de la microstructure. Il est bien sûr normal de considérer que tous les paramètres liés à la nature des échantillons (i.e.  $\gamma_{SFE}$ , taille des grains, nature des joints de grains, etc.) ont une influence sur l'hétérogénéité de la déformation dans le cas de l'ECAE comparable à celle présente dans les procédés classiques de déformation plastique. Par conséquent, dans la suite l'accent sera mis sur les particularités de l'hétérogénéité de déformation dues au procédé ECAE ou à la combinaison entre la géométrie du procédé et les propriétés liées à la nature de l'échantillon.

Presque toutes les études faites jusqu'à présent se limitent à étudier cette évolution à un niveau local et surtout au centre des billettes extrudées. Ceci, parce que cette zone se situe loin des parois du coude où des phénomènes liés au frottement interviennent et aussi parce que la zone centrale représente le mieux la géométrie de la déformation imposée. Cependant, la compréhension du développement de la microstructure et de la texture dans tous les points des billettes est très importante dans le but final de contrôler les propriétés mécaniques des pièces extrudées par ECAE. En général, quand l'hétérogénéité de la déformation est étudiée expérimentalement, les monocristaux sont préférés à la place des polycristaux car ils fournissent une information plus profonde et simplifiée sur le phénomène complexe de la déformation plastique. L'ECAE n'est pas

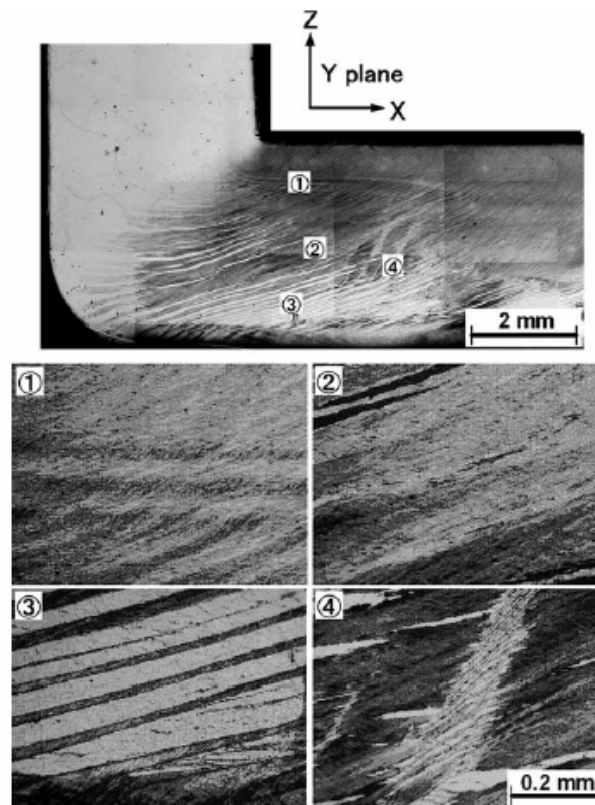
une exception de cette règle mais, jusqu'à présent peu d'études ont été faites sur des monocristaux extrudés par ECAE.

Un premier essai a été fait sur un échantillon monocristallin en Cu pur [Wang03, Wang05], le but principal étant d'observer l'évolution de la texture pendant plusieurs passes en utilisant la route C tandis que l'hétérogénéité de la déformation n'a pas été analysée.

Plus récemment, des études expérimentales détaillées ont été faites sur des échantillons monocristallins en Al pur [Fukuda04, 06, Furukawa05] et en Cu pur [Miyamoto04, 05, 06, Furukawa06] ayant des orientations initiales soigneusement choisies.

Dans un article à paraître cette année, Sandim et ses collaborateurs présentent les résultats expérimentaux obtenus sur de monocristaux de niobium après extrusion d'une, quatre et huit passes à la température ambiante dans un coude ECAE à section transversale circulaire [Sandim07]. Même si les auteurs n'ont pas cherché à étudier l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE, ce travail est intéressant car il utilise les monocristaux pour analyser l'efficacité du procédé ECAE dans l'affinage de la microstructure. La formation des bandes de cisaillement a été considérée comme le phénomène prédominant et responsable pour l'obtention d'une microstructure fine (taille moyenne des grains  $\sim 1\mu\text{m}$ ) après huit passes par la route  $B_C$ .

Pour les études expérimentales sur des monocristaux en Al (Fig.I.19), l'extrusion a été faite à la température ambiante et à l'aide d'un coude à section transversale rectangulaire ayant un angle  $\Phi=90^\circ$  et un angle de courbure  $\Psi=30^\circ$ .



**Figure I.19: Micrographie optique dans le plan transverse d'un échantillon en Al monocristallin extrudé par ECAE [Fukuda04].**

Un échantillon monocristallin ayant une orientation particulière avec un plan  $\{111\}$  parallèle au plan macroscopique de cisaillement et une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction macroscopique de cisaillement, a été étudié après une passe dans le coude [Fukuda04].

D'après Fukuda et ses collaborateurs les résultats EBSD montrent des rotations autour de la DT dans le sens trigonométrique ainsi la formation d'une texture conventionnelle de cisaillement de type B (§I.4.5). La présence de bandes de déformation a été observée dans le voisinage du plan macroscopique de cisaillement (Fig.I.19) par une analyse optique dans le plan DT (plan Y dans leur notation).

Une des conclusions importantes de cette étude est que l'évolution des chemins de déformation par cisaillement, imposés par l'ECAE, sont en bonne corrélation avec les prévisions cristallographiques. Les observations expérimentales ont indiqué l'existence d'un mécanisme simple (ils n'expliquent pas le mécanisme) pour le développement structurel ainsi que des différences dans les chemins de déformation dans le voisinage de la paroi du bas du coude ECAE due aux effets de friction.

D'autres orientations initiales ont aussi été étudiées sur des échantillons monocristallins en Al, tournées autour de la DT : une dans le sens anti-trigonométrique de  $20^\circ$  [Fukuda06] et l'autre de  $20^\circ$  dans le sens trigonométrique [Furukawa05] par rapport à l'orientation présentée ci-dessus. Les résultats expérimentaux obtenus dans le plan DT de l'échantillon " $20^\circ$ " ont indiqué la présence des sousgrains ayant l'axe long parallèle avec les traces du plan primaire de glissement ainsi que des rotations  $\sim 40^\circ$  autour de la DT [Fukuda06]. Pour l'échantillon tourné de  $-20^\circ$  autour de la DT par rapport à l'orientation initiale étudiée par [Fukuda04], les auteurs ont rapporté un gradient de la rotation du matériau autour de la DT. Ainsi, ils ont trouvé que cette rotation est plus importante dans la partie inférieure de l'échantillon ( $\sim 60^\circ$ ) et elle diminue progressivement vers la partie haute de l'échantillon jusqu'à devenir presque nulle.

Des analyses faites sur les coupes transverses de plusieurs monocristaux en Cu pur ayant différentes orientations initiales et déformés par ECAE [Miyamoto04, 05], ont montré que l'hétérogénéité de la déformation au niveau macroscopique ainsi que l'évolution des structures de dislocation sont fortement dépendantes de l'orientation initiale. En fonction des résultats obtenus concernant la microstructure et la texture, sept échantillons extrudés avec un coude à  $90^\circ$  et de section transversale circulaire, ont été classifiés en trois groupes (Fig.I.20):

- $\langle 111 \rangle \langle 112 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle \langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle \langle 100 \rangle$ ;
- $\langle 100 \rangle \langle 110 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle \langle 100 \rangle$ ;
- $\langle 110 \rangle \langle 110 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle \langle 111 \rangle$ ;

Pour chaque orientation la première direction cristallographique est parallèle à la DN tandis que la deuxième est parallèle à la DE.

Les échantillons du groupe I ont présenté des microstructures en bandes avec des dispersions importantes d'orientation. La microstructure était caractérisée principalement par des joints de dislocations nets, allongés, disposés parallèlement à un plan  $\{111\}$  et ayant des épaisseurs  $\sim 0,2 \mu\text{m}$ . L'analyse de l'activité des systèmes de glissement indiquait que des systèmes de glissement avec un plan de glissement parallèle au plan macroscopique de cisaillement ont été préférentiellement activés. La comparaison avec d'autres modes de déformation comme le laminage à froid a révélé l'apparition des bandes de cisaillement et des microbandes dans ce groupe de billettes [Miyamoto05]. Les analyses de texture ont montré pour le groupe I la formation de deux composantes majoritaires ayant les orientations idéales (obtenues en cisaillement simple) A  $\{111\} \langle 211 \rangle$  et C  $\{100\} \langle 011 \rangle$ .

**a) Groupe I**

**b) Groupe II**

**c) Groupe III**



**Figure I.20: Aspect macroscopique dans le plan DT des surfaces attaquées pour chaque groupe d'échantillons [Miyamoto05].**

Les microstructures des échantillons du groupe II étaient caractérisées par de grandes bandes de déformation avec des structures cellulaires equiaxes, conséquence d'une très grande distribution des systèmes de glissement. Les échantillons formant le groupe II ont montré la plus grande dispersion en orientation par rapport aux autres groupes d'échantillons [Miyamoto04].

Finalement, le troisième groupe de billettes était caractérisé par des microstructures cellulaires macroscopiquement homogènes ayant une petite dispersion en orientation, conséquence d'un glissement cristallin uniforme à l'échelle des échantillons. Ils ont attribué ce glissement uniforme à l'activation prédominante d'un seul système de glissement ayant un plan de glissement proche du plan macroscopique de cisaillement [Miyamoto05].

Toutes ces études expérimentales ont été concentrées sur l'influence de l'orientation initiale sur l'évolution de la microstructure et de la texture pendant le procédé d'extrusion par ECAE. Ainsi, des différents comportements, qui ont amené à la formation de différents types de microstructures et textures, ont été observés en fonction de l'orientation initiale. Ce type d'analyse est lié à l'hétérogénéité de la déformation au niveau microscopique ou à un niveau très local, surtout quand l'interprétation a été basée principalement sur des résultats obtenus par EBSD.

L'ECAE est un procédé qui impose une déformation par cisaillement ayant un certain gradient sur l'hauteur des échantillons. Des efforts pour analyser cette hétérogénéité ont été faits sur des échantillons polycristallins en Cu pur extrudés dans un coude à  $90^\circ$  et son existence a été confirmée à l'aide des mesures de texture par diffraction des neutrons [Skrotzki03, 05, 06] et par EBSD [Beyerlein05] aux différents endroits sur l'hauteur des échantillons.

Même si toutes ces études, sur des monocristaux et sur des polycristaux déformés par ECAE, ont ajouté beaucoup d'informations sur l'hétérogénéité de la déformation en ECAE, il existe encore beaucoup d'inconnues qui doivent être résolues afin de comprendre les phénomènes complexes liés à ce procédé de déformation plastique sévère.

C'est dans ce contexte qu'un travail détaillé était nécessaire pour faire le lien entre l'évolution de la microstructure et de la texture pendant la déformation plastique par ECAE, au niveau macroscopique ainsi qu'au niveau microscopique en utilisant des méthodes d'analyse spécifiques pour chaque niveau comme la cartographie par microscopie optique et électronique, la diffraction des neutrons, des rayons X et des électrons. Deux modèles existants (voir §II.4) ont été utilisés pour vérifier et aider à l'interprétation des résultats expérimentaux de texture.

### **Bibliographie:**

[Aernoudt70]	E. Aernoudt, H.P. Stüwe, Z. Metallkunde, 61, pag.128, 1970.
[Adda79]	Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quere, "Elements de métallurgie physique", Tome V (Déformation Plastique), Edité par CEA, chap. 33-35, 1979;
[Aida01]	T. Aida, K. Matsuki, Z. Horita, T.G. Langdon, Scripta Mater, 44, 575, 2001;
[Argon93]	A.S. Argon and P. Hassen, Acta Metallurgica et Materialia, 41, 3289, 1993;
[Arruffat-Massion04]	Thèse de Doctorat, « Modélisation des textures et de l'écrouissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante », Université Paul Verlaine de Metz.
[Asaro79]	R.J. Asaro, Acta Metallurgica, 27, 445, 1979;
[Basson00]	F. Basson and J. H. Driver, Acta Materialia, Vol. 48, pp. 2101-2115, 2000.
[Bay92]	B. Bay, N. Hansen, D.A. Huges and D. Kuhlmann-Wilsdorf, Acta Materialia, 40, No. 2, 205, 1992;
[Beyerlein05]	I.J.Beyerlein, S. Li, C.T. Necker, D.J. Alexander and C.N. Tomé, Philosophical Magazine, vol. 85, No.13, pp. 1359-1394, 2005.
[Beyerlein06]	I.J.Beyerlein, L.S. Tóth, Bulk Nanostructured Materials, 2006
[Berbon99]	P.B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Metall Mater Trans, 30A, 1989, 1999;
[Bridgman52]	P.W. Bridgman, Studies in large plastic flow and fracture. New York (NY): McGraw-Hill, 1952;
[Cahn96]	R.W. Cahn et P. Hassen, Physical Metallurgy (IV <sup>ème</sup> édition), North-Holland, Vol.3, 1906-1938, 1996;
[Canova84]	G.R. Canova, U.F. Kocks, J.J. Jonas, Acta Metallurgica, 32, pag.211, 1984
[Canova84']	G.R. Canova, U.F. Kocks et M.G. Stout, Scripta metall., 18, 437, 1984;
[Chen03]	Y.C. Chen, Y.Y. Huang, C.P. Chang, P.W. Kao, Acta Mater, 51, 2005, 2003;
[Chokshi89]	A.H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, Scripta Mater, 23, 1679, 1989;
[Clarebrough59]	L.M. Clarebrough et M.E. Hargreaves, Progr. Met. Phys., 8, 1, 1959
[Cottrell53]	A.H. Cottrell, "Dislocations and Plastic Flow in Crystals", Oxford Univ. Press, 1953;
[Diehl56]	J. Diehl, Z. Metall., vol.47, pag.331, 1956.
[Dillamore64]	I. L. Dillamore et W.T. Roberts, Acta Metallurgica, 12, pag.281, 1964.
[Dillamore64]	I.L. Dillamore, J.G. Roberts et A.C. Bush, Metals Sci., 13, 73, 1979;
[Driver94]	J.H. Driver, D.J. Jensen, N. Hansen, Acta Metall. Mater., 42, 3105, 1994;
[Dupuy02]	L. Dupuy, E.F. Rauch, Materials Science and Engineering A337, 241-247, 2002;
[Erb93]	U. Erb, A.M. El-Sherik, G. Palumbo, K.T. Aust, Nanostruct Mater, 2,



	383, 1993;
[Estrin98]	Y. Estrin, L. S. Tóth, A. Molinari and Y. Bréchet, Acta mater. Vol. 46, No. 15, pp. 5509±5522, 1998;
[Fukuda04]	Y. Fukuda, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Acta Mater, 52, 1387, 2004;
[Fukuda06]	Y. Fukuda, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Mater Sci Eng, A420, 79, 2006;
[Furukawa05]	M. Furukawa, Y. Kawasaki, Y. Miyahara, Z. Horita, T.G. Langdon, Mater Sci Eng, A410–411, 194, 2005;
[Furukawa98]	M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Mater Sci Eng, A257, 328, 1998;
[Furukawa03]	M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Metals Mater, 9, 141, 2003;
[Furukawa06]	M. Furukawa, Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon, Mater Sci Forum, 503–504, 113, 2006;
[Furuno04]	K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Acta Mater, 52, 2497, 2004;
[Gaspérini96]	M. Gaspérini, C. Pinna, et W. Swiatnicki, Acta Materialia, 44, 10, 4195-4208, 1996;
[Gholinia00]	Gholinia A., Prangnell P.B. and Markushev M.V., Acta Mater., 48, 1115, 2000;
[Gleiter89]	H. Gleiter, Prog Mater Sci, 33, 223, 1989;
[Goloborodko04]	A. Goloborodko, O. Sitdikov, R. Kaibyshev, H. Miura, T. Sakai, Mater Sci Eng, A381, 121, 2004;
[Goran05]	D. Goran, J.-J. Fundenberger, S. Suwas, E. Bouzy, L.S. Tóth, W. Skrotzki and T. Grosdidier, Materials Science Forum, (ICOTOM 14), 495-497, 833-838, 2005;
[Hall51]	E. O. Hall, Proc Roy Soc B, 64, 747, 1951;
[Hansen92]	N. Hansen, Scripta Metallurgica et Materialia, 27, 1447-1452, 1992;
[Hansen01]	N. Hansen, X. Huang, D.A. Hughes, Materials Science and Engineering, A317, 3–11, 2001;
[Hansen04]	N. Hansen, Proceedings of "Evolution of Deformation Microstructures in 3D", 13-32, Roskilde, Denmark, 2004;
[Hirsch88]	J. Hirsch, K. Lücke, M. Hatedrly, Acta Metall., 36, 2905, 1988;
[Hofler90]	H.J. Hofler, R.S. Averbach, Scripta Metall Mater, 24, 2401, 1990;
[Horita00]	Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T.G. Langdon, Mater Sci Tech, 16, 1239, 2000;
[Huang04]	W.H. Huang, C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang, Mater Sci Eng, A366, 221, 2004;
[Hughes95]	D.A. Hughes, N. Hansen, Scripta Metall. Mater., 33, 2, 315-321, 1995;
[Hughes97]	D.A. Hughes et N. Hanses, Acta Materialia, Vol.45, 9, 3871-3886, 1997;

**Chapitre I. Etude bibliographique sur l'hétérogénéité de la déformation**

[Hughes00]	D.A. Hughes et N. Hansen, Acta Materialia, 48, 2985-3004, 2000;
[Hughes01]	D.A. Hughes, Materials Science and Engineering, A319-321, 46-54, 2001;
[Humphreys96]	F.G. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 1996.
[Iwahashi96]	Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Scripta Mater 35, 143, 1996;
[Iwahashi97]	Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Acta Mater, 45, 4733, 1997;
[Jackson83]	P.J. Jackson, Scripta Metallurgica, Vol. 17, 199-202, 1983;
[Jago86]	R.A. Jago, N. Hansen, Acta Met., 34, 1711-1720, 1986;
[Kim03]	I.Y. Kim, J.Y. Kim, D.H. Shin, J.T. Park, Metall Mater Trans 34A, 1555, 2003;
[Kimura95]	Y. Kimura and S. Takaki, Mat. Trans. JIM, 36, 289, 1995;
[Koch92]	C.C. Koch, Y.S. Cho, Nanostruct Mater, 1, 207, 1992;
[Komura01]	S. Komura, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Materials Science and Engineering A297, 111-118, 2001;
[Krasilnikov05]	N.A. Krasilnikov, Russian Metall., 3, 35, 2005;
[Kulkarni98]	S.S. Kulkarni, E.A.S. Starke, D. Kuhlmann-Wilsdorf, Acta Mater, 46, 5283, 1998;
[Lee93]	C.S. Lee, B.J. Duggan, R.E. Smallman, Acta Metall Mater, 41, 2265, 1993;
[Lee00]	D.N. Lee, Scripta Mater, 43, 115, 2000;
[S.Lee00]	S. Lee, T.G. Langdon, Mater Res Soc Symp Proc, 601, 359, 2000;
[Li00]	X.W. Li, G. Wang, S.X. Li, Phil. Mag., A 80, 1901-1912, 2000;
[Li04]	Y. Li, S.X. Li, G.Y. Li, Materials Science and Engineering A372, 75-80, 2004;
[Li05]	S. Li, I.J. Beyerlein, M.A.M. Bourke, Materials Science and Engineering A394,1-2, 66-77, 2005;
[Liu95]	Y.L. Liu, H. Hu, N. Hansen, Acta metall. Mater., 43, 6, 2395-2405, 1995;
[Liu98]	Q. Liu, D.J. Jensen, N. Hansen, Acta mater., 46, 16, 5819-5838, 1998
[Lu90]	K. Lu, W.D. Wei, J.T. Wang, Scripta Metall Mater, 24, 2319, 1990;
[Luton89]	M.J. Luton, C.S. Jayanth, M.M. Disko, S. Matras, J. Vallone, Mater Res Soc Symp Proc, 132, 79, 1989;
[Mahesh06]	S. Mahesh, Acta Materialia, 54, 4565-4574, 2006;
[Mecking81]	H. Mecking, 2 <sup>nd</sup> Riso Conf. On "Deformation of Polycrystals", N. Hansen

	et al. (eds.), 73, 1981;
[Meyers06]	M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson, Progress in Materials Science, 51, 427–556, 2006;
[Miyamoto04]	H. Miyamoto, S. Hashimoto et all, Philosophical Magazine Letters, Vol. 84, No. 4, pag. 235-243, 2004.
[Miyamoto05]	H. Miyamoto, J. Fushimi, T. Mimaki, A. Vinogradov, S. Hashimoto, Mater Sci Eng A405, 221, 2005;
[Miyamoto06]	H. Miyamoto, J. Fushimi, T. Mimaki, A. Vinogradov, S. Hashimoto, Mater Sci Forum 503–504, 799, 2006;
[Morii85]	K. Morii, H. Mecking et Y. Nakayama, Acta Metallurgica, Vol.33, 3, 379-386, 1985;
[Mughrabi86]	H. Mughrabi, T. Ungar, W. Kienle et M. Wilkens, Phil. Mag, 53, 793, 1986;
[Montheillet84]	F. Montheillet, M. Cohen, J.J. Jonas, Acta Metall, 32, 11, 2077-2089, 1984
[Nabarro64]	F.R.N. Nabarro, Z.S. Basinski et D.B. Holt, Advances in Physics, 13, 193, 1964;
[Nakashima00]	K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Mater Sci Eng, A281, 82, 2000;
[Nemoto98]	M. Nemoto, Z. Horita, M. Furukawa, T.G. Langdon, Metals Mater, 4, 1181, 1998;
[Nieman89]	G.W. Nieman, J.R. Weertman, R.W. Siegel, Scripta Metall, 23, 2013, 1989;
[Pantleon01]	W. Pantleon et N. Hansen, Acta Materialia, 49, 1479-1493, 2001;
[Pantleon04]	W. Pantleon, Materials Science and Engineering, A 387–389, 257–261, 2004;
[Paul03]	H. Paul, J.H. Driver, C. Maurice et Z. Jasienski., Materials Science and Eng. A359, p.178, 2003.
[Petch53]	N. J. Petch, Journal of Iron Steel Institute, 174, 25, 1953;
[Quadir06]	M.Z. Quadir, B.J. Duggan, Acta Materialia, 54, 4337–4350, 2006;
[Qods06]	F. Qods, Thèse de Doctorat, "Comportement mécanique des métaux polycristallins aux grandes déformations en torsion; expériences et simulations", Université Paul Verlaine de Metz.
[Rollett88]	A.D. Rollet, Thèse de Doctorat "Strain Hardening at Large Strains in Aluminium Alloys", Drexel University, Los Alamos Nat. Lab., Los Alamos, N.M., 1988;
[Rosen95]	G.I. Rosen, D.J. Jensen, D.A. Hughes, N. Hansen, Acta metall. Mater. 43, 7, 2563-2579, 1995;
[Sandim07]	H.R.Z. Sandim, H.H. Bernardi, B. Verlinden, D. Raabe, Materials Science and Engineering A, en presse, 2007;
[Sherby01]	O.D. Sherby, J.J. Wadsworth, Mater Proc Tech, 117, 347, 2001;
[Segal81]	V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevski, V.I. Kopylov, Russian Metal., 1, 99, 1981.

[Segal95]	V.M. Segal, Materials Science and Engineering, A197, 157, 1995.
[Segal99]	V.M. Segal, Materials Science and Engineering, A271, 322, 1999.
[Segal02]	V.M. Segal, Materials Science and Engineering, A338, 331, 2002.
[Segal03]	V.M. Segal, Materials Science and Engineering, A345, 36, 2003.
[Segal04]	V.M. Segal, Materials Science and Engineering, A386, 269, 2004.
[Semiatin00]	S.L. Semiatin, D.P. DeLo, E.B. Shell, Acta Mater, 48, 1841, 2000;
[Shan99]	A. Shan, I.G. Moon, H.S. Ko, J.W. Park, Scripta Mater, 41, 353, 1999;
[Shin02]	D.H. Shin, J.J. Pak, Y.K. Kim, K.T. Park, Y.S. Kim, Mater Sci Eng, A325, 31, 2002;
[Skrotzki03]	W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C.-G. Oertel, H.-G. Brokmeier, S. Suwas, L.S. Tóth, Solid State Phenomena, 105, 327-332, 2003;
[Skrotzki05]	W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C.-G. Oertel, H.-G. Brokmeier, S. Suwas, L.S. Tóth, Mat. Sci. Forum (ICOTOM-14), 495-497, 821-826, 2005;
[Skrotzki06]	W. Skrotzki, B. Klöden, C.-G. Oertel, N. Scheerbaum, H.-G. Brokmeier, S. Suwas and L.S.Tóth, Ultrafine Grained Materials IV. Edited by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin, and T.C. Lowe, TMS, 283-288, 2006;
[Stolyarov01]	V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, I.V. Alexandrov, T.C. Lowe, R.Z. Valiev, Materials Science and Engineering, 1299, 59-67, 2001;
[Suwas06]	S. Suwas, R. Arruffat-Massion, L.S. Toth, J.-J. Fundenberger, A. Eberhardt and W. Skrotzki, Metall. Mater. Trans. A, 2006, 37A, 739.
[Tóth88]	L.S. Tóth, P. Gilormini, J.J. Jonas, Acta Metall., 36, 3077-3091, 1988;
[Tóth89]	L.S. Tóth, K.W. Neale, J.J. Jonas, Acta Metall. 37, 2197-2210, 1989;
[Tóth92]	L.S. Tóth, J.J. Jonas, D. Daniel, J.A. Bailey, Text Microstruct, 19, 245, 1992;
[Tóth04]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., Acta Materialia, 2004, 52,1885.
[Tsuji04]	N. Tsuji, X. Huang, H. Nakashima, Proceedings of "Evolution of Deformation Microstructures in 3D", 147-169, Roskilde, Denmark, 2004;
[Valiev00]	R.Z. Valiev, I.V. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog Mater Sci, 45, 103 (2000).
[Valiev02]	R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, T.C. Lowe, Y.T. Zhu, Journal Mater Res, 17, 5, 2002;
[Valiev06]	R.Z. Valiev et T.G. Langdon, Progress in Materials Science, 51, 881–981, 2006;
[Vercammen04]	S. Vercammen, B. Blanpain, B.C. De Cooman, P. Wollants, Acta Materialia, 52, 2005-2012, 2004;
[Vert97]	J.A. Wert, Q. Liu and N. Hansen, Acta Mater, 45, No.6, 2565-2576,

	1997;
[Vinogradov05]	A. Vinogradov, T. Ishida, K. Kitagawa et V.I. Kopylov, <i>Acta Materialia</i> , 53, 2181-2192, 2005;
[Wagner95]	P. Wagner, O. Engler et K. Lücke, <i>Acta metallurgica et materialia</i> , Vol.43, 10, 3799-3812, 1995;
[Van Houtte79]	P. Van Houtte, J.G. Sevillano et E. Aernoudt, <i>Z. Metallk.</i> , 70, 426, 503, 1979;
[Wang03]	G. Wang, S.D. Wu, L. Zuo, C. Esling, Z.G. Wang, G.Y. Li, <i>Mater Sci Eng A346</i> , 83, 2003;
[Wang04]	Y.Y. Wang, P.L. Sun, P.W. Kao, C.P. Chang, <i>Scripta Mater</i> , 50, 613, 2004;
[Wang05]	G. Wang, S.D. Wu, Q.W. Jiang, Y.D. Wang, Y.P. Zong, C. Esling, L. Zuo, <i>Materials Science Forum</i> , (ICOTOM 14), 495-497, 2005;
[Wang06]	J.T. Wang, <i>Mater Science Forum</i> , 503-504, 363, 2006;
[Washburn67]	J. Washburn et G. Murty, <i>Can. Jour. Of Phys.</i> , 45, 523, 1967;
[Wert97]	J.A. Wert, Q. Liu et N. Hansen, <i>Acta Materialia</i> , 45, No.6, pag.2565-2576, 1997.
[Wert04]	J.A. Wert, <i>Proceedings of "Evolution of Deformation Microstructures in 3D"</i> , 13-32, Roskilde, Denmark, 2004;
[Wilsdorf97]	D. Kuhlmann-Wilsdorf, <i>Scripta Materialia</i> , 36, 2, 173-181, 1997;
[Winther00]	G. Winther, X. Huang et N. Hansen, <i>Acta Materialia</i> , Vol.48, 2187-2198, 2000;
[Wu97]	Y. Wu, I. Baker, <i>Scripta Mater</i> , 37, 437, 1997;
[Xia00]	K. Xia, J. Wang, <i>Metall Mater Trans</i> , 32A, 2639, 2000;
[Yamaguchi99]	D. Yamaguchi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, <i>Scripta Mater</i> , 41, 791, 1999;
[Yamashita00]	A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita, T.G. Langdon, <i>Mater Sci Eng</i> , A287, 100, 2000;
[Zhu04]	Y.T. Zhu, T.C. Lowe, T.G. Langdon, <i>Scripta Mater</i> 51, 825, 2004;

## Chapitre II. Techniques de préparation et de caractérisation

Ce travail est centré sur l'étude détaillée des hétérogénéités de déformation se développant pendant l'extrusion à froid par le procédé ECAE d'un matériau avec une structure cristalline cubique à faces centrées. Dans ce cadre la microstructure et la texture, au niveau macroscopique mais aussi au niveau microscopique, ont été analysées par différentes méthodes. Ces méthodes seront énumérées dans la suite sans entrer dans les détails, car ces techniques sont bien connues. Par contre, les particularités des techniques d'analyse utilisées pour cette étude ainsi que la préparation des échantillons seront présentées de façon plus détaillée.

## II.1. Choix des monocristaux

Deux échantillons monocristallins ayant différentes orientations initiales ont été extrudés par ECAE à la température ambiante:

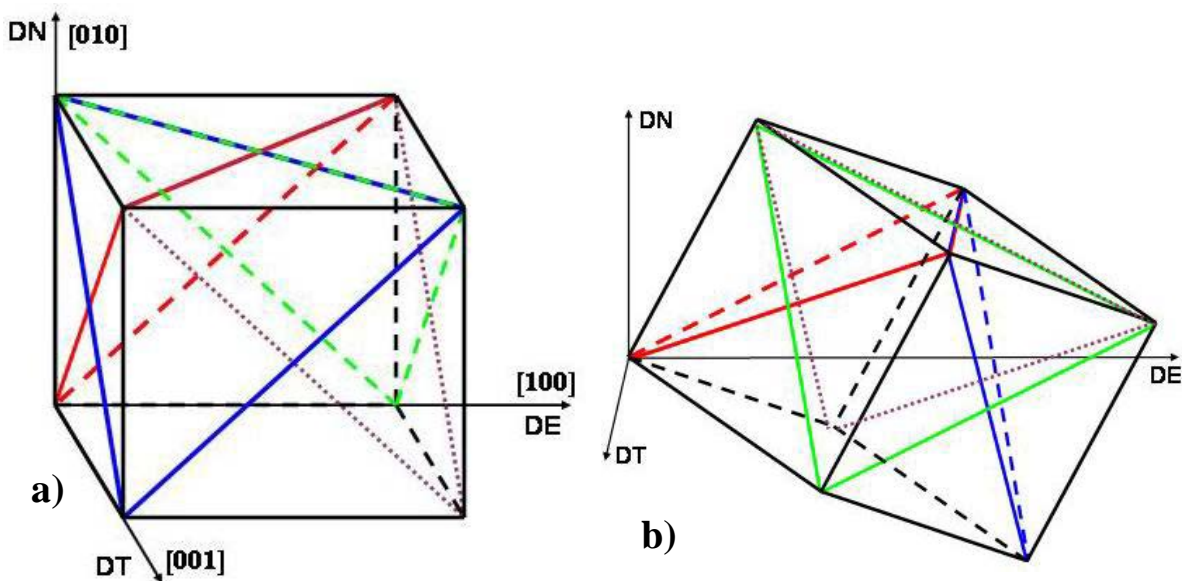
- *Echantillon A* - avec les directions cristallographiques:  $\langle 010 \rangle$  parallèle à DN et  $\langle 001 \rangle$  parallèle à DT qui est aussi connue comme l'orientation "cube sur face";
- *Echantillon B* - avec les directions cristallographiques:  $\langle 311 \rangle$  parallèle à DN et  $\langle 011 \rangle$  parallèle à DT;

L'orientation "cube sur face" est très étudiée grâce à deux motifs principaux:

- *Sa symétrie cristallographique* élevée: - qui donne ses propriétés de métastabilité pendant la déformation à froid [Dillamore64];
- *Sa présence* dans les produits industriels: - influant les propriétés finales des tôles ou des pièces par l'apparition des grains avec l'orientation cube sur face lors des traitements thermiques (recuit) après laminage [Basson00].

L'orientation cube sur face est métastable pendant la déformation à la température ambiante et se déforme de façon hétérogène se divisant en structures de déformation fortement désorientées [Wert97, Aernoudt70, Dillamore64, Basson00].

Dans notre cas, le plan théorique de cisaillement (plan macroscopique du procédé ECAE) coïncide avec un plan de symétrie du cristal (e.g.  $\{110\}$ ), donc plusieurs systèmes de glissement seront équivalents par rapport au procédé (Fig.II.1). Par conséquent, l'activation simultanée ou la concurrence entre ces systèmes, d'une zone à l'autre, amènera à une déformation très hétérogène.



**Figure II.1: Positions des plans  $\{111\}$  avant le commencement de la déformation (orientations initiales) pour les deux échantillons.**

Cette hétérogénéité représente un problème très important qui demande une analyse profonde car pour modéliser la texture de déformation dans la plupart des cas les modèles sont

limités à des déformations homogènes. Pour toutes ces raisons l'orientation cube sur faces a été choisie comme une des orientations initiales à étudier.

A part le facteur disponibilité, dans le cas du deuxième échantillon, l'orientation initiale a été choisie de telle façon à satisfaire au moins une condition:

- *Déformer une orientation différente* ou, autrement dit, une orientation qui ne possède pas une symétrie élevée par rapport au procédé ECAE (voir Fig.II.1);

En déformant une orientation avec une symétrie faible par rapport au procédé ECAE il est très probable qu'un seul système de glissement soit activé et la déformation sera, théoriquement, assez homogène au moins localement.

## II.2. Préparation des échantillons.

Ces deux échantillons fournis avec générosité par Monsieur le Professeur Werner SKROTZKI de l'Institut de la Physique Structurale de l'Université de Dresde en Allemagne, ont été coupés par électroérosion à partir d'un monocristal de nickel très pur (99,99%) obtenu par la méthode Bridgman. La "qualité" des deux monocristaux a été analysée à l'aide de plusieurs mesures ponctuelles d'orientation par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) à différents endroits sur les faces polies de chaque échantillon. Cette analyse a relevé une déviation moyenne de l'orientation monocristalline de  $2^\circ$  avec des maxima de  $4,5^\circ$ .

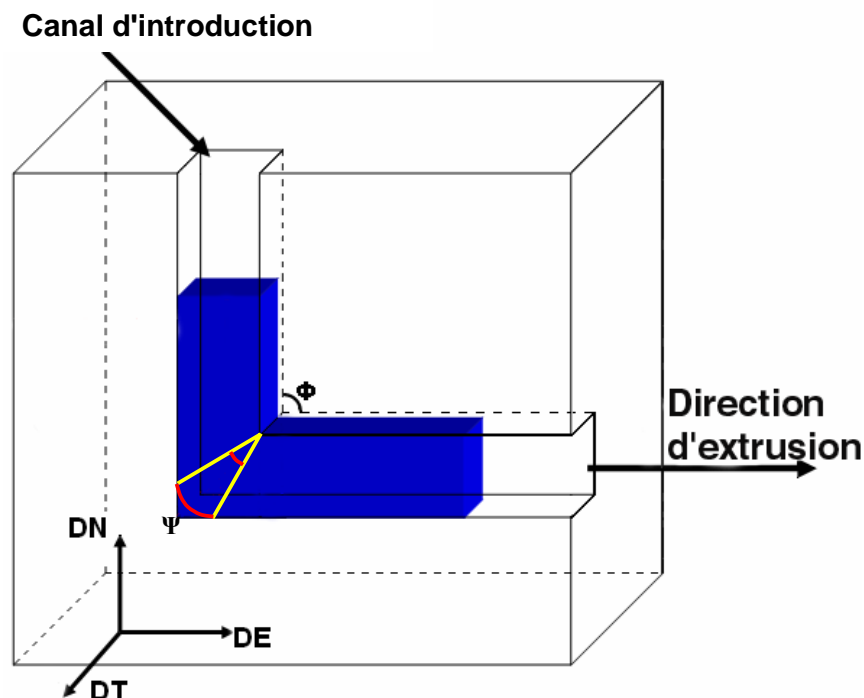
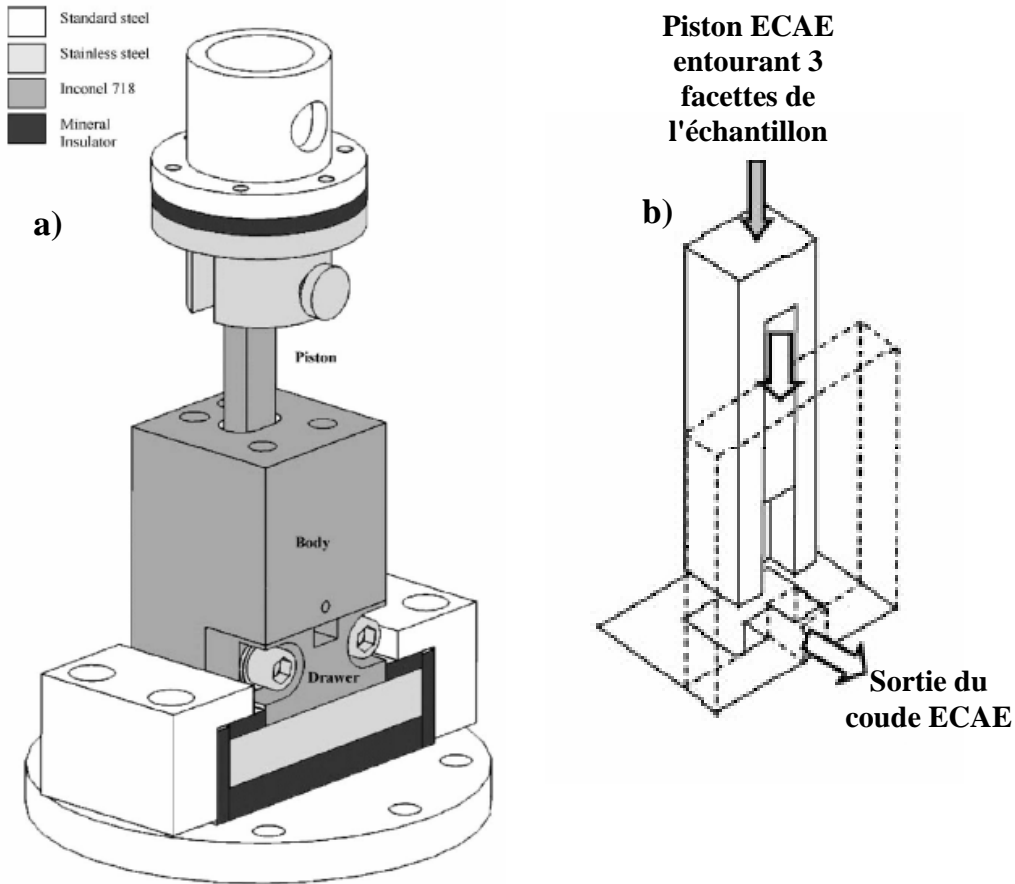


Figure II.2: Représentation schématique du procédé ECAE avec les angles  $\Phi$  et  $\Psi$  ainsi que le repère macroscopique ECAE.



**II.2.1. Dispositif expérimental ECAE.**

Les deux échantillons monocristallins ont été déformés par le procédé ECAE dans le Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (UMR CNRS 7554) de l'Université Paul Verlaine de Metz à l'aide de l'équipe de chercheurs de Monsieur le Professeur Laszlo Tóth. L'expérience ECAE a été faite à la température ambiante à l'aide d'un coude à section transversale carrée ayant l'angle intérieur<sup>1</sup>  $\Phi=90^\circ$  et l'angle extérieur<sup>2</sup>  $\Psi=0^\circ$  (Fig.II.2). Une représentation schématique de l'appareillage utilisé et de ses composantes est présentée dans la figure II.3 ainsi qu'une représentation schématique de la géométrie du piston du coude ECAE.



**Figure II.3: Représentation schématique du coude ECAE a) et les matériaux utilisés pour sa conception [Mathieu06] ainsi que la représentation schématique du piston du coude ECAE b).**

Pour diminuer les forces de frottement, les échantillons ont été revêtus de  $\text{MoS}_2$  avant d'être introduits dans le coude.

<sup>1</sup> Angle intérieur  $\Phi$  – c'est l'angle formé par les deux canaux du coude; cet angle se trouve dans la partie supérieure du coude ECAE (Fig.II.2) et c'est lui qui donne le type du coude (e.g.  $90^\circ$ ,  $120^\circ$  etc.)

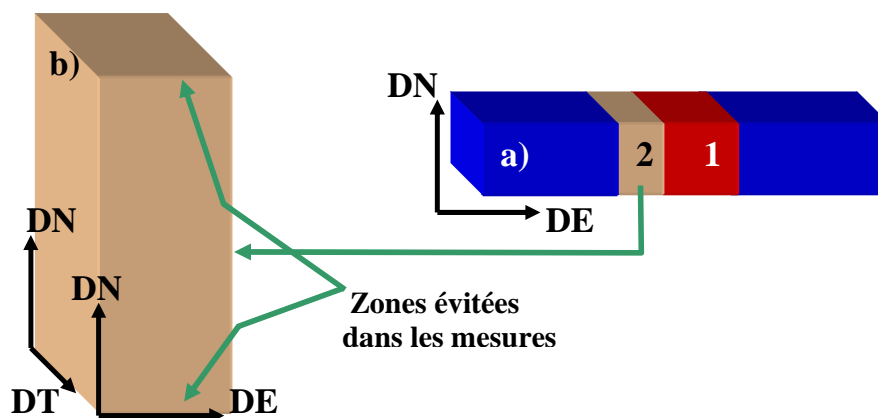
<sup>2</sup> Angle extérieur  $\Psi$  – c'est l'angle de courbure du coin inférieur du coude qui a une très importante influence sur l'hétérogénéité de la déformation (Fig.II.2)

Un piston à géométrie "spéciale" (Fig. II.3.b) a été conçu [Mathieu06] et utilisé pour l'extrusion ECAE des échantillons afin de minimiser les efforts ainsi que les effets induits par le frottement avec les parois du coude. Ce piston entoure trois facettes latérales d'un échantillon, la facette qui reste libre étant celle perpendiculaire à la direction d'extrusion.

Les échantillons ont été extrudés à des vitesses d'avancement du piston très lentes (1mm/min), une machine de traction Zwick 200 kN étant utilisée pour l'avancement du piston dans le coude fixe.

### II.2.2. Préparation des échantillons.

Des échantillons ont été prélevés au milieu des barreaux déformés pour différents types d'analyses (Fig.II.4). Du barreau déformé **A** un échantillon avec les dimensions 10x10x10 mm (échantillon **1** dans la figure II.4.a.) a été coupé pour la mesure de la texture globale par diffraction de neutrons et un autre échantillon 4x10x10 mm (échantillon **2** dans la figure II.4.a.) à été utilisé pour des mesures de texture par diffraction des rayons X et pour les analyses au microscopes optique et électronique. Dans le cas du barreau B la texture globale n'a été analysé qu'à l'aide de la diffraction des rayons X, donc, seulement un échantillon avec les dimensions 4x10x10 a été coupé. Il faut aussi préciser que *l'échantillon A* a été passé complètement dans le coude tandis que l'extrusion de *l'échantillon B* a été arrêtée à 2/3 de la longueur de l'échantillon afin de pouvoir analyser la cinématique de la déformation pendant le passage du métal dans la zone d'intersection des deux canaux.



**Figure II.4: Représentation schématique des coupes faites sur les échantillons utilisés pour des différents types d'analyse.**

Pour *l'analyse au microscope optique* les surfaces à observer ont d'abord été polies miroir avec du papier abrasif de carbure de silicium jusqu'à une granulométrie 4000. La préparation se poursuit par un polissage avec des suspensions diamantées à différentes granulométries jusqu'à 1/4 de micromètre. Les surfaces sont ensuite attaquées avec une solution acide (10ml d'eau, 38ml d'acide nitrique concentré 65% et 100 ml d'acide acétique glacial 100% [Petzow99]) pendant 5-6 secondes de manière à révéler la microstructure.

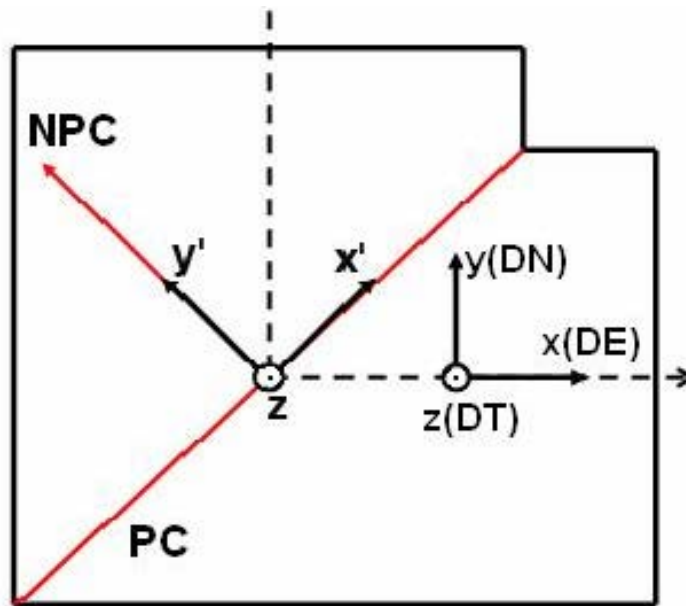
La même procédure de polissage mécanique a été utilisée pour la préparation des échantillons à étudier sous le *microscope électronique à balayage*. Pour augmenter la qualité des résultats (*le taux d'indexation*<sup>3</sup>), en mode EBSD, il faut améliorer l'état de surface de l'échantillon et un polissage électrolytique sera nécessaire.

<sup>3</sup>*Le taux d'indexation* - décrit le nombre des points auxquels une orientation a pu être attribuée par rapport au nombre total des points de mesure. En général, on considère comme exploitables, les données contenues dans une cartographie EBSD obtenue avec un taux d'indexation supérieur à 70%.

L'électrolyte utilisé est une solution composée de 70% d'acide acétique glacial et de 30% d'acide perchlorique à 60%. Les résultats optimaux ont été obtenus pour une attaque d'environ 30 secondes et une tension de 80V. Il faut préciser que le procédé est extrêmement sensible à la concentration de l'électrolyte et que pour obtenir une surface très lisse il faut aussi augmenter la dynamique des ions dans la solution (utilisation d'un agitateur). L'échantillon est ensuite rincé avec de l'eau distillée et soumis aux ultrasons pour éliminer toute trace d'acide.

### II.3. Techniques et paramètres utilisés pour analyser la texture globale et locale.

Différentes méthodes d'analyse ont été utilisées pour analyser la microstructure et la texture des deux échantillons. Seule la mesure de la texture par diffraction des neutrons est une technique "3D" ou une technique qui donne des informations concernant le volume entier de l'échantillon analysé. Les autres techniques utilisées dans cette étude révèlent les informations liées aux surfaces analysées ou sur quelques dizaines de micromètres dans le volume. Vu ces limitations, pour étudier l'hétérogénéité de la déformation il est nécessaire d'analyser les échantillons dans plusieurs plans macroscopiques. Ainsi des coupes transverses (plan DN\_DT) et latérales (plan DN\_DE) ont été préparées.



**Figure II.5: Représentation schématique du système de référence  $x'y'z$  utilisé dans la description des composantes de textures.**

Parce que dans l'analyse de la texture il est très important d'avoir un système de référence fixé pour pouvoir se repérer dans l'espace mais aussi pour pouvoir comparer les résultats obtenus sur les différentes coupes, tous les résultats de mesure de texture seront représentés dans un seul système de référence –  $x'y'z$ , celui représenté schématiquement dans la [figure II.5](#). Ce système de référence est le plus utilisé dans la littérature récente sur l'ECAE [Toth04, Li04, Li05] car il est le mieux positionné pour observer l'influence du plan de cisaillement sur la texture ainsi que sur la microstructure.

Pour une orientation quelconque  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  représentée dans ce système, le plan cristallographique  $\{hkl\}$  est parallèle au plan de cisaillement (PC) ou plan  $y'$  et la direction cristallographique  $\langle uvw \rangle$  est parallèle à la direction de cisaillement (DC) ou direction  $x'$ .

### II.3.1. Notion d'orientation individuelle

Un matériau polycristallin est formé d'un agrégat de grains d'orientations différentes. A l'échelle macroscopique, la statistique de distribution de ces orientations, désignée par texture cristallographique, a un effet important sur le comportement anisotrope d'un polycristal. Pour définir l'orientation cristalline d'un grain dans le matériau, il est nécessaire de considérer deux repères (Fig.II.6) :

- le repère  $K_A$ , lié à l'échantillon, appelé repère macroscopique, dont les axes sont souvent choisis en fonction de la symétrie du procédé d'élaboration.
- le repère  $K_B$ , lié au grain, appelé repère cristallin, dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie de réseau du cristal considéré.

Dans un cristal de symétrie cubique, les axes du repère  $K_B$  coïncident avec les directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$  et  $\langle 001 \rangle$ . Il existe alors 24 repères cristallins équivalents par symétrie, qui se déduisent les uns des autres par les 24 éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du réseau cubique [Humbert95].

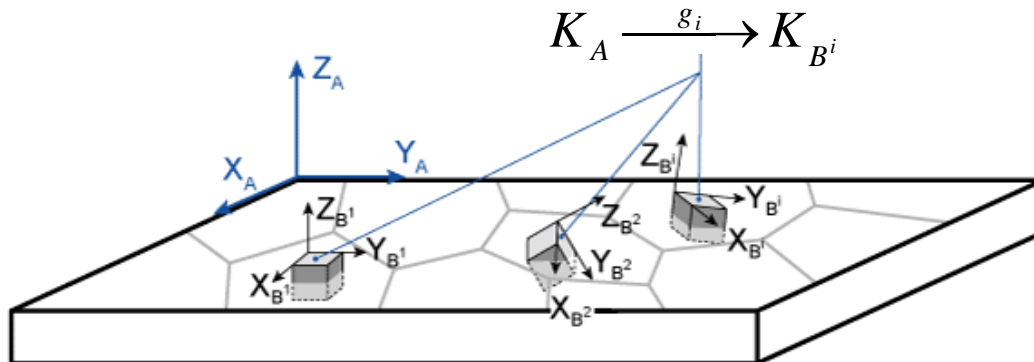


Figure II.6: Correspondance entre le repère de l'échantillon  $K_A$  et les repères cristallins  $K_B^i$

L'orientation d'un cristal est définie par la rotation  $g$  qui permet d'amener le repère macroscopique  $K_A$  en coïncidence avec le repère  $K_B$ , abstraction faite de toute translation. On peut noter qu'il existe un ensemble de rotations équivalentes caractérisant la même orientation :

$$\{S_j \cdot g\} \quad (1)$$

avec  $\{S_j\}$  - correspondant aux éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

Ces rotations peuvent être décrites de différentes manières:

- Représentation angulaire : Toute rotation  $g$  peut se décomposer en une suite de 3 rotations élémentaires :

$R(\varphi_1, Oz)$  : Une rotation d'angle  $\varphi_1$  autour de l'axe  $Oz$  du repère  $K_A$ , qui amène le repère  $K_A$  en  $K'$  ( $Ox', Oy', Oz$ ).

$R(\phi, Ox')$  : Une rotation d'angle  $\phi$  autour de l'axe  $Ox'$  du repère  $K'$ , qui amène le repère  $K'$  en  $K''$  ( $Ox', Oy'', Oz''$ )

$R(\varphi_2, Oz'')$  : Une rotation d'angle  $\varphi_2$  autour de l'axe  $Oz''$  du repère  $K''$ , qui amène le repère  $K''$  en  $K_B$ .

Les angles  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  forment le triplet d'angles d'Euler caractérisant la rotation  $g$  (Fig. II.7).

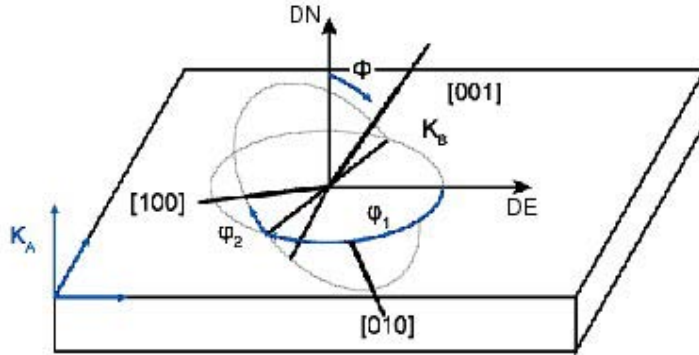


Figure II.7: Définition des angles d'Euler

- Représentation matricielle : La rotation  $g$  peut également être définie par une matrice de rotation  $M(g)$  qui permet le calcul des composantes d'un vecteur dans le repère  $K_A$ , le vecteur étant défini dans le repère  $K_B$ :

$$\begin{aligned} K_A &\rightarrow K_B \\ V_{K_A} &= M(g) \cdot V_{K_B} \end{aligned} \quad (2)$$

En décomposant la rotation selon les 3 rotations citées ci-dessus, on aboutit à :

$$M(g) = \begin{pmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -c_1 s_2 - s_1 c_2 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + c_1 s_2 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{pmatrix} \quad (3)$$

avec :

$$\begin{aligned} c &= \cos \phi & s &= \sin \phi \\ c_1 &= \cos \varphi_1 & s_1 &= \sin \varphi_1 \\ c_2 &= \cos \varphi_2 & s_2 &= \sin \varphi_2 \end{aligned}$$

- Représentation axe - angle : On peut décrire la rotation  $g$  comme une rotation d'un angle  $\omega$  autour d'un axe unitaire  $\vec{d}$  :

$$\omega = \min(\omega_i) = \min_{s_i} \left( \arccos \left( \frac{\text{Trace}(M(g) \cdot S_i) - 1}{2} \right) \right) \quad (4)$$

où:  $S_i$  - les éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

$$\vec{d} = \begin{pmatrix} d_1/N \\ d_2/N \\ d_3/N \end{pmatrix}, \text{ avec :} \quad \begin{aligned} d_1 &= M_{2,3} - M_{3,2} \\ d_2 &= M_{1,3} - M_{3,1} \\ d_3 &= M_{1,2} - M_{2,1} \end{aligned} \quad \text{et } N = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2}$$

**II.3.2. Calcul de la fonction de texture.**

L'ensemble des mesures d'orientations individuelles permet aussi de caractériser la texture locale ou globale du matériau. Pour des analyses locales de texture, il faut au préalable s'assurer que les mesures couvrent une aire suffisamment importante, représentative de la zone étudiée.

Pour caractériser la texture du matériau, on calcule la fonction de distribution des orientations (FDO), notée  $f(g)$  qui par définition correspond à la fraction volumique de cristallites ayant une orientation  $g$  à  $dg$  près :

$$\frac{dV}{V} = f(g) dg \tag{5}$$

où  $g$  est l'orientation du cristal définie au § II.3.1.

La fonction  $f(g)$  peut ensuite être développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées suivant le formalisme proposé par Bunge [Bunge82] :

$$f(g) = \sum_{\ell=0}^{\ell_{\max}} \sum_{m=-\ell}^{\ell} \sum_{n=-\ell}^{\ell} C_{\ell}^{mn} T_{\ell}^{mn}(g) \tag{6}$$

avec  $\ell$  un nombre entier positif et  $m, n$  des entiers.

$C_{\ell}^{mn}$  : les coefficients de texture

$\ell_{\max}$  : dépend de l'acuité de la texture

Pour caractériser l'acuité de la texture, on utilise l'indice de texture défini comme suit :

$$J = \int f^2(g) dg = \sum_{\ell, \mu, \nu} \frac{1}{2\ell + 1} |C_{\ell}^{\mu\nu}|^2 \tag{7}$$

**II.3.3. Mesure de la texture locale par diffraction des rayons X.**

Des mesures globales et locales de texture ont été faites à l'aide de la diffraction des rayons X. Les figures de pôles (111), (200), (220) et (311) ont été mesurées en utilisant un goniomètre de texture (Fig.II.8) en mode réflexion.

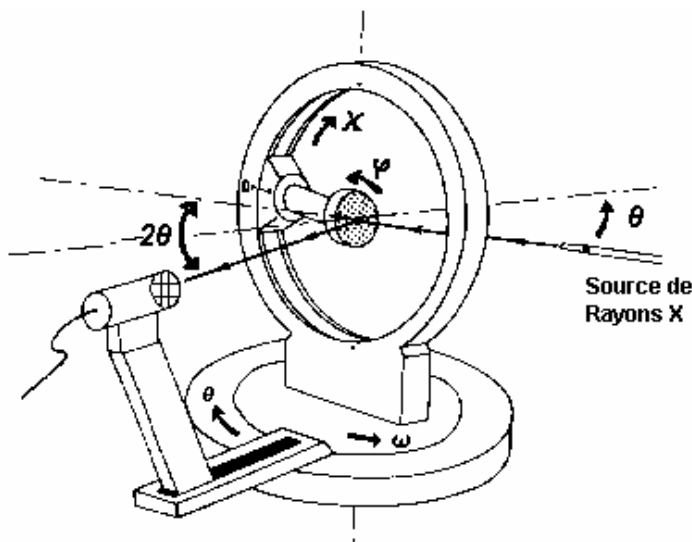


Figure II.8: Schéma d'un goniomètre de texture

En mode réflexion, l'échantillon est posé sur un support qui est animé de plusieurs rotations indépendantes:

- la rotation de déclinaison (angle  $\chi$  ou  $\psi$ );
- la rotation d'azimut (angle  $\varphi$ );
- un balayage dont le rôle est d'augmenter la surface explorée qui améliore la statistique;

Les deux rotations ( $\chi$  et  $\varphi$ ) permettent d'orienter les échantillons de telle manière que les plans (hkl) de tous les volumes cristallins seront, à un moment donné, en position de diffraction. La sélection des plans qui diffractent utilise la relation de Bragg qui permet de fixer la direction du compteur des photons X grâce au mouvement  $2\theta$  du goniomètre.

Le mouvement  $\omega=\theta$  positionne les échantillons de telle façon que les chemins optiques des faisceaux X incidents et réfléchis soient identiques. Ceci permet une description de la figure de pôles, c'est-à-dire de la densité des pôles (hkl), grâce au parcours de toutes les orientations dans un domaine de  $80^\circ$  en déclinaison et  $360^\circ$  en azimut. La limitation à  $80^\circ$  provient du fait qu'au delà de cet angle on se trouve en incidence rasante ce qui empêchera toute diffraction.

Pour calculer les figures de pôles complètes (les orientations d'un domaine de  $90^\circ$  en déclinaison et  $360^\circ$  en azimut) les données brutes de mesure ont été traitées à l'aide de logiciels spécifiques (TexEval et des logiciels propres au LETAM). Les figures de pôles (111), (200), (220) et (311) ont été utilisées pour calculer la fonction de distribution des orientations (FDO) avec la méthode d'expansion en séries et en utilisant une symétrie triclinique d'échantillon.

Tous les résultats ont été obtenus par l'irradiation des échantillons avec un faisceau (source de Co –  $\lambda=0,1789\text{nm}$ ) monochromatique (filtre Fe) d'un diamètre égal à 0,80 mm. Vu la particularité de cette étude (échantillons monocristallins à l'origine – pics très étroits prévus dans les figures des pôles), la résolution sur les figures de pôles a été augmentée en diminuant les pas de mesure (diminution de l'aire des cases sur la sphère de pôles) de la moitié –  $1,30^\circ$  en déclinaison et  $2,50^\circ$  en azimut. Suite à cette modification, les temps de comptage ont été diminués à 2 secondes pour les figures de pôles (111) et (200) et 3 secondes pour les figures de pôles (220) et (311), afin de pouvoir finir les mesures dans une période acceptable de temps. Le compteur, situé à une distance de 230 mm et comportant une ouverture de fentes en largeur de 6 mm, fonctionnait en mode "intégration pendant le déplacement".

Pour les mesures locales de texture un masque en Mo a été utilisé. Ce masque comportait une ouverture circulaire de 3 mm en diamètre et avait une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ . Cette particularité d'utiliser un masque dans la mesure de texture locale introduit une modification dans les données brutes de mesure par rapport au cas d'une mesure de texture sans masque. La modification est donnée par le fait que le nombre de photons des rayons X incidents sur la surface mesurée varie au cours de la mesure. Cette variation de l'intensité de rayonnement X par unité de surface est due au fait que l'aire qui participe à la diffraction reste fixe (un disque de 3 mm en diamètre) tandis que le faisceau s'étale (la zone irradiée devienne une ellipse) quand l'échantillon est incliné. Par exemple, quand l'inclinaison de l'échantillon s'approche du maximum de  $80^\circ$  la zone irradiée prend une forme elliptique avec le grand diamètre d'approximativement 15mm. Ceci fait que l'intensité des photons incidents par unité de surface est presque 4 fois plus petite que lorsque le faisceau tombe perpendiculairement sur la surface de l'échantillon. De ce fait, des coefficients de correction ont été calculés et ensuite appliqués aux résultats bruts de mesure afin de réduire les erreurs induites par l'utilisation du masque de Mo.

### II.3.4. Mesure de la texture globale par la diffraction des neutrons.

Des mesures de texture globale ont été faites par diffraction des neutrons au laboratoire TEX-2 du Centre de Recherche GKSS de Geesthacht en Allemagne (Fig.II.9).

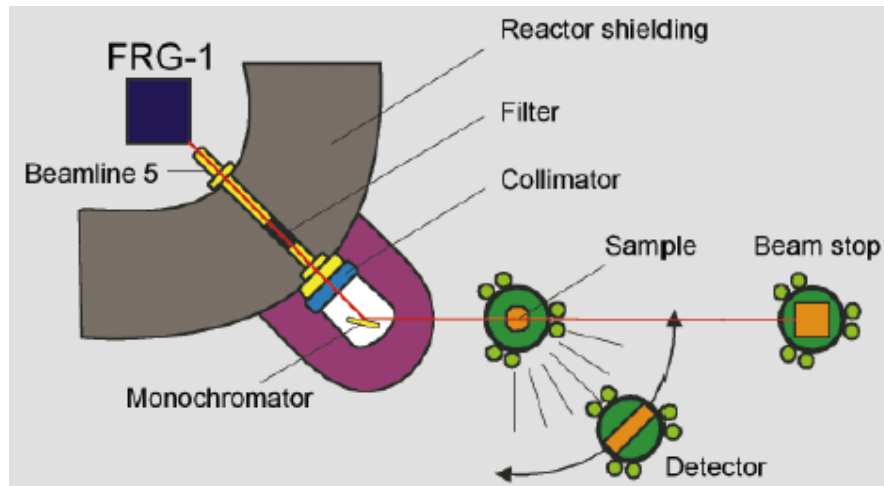


Figure II.9: Vue schématique du TEX-2

Pour ces mesures globales de texture on a utilisé des échantillons cubiques (10mm x 10mm x 10mm) prélevés au milieu des barreaux déformés par ECAE. Les figures de pôles (200), (220) et (111) ont été mesurées et utilisées pour calculer la fonction de distribution des orientations (FDO) avec la méthode d'expansion des séries (degré d'expansion de séries allant jusqu'au 22) et en utilisant une symétrie monoclinique d'échantillon.

### II.3.5. Analyse d'orientations individuelles par EBSD.

L'analyse d'orientations individuelles par EBSD a été utilisée pour l'étude de la texture et de la microstructure au niveau microscopique sur les deux échantillons. A l'aide de cette technique il est possible de faire le lien entre les hétérogénéités de déformation et les différentes composantes de texture présentes dans les deux échantillons. Les données d'orientation individuelle obtenues avec un système d'analyse EBSD (HKL) monté sur un MEB-FEG Jeol 6500 (Microscope Electronique à Balayage – Field Emission Gun ou Source à Emission de Champ). Les résultats bruts ont été traités à l'aide du logiciel Channel V créée par la société HKL-Software de Danemark. En ce qui suit, quelques notions sur la technique utilisée seront présentées.

#### II.3.5.1. Acquisition des données EBSD

##### **Le principe de l'EBSD**

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet de déterminer l'orientation des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de Kikuchi [Schwarzer93]. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on souhaite connaître l'orientation. Les électrons rétrodiffusés, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants vont diffracter selon deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble constitue le diagramme de Kikuchi. Une indexation rationnelle des différentes



droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline. (Fig.II.10)

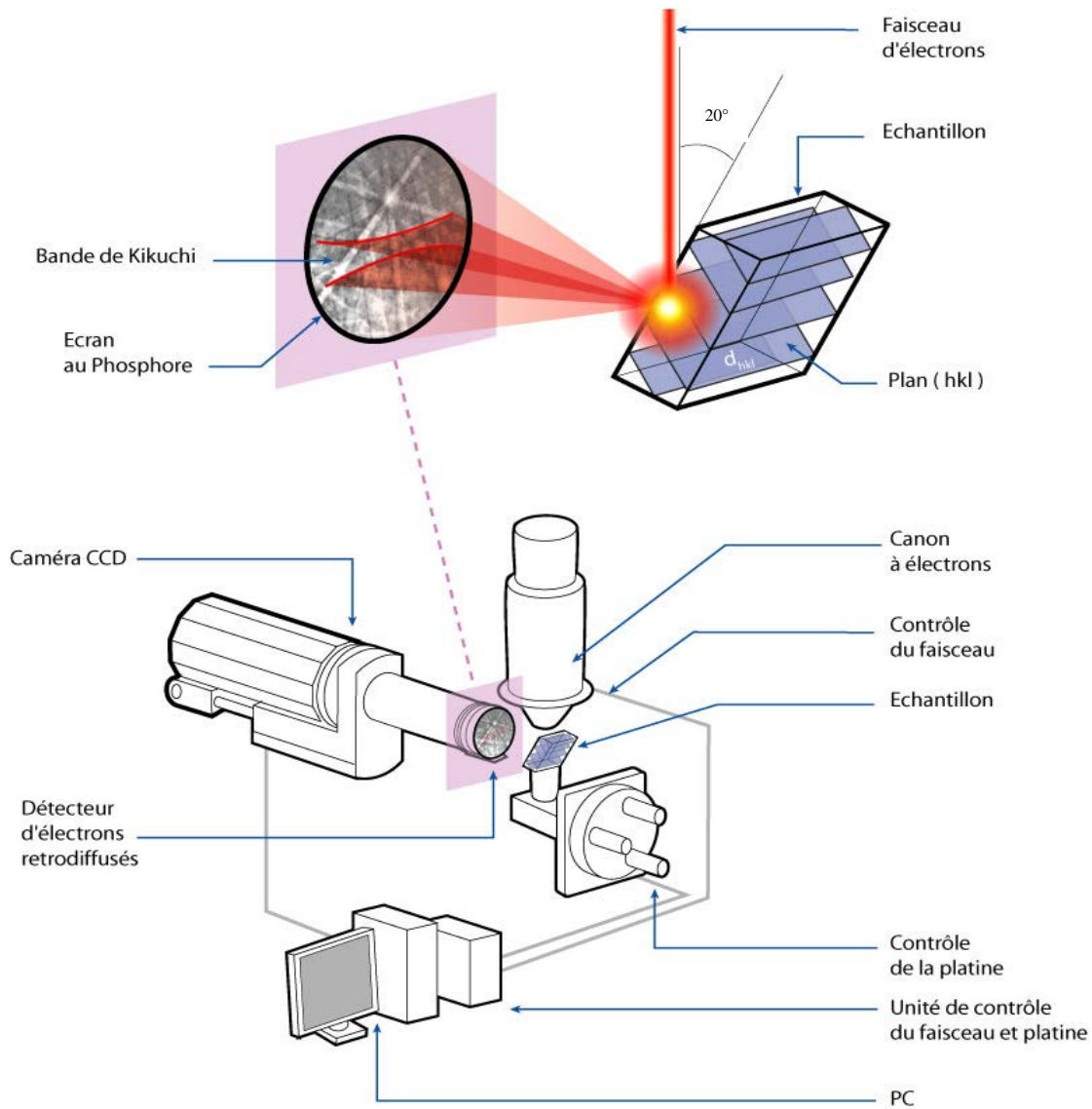


Figure II.10: Principe de l'EBSD

### Le dispositif expérimental

Dans la pratique, l'échantillon parfaitement poli, est placé dans un microscope électronique à balayage. Il est incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forme un angle de  $70^\circ$ . Cette géométrie permet d'obtenir une efficacité maximale. Le dispositif est constitué d'un écran fluorescent sur lequel les électrons retrodiffusés forment le diagramme et d'une caméra qui prend en temps réel l'image des diagrammes. Ces données sont ensuite exploitées par un logiciel d'indexation automatique qui calcule l'orientation cristallographique correspondante.

### Acquisition en mode 'cartographie'

Pour caractériser la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' avec le faisceau d'électrons se

déplaçant suivant une grille prédéfinie, sur la surface à analyser. Le pas de déplacement du faisceau, détermine la résolution de la carte EBSD. Pour cette étude les cartographies d'orientation ont été obtenue avec des pas de 0,1  $\mu\text{m}$ . En chaque point de la grille, le système procède à l'acquisition et à l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient notamment pour chaque point analysé :

- les coordonnées du point
- la nature de la phase détectée
- l'orientation correspondante
- l'indice de qualité<sup>4</sup> (IQ) du diagramme de Kikuchi.

L'ensemble de ces données est ensuite exploité par un module d'analyse qui génère diverses représentations graphiques et en particulier les cartographies d'orientations.

### II.3.5.2. Exploitation courante des données EBSD

#### **Correction des données**

Lors d'une acquisition en mode automatique, plusieurs diagrammes de Kikuchi théoriques peuvent correspondre à un même jeu de bandes identifiées sur le diagramme expérimental. Dans ce cas, l'orientation déterminée n'est pas fiable. Pour limiter ces erreurs d'indexation, il est possible d'augmenter le nombre de bandes utilisées pour la recherche de la solution. Par contre, lorsque ce nombre est trop important, le nombre de points non indexés augmente. Il faut donc trouver un compromis entre tous les paramètres d'acquisition (qualité du diagramme, précision dans la détection des bandes, nombre de bandes, etc.) pour obtenir le plus grand nombre de données fiables.

De ce fait, les données brutes d'acquisition doivent être corrigées. Différentes méthodes de filtrage permettent d'identifier et de supprimer les erreurs d'indexation. Par ailleurs, il est courant d'associer aux points non indexés, les orientations majoritaires de leurs voisinages immédiats. La qualité finale de la cartographie obtenue est donc directement liée aux conditions d'acquisition des données et à leur post-traitement.

#### **Représentation standard**

Il existe de nombreuses représentations des données EBSD. Nous ne décrivons ici que les représentations les plus courantes, qui seront utilisées dans la suite du travail.

*Les cartographies d'orientations et de désorientations* sont générées en affectant à chaque pixel et à la frontière entre pixels, une couleur liée à son orientation ou à la désorientation entre pixels. Ces cartographies permettent d'étudier la distribution spatiale des orientations en relation avec d'autres paramètres de la microstructure. Il est fréquent d'associer à ces cartographies, les *figures de pôles* des principaux plans réflecteurs de la structure cristalline ou les *figures de pôles inverses* repérant les directions macroscopiques de l'échantillon par rapport aux directions principales de la structure cristalline. Enfin, il est possible d'obtenir des données statistiques sur la distribution de la taille et de la morphologie des grains. L'ensemble des pixels appartenant à un même grain s'obtient en regroupant les pixels voisins dont la désorientation angulaire n'excède pas un certain seuil.

---

<sup>4</sup> L'indice de qualité d'un diagramme - décrit l'intensité moyenne des bandes de diffraction par rapport au bruit de fond. Il est très sensible aux imperfections locales du cristal telles que les dislocations [Randle-92]. En général, les diagrammes de diffraction sont de mauvaise qualité aux joints de grains (superposition de plusieurs diagrammes, topologie, ...) ou dans des zones fortement déformées (densité de dislocations élevée). De ce fait, une carte de l'IQ permet de visualiser la microstructure.

## **II.4. Procédure pour la modélisation et les simulations de la texture.**

La modélisation, utilisée dans ce travail (§IV), a été développée dans la thèse de Roxane Arruffat-Massion [Arruffat-Massion-04] et les détails de la procédure employée dans ce travail y sont décrits. Dans ce qui suit une courte présentation des modèles et de la procédure sera faite afin de faciliter la compréhension des résultats présentés au chapitre IV.

Des simulations de textures ont été réalisées en utilisant des modèles analytiques basés sur l'étude de la déformation dans le coude du dispositif ECAE à 90°, afin de les comparer aux résultats des mesures de texture locales faites sur les deux échantillons utilisés pour cette étude. Chaque orientation idéale initiale a été discrétisée en 1000 grains avec des orientations obtenues aléatoirement dans un domaine de 6° maximum autour de l'orientation initiale. Ces deux textures discrétisées ont été introduites dans un modèle auto-cohérent où deux approches ont été utilisées pour décrire la déformation en ECAE:

- le cisaillement simple;
- les lignes d'écoulement (ou de courant).

### **II.4.1. Modélisation.**

#### **II.4.1.1. Modèle auto-cohérent de Molinari.**

Basé sur des règles explicites de changements d'échelle, les modèles auto-cohérents essaient de prédire le comportement macroscopique à partir du comportement microscopique. Ils permettent une estimation précise de l'évolution du polycristal en tenant compte, dans une certaine mesure, de la morphologie polycristalline et de l'interaction des grains. En effet, chaque grain se déforme différemment sous l'effet de la contrainte imposée à l'échantillon testé. Cette hypothèse est bien prise en considération dans le modèle auto-cohérent, à la différence du modèle de Taylor qui s'appuie sur l'homogénéité de la déformation plastique au sein du polycristal.

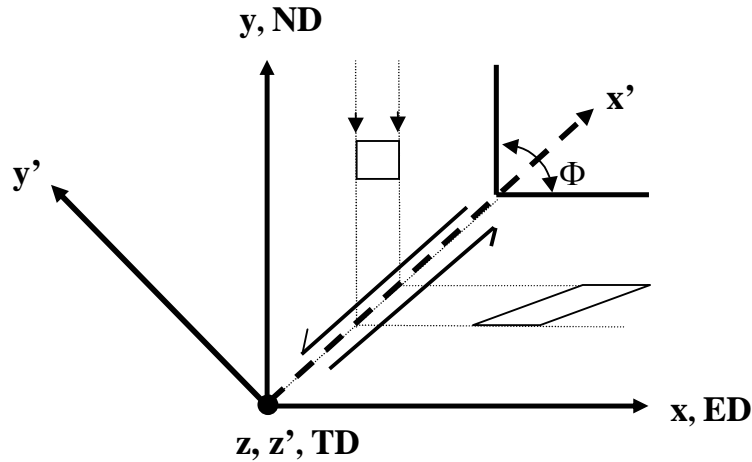
Le principe du modèle auto-cohérent peut être décrit de la manière suivante : les interactions entre un grain particulier et tous les autres sont assimilées à celles entre le grain considéré et le milieu homogène équivalent. Les caractéristiques de ce dernier sont les inconnues à déterminer. Celles-ci sont calculées en exprimant les relations des moyennes entre les propriétés mécaniques locales (que l'on vient de déterminer) et globales (que l'on cherche).

Molinari *et al.* [Molinari87] ont développé un modèle viscoplastique pour des grandes déformations afin de prédire l'évolution des textures de déformation. Ce modèle, calibré et validé par éléments finis, a été employé dans sa version isotropique au sens de l'interaction entre le milieu homogène équivalent et le grain [Molinari94]. La déformation élastique a été négligée, mais, les effets de forme, l'interaction entre les grains et l'anisotropie géométrique et d'écrouissage ont été pris en considération dans cette approche. Ce code a été utilisé pour effectuer des simulations de texture présentées au chapitre IV.

#### **II.4.1.2. Approche par cisaillement simple.**

Segal V.M., inventeur du procédé ECAE, a présenté la première approche analytique [Segal81, Segal99]. Il a proposé un modèle, permettant de calculer des grandeurs macroscopiques telles que les contraintes ou les déformations, qui se fonde essentiellement sur l'étude de lignes

d'écoulement. Les pièces extrudées subissent à l'intersection des deux canaux du coude ECAE une déformation moyenne en cisaillement. Schématiquement (Fig.II.11), un élément ayant initialement une forme carrée par déformation lors de son passage dans le coude est transformée dans un parallélogramme.



**Figure II.11: Représentation schématique de l'intersection des deux canaux du coude avec les trois axes macroscopiques, le repère  $x'y'z$  (§II.3) et l'élément carré qui se transforme dans un parallélogramme lors du passage dans le plan de cisaillement (représenté en pointillé) [Arruffat-Massion04].**

Quand la matrice du dispositif ECAE n'est pas arrondie, le cisaillement est seulement localisé dans un plan à  $45^\circ$ . C'est une différence radicale par rapport aux autres essais de cisaillement simple (e.g. la torsion) où le cisaillement est produit simultanément sur la totalité de l'échantillon. En raison de la zone locale de l'écoulement plastique dans l'essai en ECAE, le modèle de Segal présente une approche de "cisaillement discontinu".

Le gradient de vitesse du cisaillement simple dans le plan de discontinuité (système  $x'y'z$  de la figure II.11) est le suivant :

$$L' = \begin{pmatrix} 0 & -\dot{\gamma} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (8)$$

avec  $\dot{\gamma}$  positif. Quand  $L'$  est exprimé dans le système de référence  $x y z$ , on obtient :

$$L = \frac{\dot{\gamma}}{2} \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad (9)$$

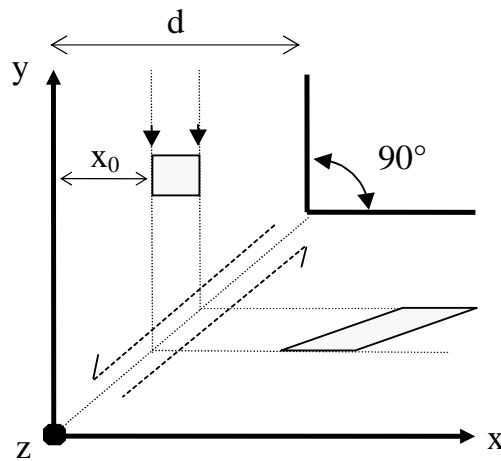
Le but du calcul de  $L$  sous cette forme est de pouvoir l'incorporer facilement dans deux codes de plasticité polycristalline (auto-cohérents) afin d'obtenir des textures qui pourront être comparées à celles des essais expérimentaux.

II.4.1.3. Approche par lignes d'écoulement

L'approche faite par [Arruffat-Massion04] s'applique uniquement à un dispositif d'ECAE dont les canaux forment un angle droit à leur intersection. Afin d'éviter la discontinuité du procédé de déformation présenté dans l'approche du paragraphe précédent et d'améliorer l'approximation de l'écoulement de la matière dans le dispositif ECAE, [Arruffat-Massion04] a proposé la fonction analytique suivante. Basée sur des lignes de courant, elle décrit la trajectoire suivie par un élément de matière traversant la matrice :

$$\phi = (d - x)^n + (d - y)^n = (d - x_0)^n \tag{10}$$

où:  $d$  - est la largeur des canaux,  $x$  et  $y$  sont les coordonnées de l'élément dans le système de référence de la figure II.12 et  $x_0$  définit la position d'entrée (et de sortie) de la ligne d'écoulement.

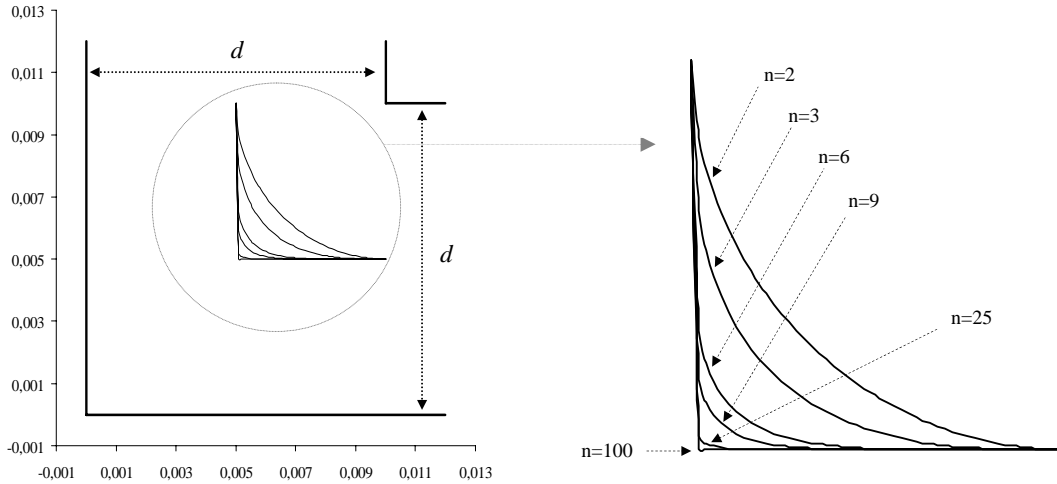


**Figure II.12: Représentation schématique des éléments  $d$ ,  $x$ ,  $y$  et  $x_0$  de l'équation (10) [Arruffat-Massion04].**

Le paramètre  $n$ , c'est le seul paramètre qui décrit la forme possible prise par la trajectoire. Pour  $n=2$ , la fonction prend une forme circulaire. Pour  $n=\infty$ , les lignes d'écoulement sont simplement deux droites formant un angle droit et reliées entre elles au niveau du plan de symétrie à  $45^\circ$ , comme pour le modèle de cisaillement discontinu. En pratique, les valeurs de  $n$  se situent entre 4 et 12 (voir Fig.II.13).

La fonction (10) est valable uniquement dans le coude du dispositif qu'on définira entre les droites  $y=d$  et  $x=d$ . Dans ces positions, les lignes d'écoulement sont parfaitement parallèles à la direction de compression et au sens d'écoulement sortant.

Cette approche sera nommée pour la suite le "modèle de lignes d'écoulement" ou le "modèle de lignes de courant".



**Figure II.13: Représentation d'une ligne de courant à partir de l'équation (10) pour différentes valeurs de  $n$  avec  $d=0,01\text{m}$  et  $x_0=0,005\text{m}$  [Arruffat-Massion04].**

Après des calculs de dérivation de l'équation (10), nous obtenons le champ de vitesses puis le gradient de vitesses dont voici la forme :

$$\begin{aligned}
 L_{xx} &= \frac{\partial v_x}{\partial x} = -v_0(1-n)(d-x)^{n-1}(d-y)^{n-1}(d-x_0)^{1-2n}, \\
 L_{yy} &= -L_{xx}, \\
 L_{xy} &= \frac{\partial v_x}{\partial y} = v_0(1-n)(d-x)^n(d-y)^{n-2}(d-x_0)^{1-2n}, \\
 L_{yx} &= \frac{\partial v_y}{\partial x} = -v_0(1-n)(d-y)^n(d-x)^{n-2}(d-x_0)^{1-2n}.
 \end{aligned} \tag{11}$$

Comparée au modèle de cisaillement simple, cette approche donne un gradient de vitesse de forme similaire à celui de l'équation (9) au niveau du plan de symétrie (c'est-à-dire seulement pour  $x=y$ ). Pourtant, elle en diffère par sa dépendance à la position le long de la ligne d'écoulement et par le fait que  $L_{xy} \neq L_{yx}$ . De plus, ce gradient de vitesses est complètement déterminé par des paramètres expérimentaux à l'exception de  $n$ .

### II.4.2. Simulations.

Les deux approches décrites précédemment ont été introduites dans le code auto-cohérent. Dans le cas du cisaillement simple, le gradient de vitesse donné par la relation (9) est un chemin proportionnel qui a pu être aisément incorporé au modèle de plasticité polycristalline. Chaque simulation a été effectuée jusqu'à une déformation en cisaillement  $\gamma=2$  ce qui correspond à une déformation équivalente  $\bar{\varepsilon} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} = \frac{2}{\sqrt{3}} = 1,1547$ . Cette valeur de  $\bar{\varepsilon}$  est bien acceptée comme étant

la déformation équivalente imposée au matériau après un passage dans le coude ECAE à  $90^\circ$  avec un angle de courbure  $\Psi=0^\circ$ . Quant au modèle de lignes d'écoulement, la texture initiale a été placée sur une ligne de courant et a été soumise au champ de déformation défini par le gradient de vitesse de l'équation (11).

**Bibliographie:**

[Aernoudt70]	E. Aernoudt, H.P. Stüwe, Z. Metallkunde, 61, pag.128, 1970.
[Arruffat-Massion04]	Thèse de Doctorat, « Modélisation des textures et de l'écroissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante », Université Paul Verlaine de Metz.
[Basson00]	F. Basson et J. H. Driver, Acta Materialia, 48, 2101-2115, 2000.
[Dillamore64]	I. L. Dillamore et W.T. Roberts, Acta Metallurgica, 12, pag.281, 1964.
[Dahms96]	M. Dahms, et T. Eschner, Quantitative Texturanalyse durch iterative Reihenzerlegung von Beugungspolfiguren. Software manual, 1996
[Humbert95]	M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, C. Esling, Journal of Applied Crystallography, 28, 1995, p.571
[Mathieu06]	J.-P. Mathieu, S. Suwas, A. Eberhardt, L.S. Toth , P. Moll, Journal of Materials Processing Technology, vol.173, 1, pag.29-33, 2006;
[Molinari87]	Molinari A., Canova G.R., Ahzi S. (1987), Acta Metallurgica, 35, 2983.
[Molinari94]	Molinari A., Tóth L.S. (1994), Acta Met. Mat., 42, 2453.
[Petzow99]	Günter Petzow, Metallographic Etching 2 <sup>nd</sup> Edition, ASM International, 1999
[Randle92]	V. Randle, Microtexture Determination and its Applications, eds. The Institute of Materials
[Saiyi04]	L. Saiyi, I.J. Beyerlein, C.T. Necker, D.J Alexander et M. Bourke, Acta Materialia, 52, pag. 4859-4875, 2004
[Saiyi05]	L. Saiyi, I.J. Beyerlein et M. Bourke, Materials Science and Engineering A394, 66-77, 2005.
[Schwarzer93]	R. A. Schwarzer, Review of Texture and Microstructure, 20, 1993, p.7
[Segal81]	Segal V.M., Reznikov V.I., Drobysevski A.E., Kopylov V.I. (1981), Russian Metal., 1, 99.
[Segal99]	Segal V.M., Materials Science and Engineering, A271, 322. (1999)
[Tóth04]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., Acta Materialia, 2004, 52,1885.
[Wert97]	J.A. Wert, Q. Liu et N. Hansen, Acta Materialia, 45, No.6, pag.2565-2576, 1997.

## **Ch. III. Mise en évidence des hétérogénéités de déformation obtenues par ECAE**

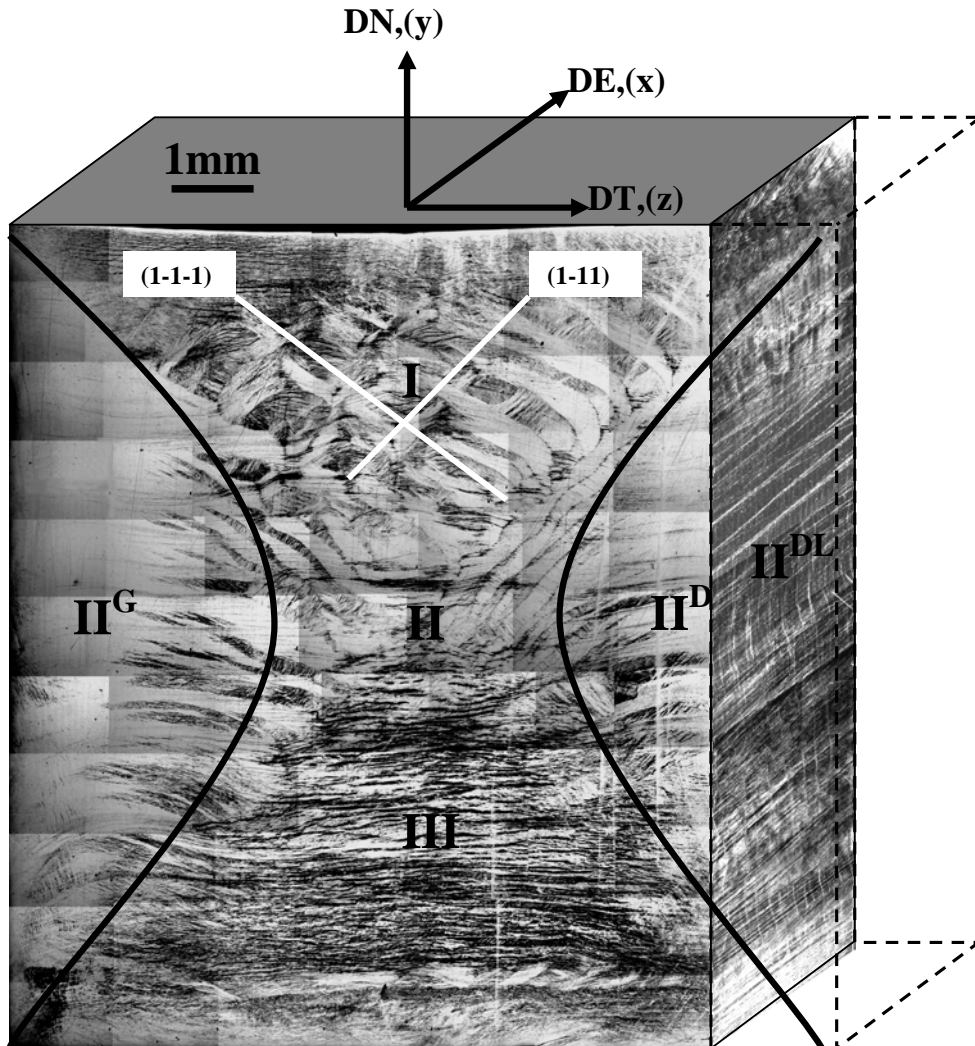
Ce court chapitre représente une introduction qui montre au lecteur l'amplitude de l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE, sans entrer dans des détails ou essayer de discuter sur les phénomènes impliqués dans ce procédé. Ainsi, les vues d'ensemble des microstructures des deux échantillons, obtenues en microscopie optique, seront comparées et présentée en parallèle avec les textures globales des deux échantillons. Une courte discussion sera faite à la fin du chapitre afin de souligner les principaux sujets qui seront étudiés en détail dans les chapitres suivants.



### III.1. Hétérogénéités de déformation au niveau macroscopique.

#### III.1.1. Echantillon A.

La figure III.1 présente la microstructure observée sur la coupe transverse (plan-DE) et dans le plan-DT en microscopie optique. La microstructure sur la coupe transverse peut être divisée en 5 zones caractérisant le haut, le centre, le bas et les deux zones latérales délimitées schématiquement avec des lignes courbes dans la figure III.1.



**Figure III.1.** Vue 3D de l'échantillon A qui présente une microstructure très hétérogène observée en microscopie optique dans les plans DE et DT. Les différentes zones du haut vers le bas (I, II, III) et de la gauche (II<sup>G</sup>) vers la droite (II<sup>D</sup>) et droite latérale (II<sup>DL</sup>) sont aussi indiquées.

La zone I caractérisant la partie supérieure de l'échantillon présente une microstructure très hétérogène donnée par un mélange compliqué de grandes bandes orientées globalement suivant deux différentes directions. L'analyse des traces indique que ces deux directions sont parallèles à des traces des plans {111} dans le plan ED (voir Fig.III.1). L'étude de l'origine des bandes caractérisant la microstructure de la partie du haut de l'échantillon sera présentée en détail et

discutée au chapitre VI à l'aide des résultats obtenus par des cartographies d'orientations individuelles au MEB.

*La zone II ou la partie centrale* de l'échantillon A est une zone qui se trouve à l'intersection des autres quatre zones périphériques. Par conséquent, cette zone contient un grand nombre de structures différentes qui sont caractéristiques à chacune des autres quatre zones. Parmi les plus importantes structures caractérisant la microstructure de la zone II on distingue les grandes bandes provenant des deux zones latérales. Une étude détaillée de la microstructure et de la texture caractérisant cette zone de l'échantillon sera présentée plus loin au chapitre VI.

Dans la *partie inférieure* de l'échantillon (*zone III*) on observe une microstructure caractérisée par des bandes parallèles et horizontales. Dans le bas extrême de l'échantillon les effets du frottement avec la paroi du coude ont bien marqué l'évolution de la microstructure sur une épaisseur d'approximativement 1 millimètre. Cette zone est bien visible dans la cartographie du plan-DE présentée dans la [figure III.1](#).

*Les deux zones latérales*, schématiquement délimitées par des lignes courbes ([Fig.III.1](#)), sont très semblables: elles sont symétriques (image miroir) par rapport à un plan vertical imaginaire passant par le centre de l'échantillon. Les deux zones sont aussi caractérisées par de grandes bandes de déformation s'étendant sur quelques millimètres vers le centre de la coupe transverse. Une structure caractéristique se trouvant sur les bords des zones latérales est une "matrice" homogène qui ne présente pas d'hétérogénéités de déformation à ce niveau. Le bord de la zone latérale droite (*zone II<sup>D</sup>* dans la [Fig.III.1](#)) a été enlevé pour permettre d'étudier la microstructure dans le plan TD à une distance suffisamment grande du bord afin d'éviter les éventuels effets induits par la paroi du coude.

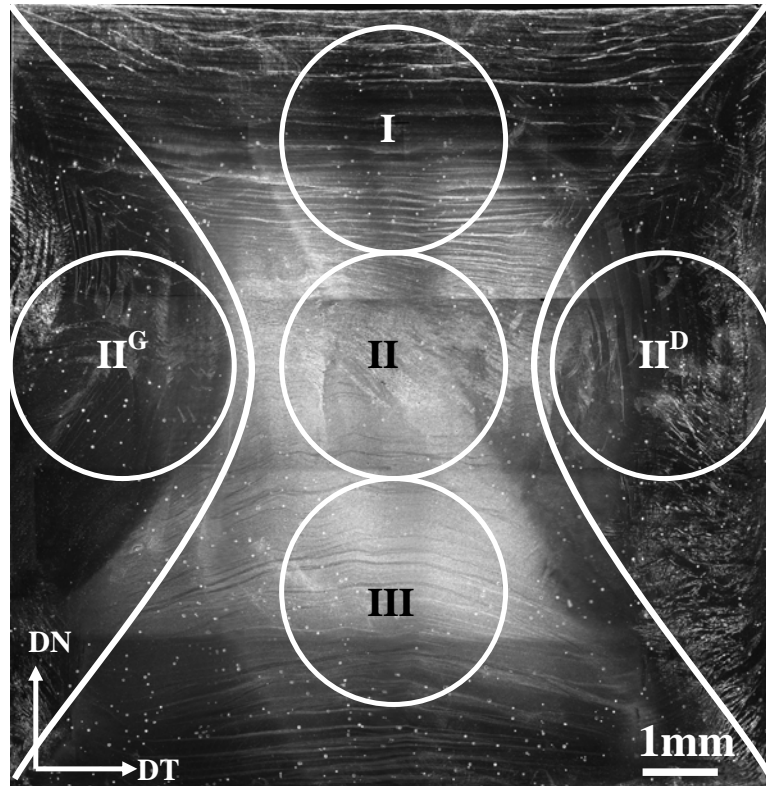
Le passage entre la matrice et les bandes se fait progressivement et sur l'ensemble on peut conclure que les hétérogénéités de déformation trouvent leur origine dans la matrice mais seulement à une distance appréciable de l'extrémité latérale de l'échantillon. Ce phénomène sera détaillé dans le chapitre VI qui traitera les hétérogénéités de déformation au niveau microscopique.

Dans le plan-DT, les plus importantes caractéristiques de la microstructure sont les bandes horizontales de la partie inférieure et les bandes parallèles inclinées d'approximativement 25° par rapport à DE. La formation de ces bandes caractéristiques ainsi que leur influence sur la texture locale seront étudiées plus en détail au chapitre IV.

### **III.1.2. Echantillon B.**

La cartographie de la coupe transverse de l'échantillon B obtenue en microscopie optique est présentée dans la [figure III.2](#). Les structures de déformation formées dans l'échantillon B sont très différentes de celles de l'échantillon A. La seule ressemblance entre les deux échantillons est la formation des deux zones latérales. Par contre ces zones II<sup>G</sup> et II<sup>D</sup> des deux échantillons diffèrent en termes d'aspect de la microstructure. Ces zones, pour l'échantillon B, sont caractérisées par des grandes bandes verticales longues de plusieurs millimètres et qui présentent une faible courbure. La majorité de la coupe transverse (en termes de surface) est formée par les zones I, II et III qui représentent le haut, le milieu et respectivement le bas de l'échantillon.

La microstructure de la *zone I* est caractérisée par des bandes étroites se trouvant dans une matrice qui ne présente pas d'autres hétérogénéités de déformation marquées. Ces hétérogénéités sont horizontales et faiblement courbées vers les coins du haut sur la coupe transverse (à voir [Fig.III.2](#)).



**Figure III.2. Cartographie optique de la coupe transverse de l'échantillon B.**

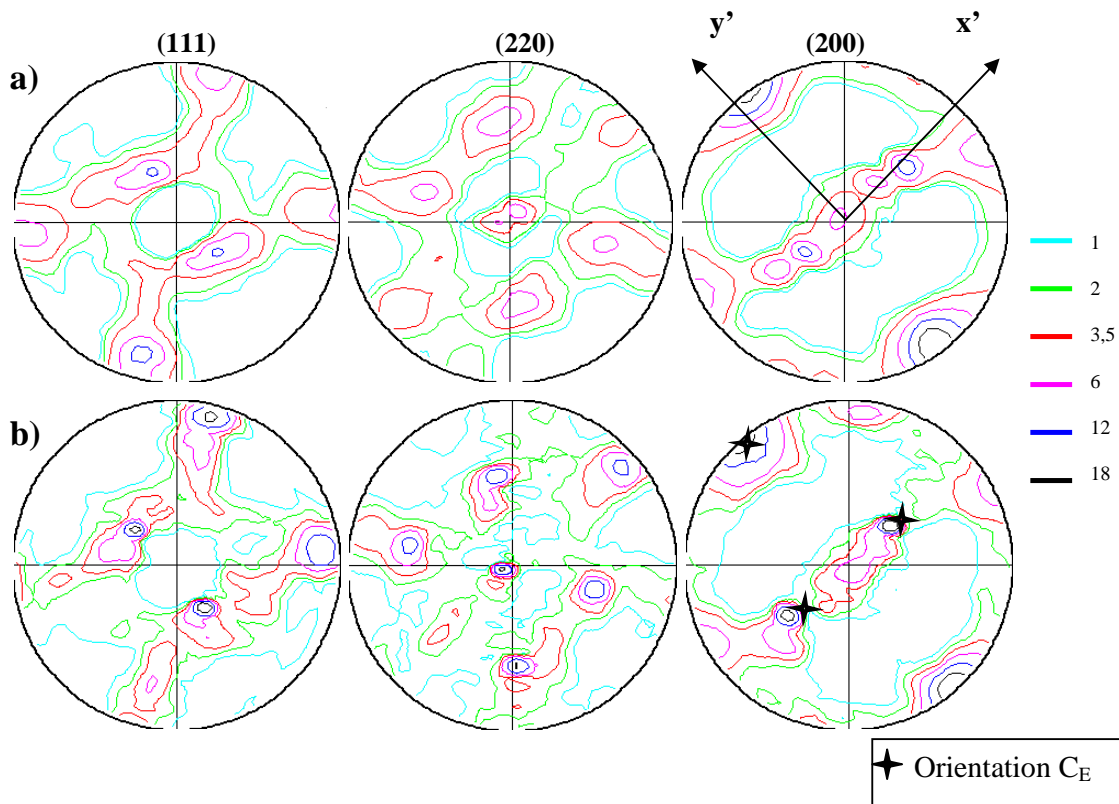
Au centre de la coupe transverse (*zone II*) on observe des bandes assez fines, parallèles et inclinées d'approximativement  $45^\circ$  par rapport à la DT (Fig.III.2). Ces bandes sont entourées par une matrice qui ne présente pas d'autres hétérogénéités marquées de déformation.

La microstructure de la *zone III*, représentant la partie inférieure de l'échantillon, ressemble un peu à la microstructure de la zone I (image miroir par rapport à un plan horizontal passant par le milieu de la barre). On observe, donc, des bandes horizontales macroscopiques et courbées vers les coins du bas de la coupe transverse. Par contre, comparé à la partie supérieure, les hétérogénéités qui traversent la zone III sont moins nombreuses et leur présence est limitée au milieu de cette partie de l'échantillon.

## III.2. Etudes globales de texture des deux échantillons.

### III.2.1. Echantillon A.

Pour étudier la texture globale de l'échantillon A deux méthodes de mesure ont été utilisées: la diffraction des neutrons et la diffraction des rayons X (DRX). Les résultats de ces mesures sont présentés dans la [figure III.3](#) à l'aide des figures de pôles (111), (220) et (200). Les résultats des mesures sur l'échantillon A indiquent une texture de fibre, caractéristique d'une déformation par cisaillement. Plus précisément, les résultats présentés dans la [figure III.3](#) décrivent une fibre partielle autour d'un axe proche de la normale au plan de cisaillement (NPC) qui contient une composante de texture dominante ayant une orientation proche de l'orientation idéale  $C_E$  (à voir les composantes idéales en ECAE décrites au chapitre I [Toth04]) Cette orientation idéale est représentée schématiquement par des étoiles dans la [figure III.3.b](#).

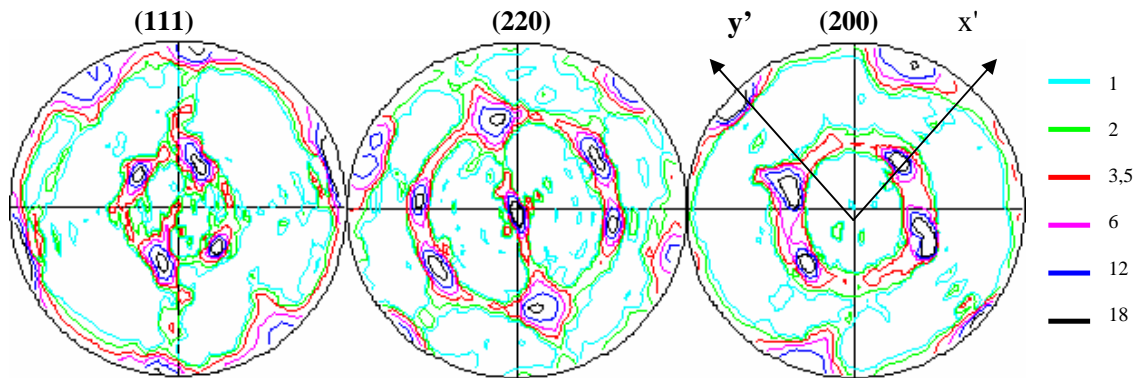


**Figure III.3: Texture globale de l'échantillon A obtenue par diffraction des neutrons a) et par la somme des résultats de mesures locales par diffraction des rayons X, dans les 5 différentes zones présentées avant.**

La similitude des résultats de texture obtenus à l'aide des deux techniques ainsi que le fait que la microscopie optique ne montre pas l'existence d'une hétérogénéité notable le long de la DE, indiquant une certaine reproductibilité du procédé ECAE au long des billettes, nous laisse conclure que l'utilisation d'une seule méthode, la DRX, sera suffisante pour l'étude de la texture du deuxième échantillon.

### III.2.2. Echantillon B.

Vu l'idée précédente, la texture globale de l'échantillon B a été analysée seulement à l'aide de la diffraction des rayons X. Les résultats de cette mesure globale de texture sont présentés dans la [figure III.4](#). La texture globale de l'échantillon B est caractérisée par deux orientations dominantes et une fibre partielle autour la DT qui s'étale entre les deux orientations dominantes. Une des deux orientations dominantes est l'orientation idéale  $C_E$  tandis que l'autre est très proche de l'orientation idéale  $A_1$  (à voir chapitre I [Toth04]).



**Figure III.4: Texture globale de l'échantillon B obtenue par sommation des textures locales mesurées par DRX dans chacune des cinq zones distinctes de la coupe transverse.**

### III.4. Récapitulation des idées principales.

Après une analyse globale des deux échantillons quelques conclusions peuvent être tirées vis-à-vis de leur comportement pendant la déformation par ECAE.

L'analyse de plusieurs sections transverses au différents endroits sur les barreaux montrent qu'il semble y avoir une certaine reproductibilité de la déformation selon DE. En revanche, la section transverse d'un barreau déformé par ECAE présente une forte hétérogénéité de la déformation à la fois selon DN et DT.

L'allure globale des coupes transverses au niveau macroscopique est assez semblable que ce soit pour l'échantillon A ou B. Elle consiste d'une part, d'une partie centrale évasée vers le haut et vers le bas et rétrécie au centre que l'on subdivisera en 3 zones : I supérieure, II centrale, III inférieure et, d'autre part des flancs d'autant plus importants que l'on se rapproche du centre de l'échantillon notés  $\Pi^G$  ou  $\Pi^D$  selon qu'ils sont à gauche ou à droite. L'analyse optique des deux coupes transverses indique l'existence d'un axe de symétrie selon DN, ce qui est naturel puisque c'est l'axe de symétrie du procédé.

Contrairement à l'allure globale des coupes transverses des deux échantillons, l'aspect microstructural des deux coupes transverses est très différent d'un échantillon à l'autre. Ainsi, l'échantillon A est caractérisé par une microstructure complexe en bandes tandis que l'échantillon B présente une microstructure moins marquée par les hétérogénéités de déformation.

Cette différence microstructurale entre les deux échantillons est transmise aussi au niveau de l'aspect de la texture car les deux échantillons présentent des types de texture différents. Ainsi, l'échantillon A caractérisé par une microstructure en bandes avec beaucoup d'hétérogénéités de déformation, présente une texture de fibre très dispersée ([Fig.III.3](#)) et moins prononcée que la

texture de l'échantillon B (Fig.III.4) qui est caractérisé par une microstructure avec une concentration d'hétérogénéités moins importante.

Comme les deux échantillons ont été déformés dans les mêmes conditions, il résulte que l'orientation initiale est "responsable" de l'apparition de différents types de microstructures et textures par l'activation de différents modes de déformation dans les deux monocristaux de nickel pur.

Le comportement différent des deux échantillons sera étudié au niveau local et de façon plus détaillée dans le chapitre qui suit (chapitre IV) pour chaque zone distincte observée sur la coupe transverse.

**Bibliographie:**

[Aernoudt70]	E. Aernoudt, H.P. Stüwe, Z. Metallkunde, 61, pag.128, 1970.
[Basson00]	F. Basson et J. H. Driver, Acta Materialia, 48, 2101-2115, 2000.
[Canova84]	G.R. Canova, U.F. Kocks, J.J. Jonas, Acta Metallurgica, 32, pag.211, 1984
[Dillamore64]	I. L. Dillamore et W.T. Roberts, Acta Metallurgica, 12, pag.281, 1964.
[Fukuda04]	Fukuda Y., Oh-ishi K., Furukawa M., Horita Z. and Langdon T.G., Acta Mater., 2004, 52, 1387-1395.
[Montheillet84]	F. Montheillet, M. Cohen, J.J. Jonas, Acta Metallurgica, 32, pag.2077, 1984.
[Suwas06]	S. Suwas, R. Arruffat-Massion, L.S. Toth, J.-J. Fundenberger, A. Eberhardt and W. Skrotzki, Metall. Mater. Trans. A, 2006, <b>37A</b> , 739.
[Tóth]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., Acta Materialia, 2004, 52,1885.
[Wert97]	J.A. Wert, Q. Liu et N. Hansen, Acta Materialia, 45, No.6, pag.2565-2576, 1997.

## **Ch. IV. Etude de l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAE à l'échelle macroscopique**

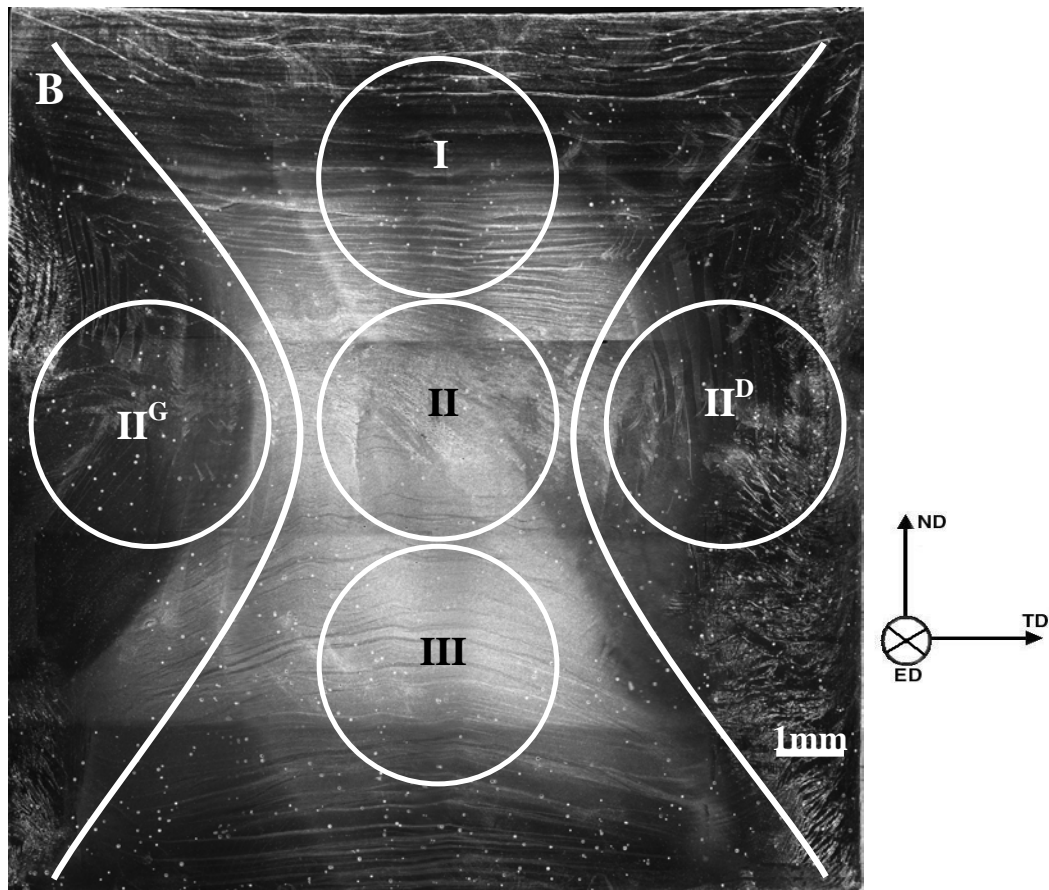
Suite aux analyses en microscopie optique, présentées dans le chapitre précédent des mesures de texture locales ont été faites aux différents endroits caractéristiques trouvés sur les coupes transverses (plans ED) des deux échantillons. Ainsi, des mesures de texture locale par diffraction des rayons X (DRX) ont été faites en haut, au milieu, en bas et sur une des zones latérales de chaque échantillon. La texture mesurée au centre de la coupe TD (zone II<sup>DL</sup>) sur l'échantillon A sera aussi présentée et utilisée dans la discussion.

Dans ce qui suit, les textures locales dans ces zones seront présentées et une discussion sera faite sur la formation des différentes composantes de texture et sur l'origine des hétérogénéités trouvées au niveau de l'échantillon. Des résultats d'analyses EBSD seront utilisés pour faire le lien entre la microstructure et les composantes dominantes de texture.

## IV.1 Echantillon B

### IV.1.1. Textures et microstructures locales dans le plan DE

Suite aux résultats obtenus au chapitre III, les variations de la texture locale et de la microstructure le long de DN et de DT ont été analysées sur l'échantillon B, échantillon qui présentait une texture caractérisée par des composantes dominantes donc plus simple à décrire. Dans chaque zone distincte observée sur la coupe transverse (Fig.IV.1), la texture locale a été mesurée par diffraction des rayons X en utilisant un masque ayant une ouverture circulaire de 3 mm en diamètre. L'aire approximative utilisée pour chaque mesure est indiquée schématiquement par des cercles dans la figure IV.1.



**Figure IV.1. Cartographie optique de la coupe transverse de l'échantillon B avec une présentation schématique des zones approximatives utilisées pour les mesures locales de texture.**

Les résultats des mesures locales de texture seront présentés dans ce chapitre à l'aide des figures de pôles représentées dans le plan-DT qui facilite l'observation de l'influence du plan de cisaillement sur l'évolution de la texture.

#### IV.1.1.1. Zone I.

La microstructure de la partie supérieure de l'échantillon B est caractérisée, dans la coupe transverse, par des bandes allongées et étroites se trouvant dans une matrice qui autrement ne



présente pas d'autres hétérogénéités de déformation. Les bandes sont horizontales et déviées vers le haut dans la proximité des deux coins supérieurs du coude.

Les résultats de la mesure locale de texture dans cette partie de l'échantillon B (zone I) sont présentés dans la [figure IV.2.a](#)). Cette texture très prononcée est caractérisée par une composante dominante ayant l'orientation idéale  $C_E$ . Deux faibles fibres partielles, autour de la DT et respectivement de la NPC ont aussi été observées. Pour faire la liaison entre la texture et la microstructure caractérisant cette partie de l'échantillon, une analyse par EBSD a été faite et les résultats obtenus sont présentés dans la [figure IV.3](#).

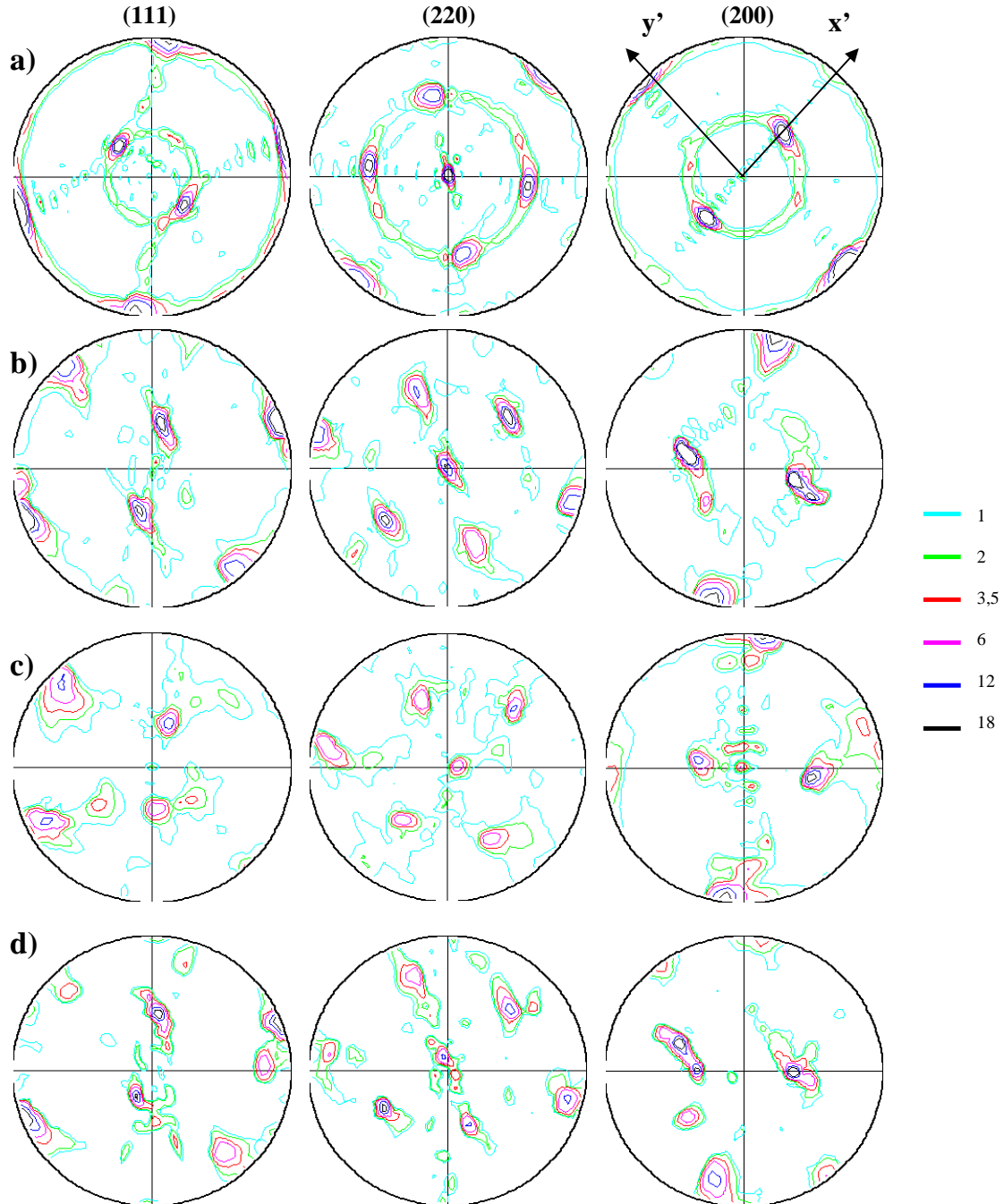
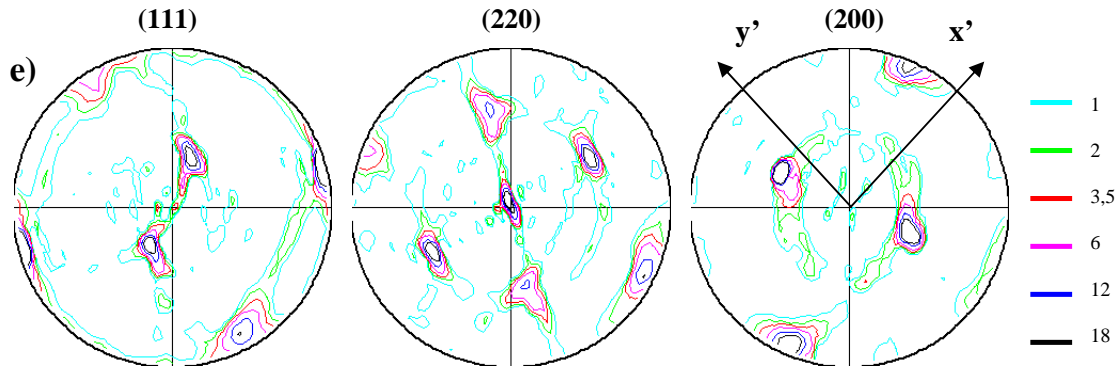


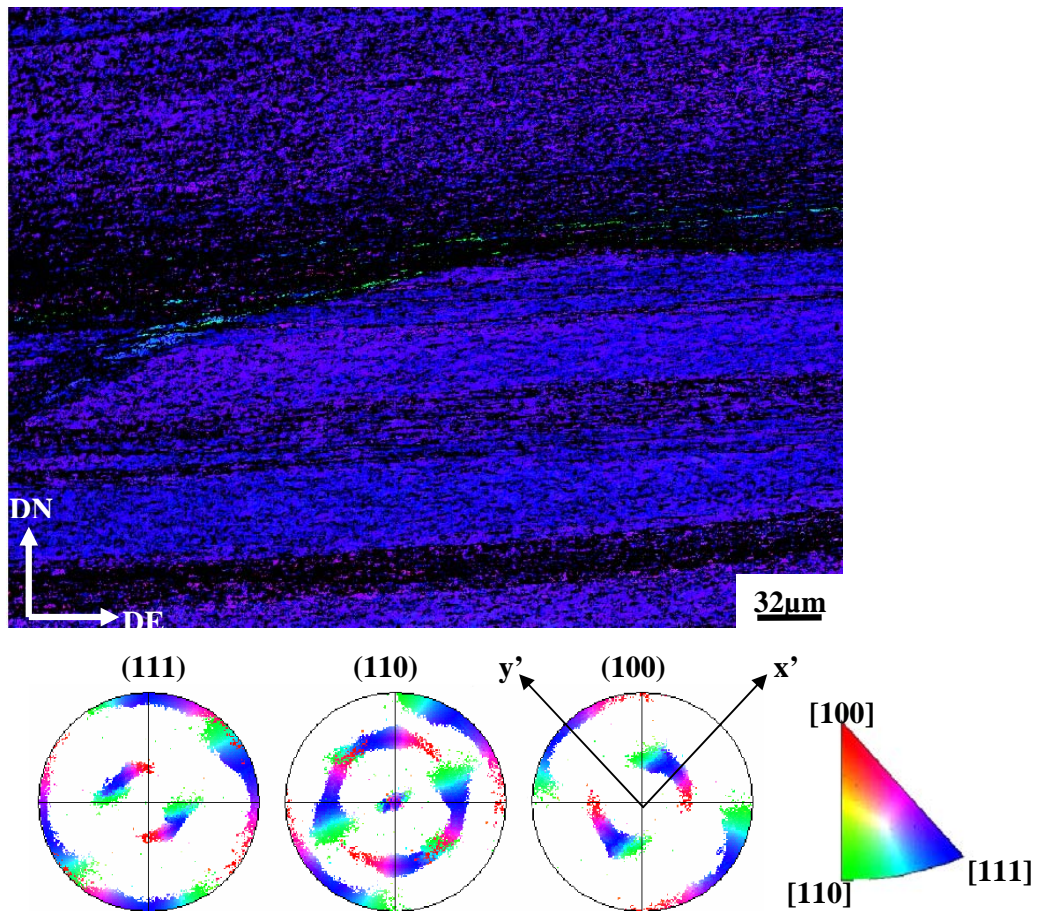
Figure IV.2 : Résultats des mesures locales de texture faites sur la coupe transverse par diffraction des rayons X : zone I a), zone II b), zone II<sup>G</sup> c) et zone II<sup>D</sup> d).



**Figure IV.2 (suite): Résultats de la mesure locale de texture faite dans la partie inférieure de la coupe transverse de l'échantillon B.**

Après une courte analyse des résultats EBSD obtenus dans la partie supérieure de la coupe transverse on peut conclure que la composante majoritaire de texture vue dans la [figure IV.2.a\)](#) est donnée par une structure (voir §VI.2.1) assez homogène et que la faible fibre partielle autour de la DT correspond aux hétérogénéités vues en microscopie optique dans cette zone ([Fig.IV.3](#)).

Une discussion détaillée sur les structures de déformation observées dans cette partie de l'échantillon B sera faite au chapitre VI.



**Figure IV.3: Cartographie d'orientation faite dans la zone I avec les figures de pôles correspondantes; les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard.**

La faible fibre partielle autour de la NPC (Fig.IV.2.a) est une composante de texture caractéristique du cisaillement simple [Canova84, Knocks98] tandis que l'autre fibre partielle qui tourne autour de la DT est une caractéristique du procédé ECAE et cette composante de texture a été rapportée ailleurs [Beyerlein05, Furukawa05].

#### IV.1.1.2. Zone II.

Les résultats de la mesure de texture locale obtenus dans la partie centrale de la coupe transverse sont présentés dans la figure IV.2.b) et correspondent à une microstructure caractérisée par des bandes parallèles et inclinées d'approximativement  $50^\circ$  par rapport à la DN.

La texture du centre de l'échantillon B est aussi très prononcée mais un peu plus dispersée que la texture du haut. Dans cette zone (zone II) on observe la présence de deux composantes de texture: une orientation dominante qui est très proche de l'orientation idéale  $A_{IE}$  en ECAE et une très faible fibre partielle autour de la DT qui contient aussi l'orientation  $C_E$ . Une étude détaillée sur l'origine de la composante  $A_{IE}$  sera présentée au cours des chapitres V et VI.

#### IV.1.1.3. Zones latérales ( $II^G$ et $II^D$ ).

Dans les zones latérales (zone  $II^G$  et  $II^D$ ) les résultats des mesures locales de texture (Fig.IV.2.c,d) montrent des textures similaires à la texture du centre, dominées par une composante majoritaire ayant une orientation légèrement tournée par rapport à l'orientation  $A_{IE}$ .

La texture de la zone  $II^D$  est plus dispersée que celle observée dans la zone  $II^G$  et, à part la composante majoritaire vue dans la zone  $II^G$ , présente deux autres composantes mineures (Fig.IV.2.d). Ce résultat est en concordance avec l'observation faite au microscope optique qui montre une concentration d'hétérogénéités de déformation plus importante dans cette zone (zone  $II^D$ ) comparée aux deux autres zones du milieu de l'échantillon (voir Fig.IV.1).

En termes de microstructure les deux zones latérales sont caractérisées, au niveau macroscopique, par des grandes bandes verticales et parallèles contenues dans une matrice. Les grandes bandes sont légèrement courbées vers l'intérieur du barreau.

#### IV.1.1.4. Zone III.

La figure IV.2.e) présente les résultats de la mesure locale de texture faite dans la partie inférieure de l'échantillon B sur la coupe transverse. Ces résultats montrent une texture locale qui n'est pas très différente de celle trouvée dans la partie centrale.

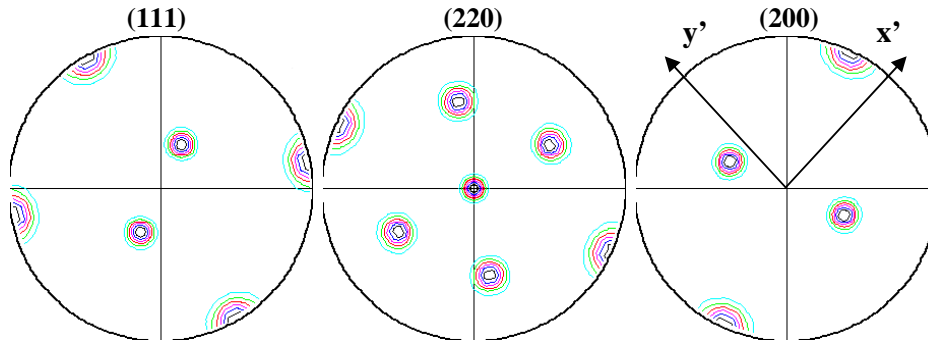
Dans la partie inférieure de l'échantillon B on retrouve donc une composante dominante de texture ayant une orientation proche de  $A_{IE}$  tournée d'approximativement  $10^\circ$  autour de DT dans le sens anti-trigonométrique par rapport à la composante majoritaire de texture observée dans la zone II. Cette composante de texture a une orientation qui est très proche de l'orientation initiale de l'échantillon. Une très faible fibre partielle autour de DT contenant l'orientation  $C_E$  est aussi présente dans cette partie de l'échantillon.

La microstructure caractérisant la partie inférieure de l'échantillon B ressemble à celle observée dans la partie supérieure avec la seule différence que les bandes sont courbées vers les coins du bas du coude.

### IV.1.2. Discussion sur l'hétérogénéité de la déformation dans l'échantillon B

La [figure IV.4](#) présente schématiquement l'orientation initiale de l'échantillon B avec une dispersion de  $6^\circ$  qui a été utilisée comme données d'entrée dans les deux modèles utilisés pour simuler l'évolution de la texture pendant l'extrusion ECAE.

La texture indiquée dans la [figure IV.4](#) sera utilisée dans la suite au cours de la discussion sur l'évolution de la texture locale.



**Figure IV.4 : Orientation initiale de l'échantillon B utilisée comme données d'entrée dans la modélisation et qui représente une dispersion aléatoire de  $6^\circ$  autour de l'orientation idéale.**

Dans la section §.IV.1.1 on a vu que l'échantillon B présentait différentes textures et microstructures aux différents endroits sur l'hauteur. Pour étudier cette hétérogénéité de la déformation plastique et faire des suppositions sur son origine, les résultats des mesures de texture locale obtenus par diffraction des rayons X ont été comparés avec les résultats de texture obtenus par simulations numériques (voir les détails des modèles et données initiales utilisés pour les simulations de texture dans la section §.II.4).

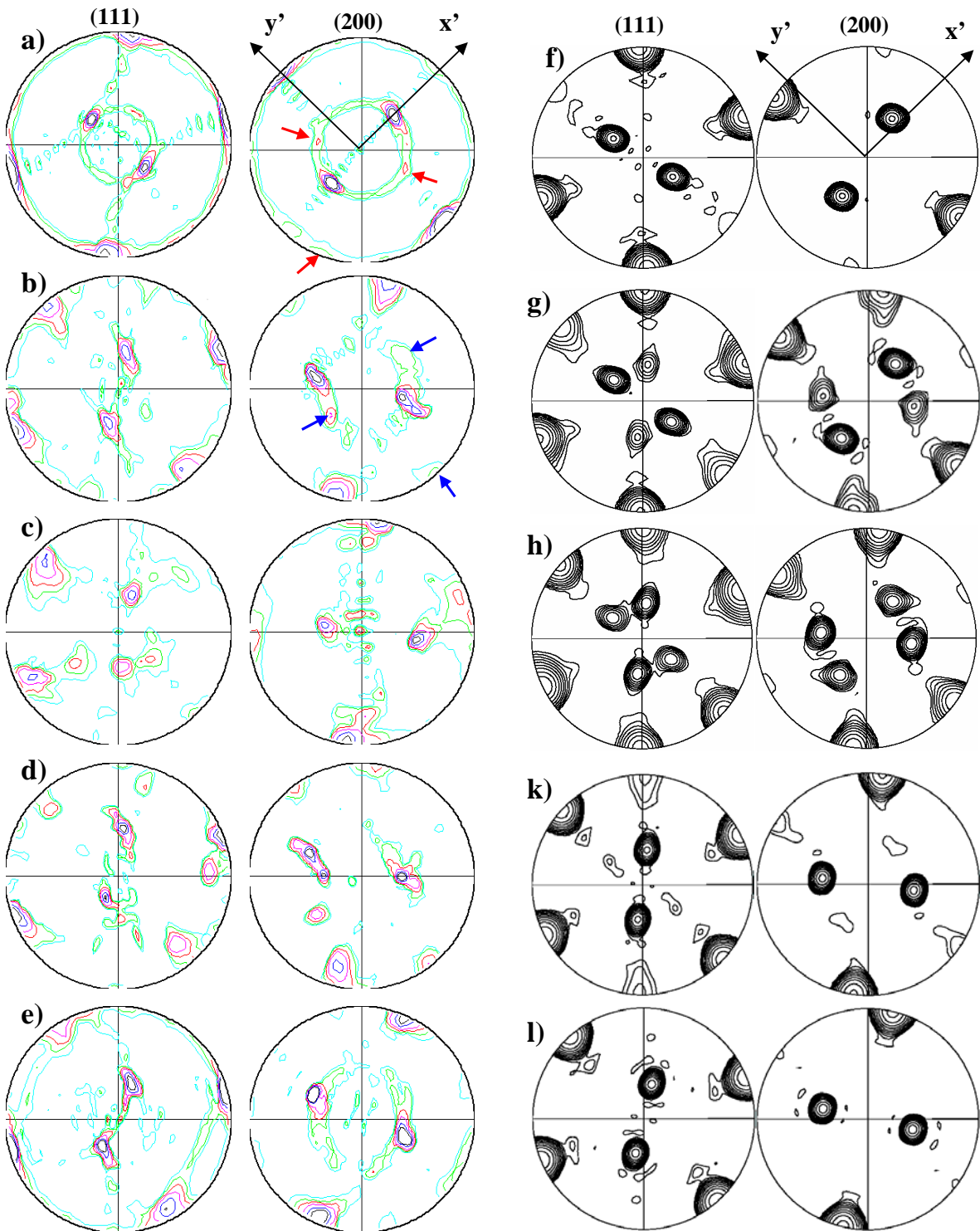
Dans la littérature, il est souvent rapporté que le procédé ECAE impose un mode de déformation très proche du cisaillement simple dans la zone d'intersection des deux canaux du coude. Pour cette raison le modèle discontinu de cisaillement simple proposé par Segal [Segal81, Segal95, Segal99] a été utilisé afin d'essayer de modéliser l'évolution de la texture imposée par ce type de déformation.

#### IV.1.2.1. Partie supérieure (zone I)

La [figure IV.5](#) présente les résultats des mesures locales de texture faites aux différents endroits sur la coupe transverse de l'échantillon B et les résultats des simulations d'évolution de la texture faites à l'aide du modèle à lignes d'écoulement ainsi qu'à l'aide du modèle discontinu du cisaillement simple.

Après une rapide analyse de ces résultats on observe que la formation de la composante dominante de texture mesurée dans la partie supérieure de l'échantillon B (composante  $C_E$ ) est bien prévue par le modèle à lignes d'écoulement pour une petite valeur du coefficient  $n^1$  ( $n=2$ ) (voir §II.4.1.3) [Toth04, Arruffat-Massion04]. Les résultats expérimentaux indiquent aussi la présence d'une faible composante  $A_{IE}$  (indiquée par des flèches rouges dans la [figure IV.5.a](#)). La formation de cette composante est bien prévue par le modèle à lignes d'écoulement et son intensité augmente avec l'augmentation de la valeur du paramètre  $n$ .

<sup>1</sup> *Coefficient  $n$*  – c'est un paramètre qui décrit la forme de la trajectoire des lignes d'écoulement; pour  $n=2$  les lignes prennent une forme circulaire tandis que pour un  $n$  très grand les lignes d'écoulement sont simplement deux droites formant un angle droit (voir §.II.4.1.3 pour une description détaillée)



**Figure IV.5: Résultats de texture locale mesurés par diffraction des rayons X dans: zone I a), zone II b), zone II<sup>G</sup> c), zone IID d), et zone III e). Textures simulés à l'aide du modèle à lignes d'écoulement f) – k) (pour n=2, 3, 4 et respectivement 6) et par le modèle discontinu du cisaillement simple l) [Toth04, Arruffat-Massionn04] (iso niveaux simulations 0.7, 1, 1.4, 2, 2.8, 4, 5.6, 8, 11, 16).**

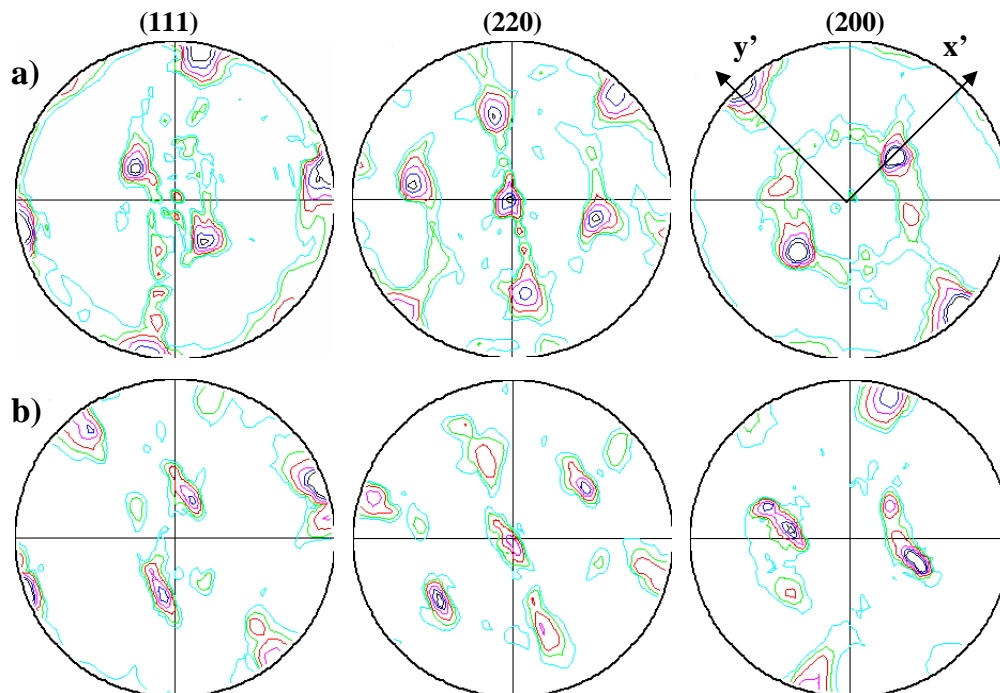
On peut donc dire que le mode de déformation responsable de l'apparition de la texture mesurée dans la partie supérieure de l'échantillon B est un mode de déformation décrit par le modèle à lignes d'écoulement pour une valeur du coefficient  $n$  comprise entre 2 et 3. Dans ce cas on observe la formation d'une composante dominante  $C_E$  et d'une faible composante  $A_{IE}$ .

Par contre, la faible fibre partielle autour de DT ne peut pas être prévue par aucun des deux modèles. Cette incapacité des modèles n'est pas surprenante car les modèles prennent en compte qu'une déformation homogène et dans la section précédente on a vu que c'est les hétérogénéités de déformation qui sont responsables de l'apparition de la faible fibre partielle autour de DT.

#### IV.1.2.2. Zone du milieu (zone II et les deux zones latérales)

Le modèle à lignes d'écoulement indique le fait que la composante  $A_{IE}$  devienne plus intense avec l'augmentation de la valeur de  $n$  dans le détriment de la composante  $C_E$ . Cette transformation de la texture est un processus continu qui amène à la disparition de la composante  $C_E$  pour des grandes valeurs de  $n$  (Fig.IV.5.1).

Le phénomène de disparition de la composante  $C_E$  a été aussi observé expérimentalement avec le déplacement du haut de l'échantillon vers la partie centrale. Pour analyser expérimentalement la continuité du phénomène, deux mesures intermédiaires de texture locale par DRX ont été faites entre la zone I et la zone II (Fig.IV.6).



**Figure IV.6: Résultats des mesures locales de texture faites dans la zone intermédiaire située entre la partie supérieure et celle centrale de la coupe transverse de l'échantillon B (mesure faite près de la zone I a) et respectivement mesure faite près de la zone II b))**

En conclusion, le modèle à lignes d'écoulement décrit bien les modes de déformation responsables de l'hétérogénéité texturale observée expérimentalement entre la partie supérieure et celle centrale de la coupe transverse de l'échantillon B.

On peut utiliser le même raisonnement dans la comparaison des résultats expérimentaux de texture locale mesurés dans les deux zones latérales avec la texture simulée obtenue à l'aide du modèle à lignes de courant. Les hétérogénéités observées dans ces deux régions de la coupe transverse sont très probablement dues aux contraintes imposées par les parois latérales du coude. Comme ces contraintes imposées par les parois latérales ne sont pas prises en compte par le modèle, il est normal que seulement la composante dominante soit prévue par le modèle

#### IV.1.2.3. Partie inférieure (zone III)

Dans la [figure IV.5.e\)](#) sont présentés les résultats de la mesure locale de texture faite dans la zone III de l'échantillon B. Une rapide comparaison avec les résultats des simulations numériques faites avec les deux modèles indique le fait que la zone III (partie inférieure) de l'échantillon B a été soumise à des modes de déformation très différents par rapport au reste du barreau.

Une caractéristique très importante de la zone III est la composante de texture ayant une orientation presque identique à celle initiale. Comme le matériau ne peut pas passer dans le coude sans être déformé (avec une certaine évolution de la texture), il en résulte que d'autres phénomènes, présentes seulement dans cette partie de l'échantillon, soient responsables de la présence dans la zone III de cette composante dominante de texture proche de l'orientation initiale.

Des résultats similaires ont été rapportés récemment sur des échantillons en Cu pur polycristallin extrudé une passe par ECAE [Beyerlein05].

Afin améliorer la compréhension des phénomènes qui pourraient être responsables de la formation d'une composante de texture proche de l'orientation initiale, dans le chapitre suivant une discussion sera faite sur les résultats EBSD obtenus à plusieurs endroits dans le plan-DT suivant trois lignes d'écoulement imaginaires caractérisant le haut, le milieu et le bas de l'échantillon B.

#### IV.1.3. Résumé sur l'échantillon B

Les conclusions qu'on peut tirer après avoir analysé les résultats obtenus au niveau macroscopique pour l'échantillon B sont:

- Différentes textures et microstructures caractérisent la coupe transverse aux différents endroits. L'hétérogénéité de la déformation est présente le long de DN ainsi que le long de DT indiquant que ces zones ont été soumises à différents modes de déformation;
- L'hétérogénéité microstructurale le long de la DN est moins évidente comparé à l'hétérogénéité en texture qui change de façon importante du haut vers le centre par exemple. Cette hétérogénéité est due à un gradient du cisaillement ainsi qu'à la transformation du mode de déformation du haut vers le bas du barreau;
- Le modèle à lignes d'écoulement peut être utilisé pour décrire les modes de déformation responsables pour cette hétérogénéité texturale observée selon la DN;
- Le mode de déformation dans la partie inférieure du barreau devient plus compliqué car au cisaillement complexe s'ajoutent des effets induits par le frottement avec la paroi du bas du coude ce qui fait qu'aucun modèle ne peut plus prévoir l'évolution de la texture pendant l'extrusion ECAE;
- L'hétérogénéité observée le long de DT est très probablement due aux effets induits par les parois latérales combinés avec les propriétés particulières d'un échantillon monocristallin.

## IV.2. Echantillon A

Par rapport à l'échantillon B, l'hétérogénéité de la déformation plastique a été aussi analysée selon le troisième axe, l'axe DE.

La figure IV.7 présente une vue "3D" de la microstructure obtenue dans l'échantillon A après une passe dans le coude ECAE. Différentes zones sont visibles, dans la coupe transverse (plan-DE) ainsi que dans le plan DT, ayant des microstructures distinctes. Dans chaque zone distincte, la texture locale a été mesurée par diffraction des rayons X en utilisant la même procédure que pour l'échantillon B. L'aire approximative utilisée pour chaque mesure est indiquée schématiquement par des cercles dans la figure IV.7.

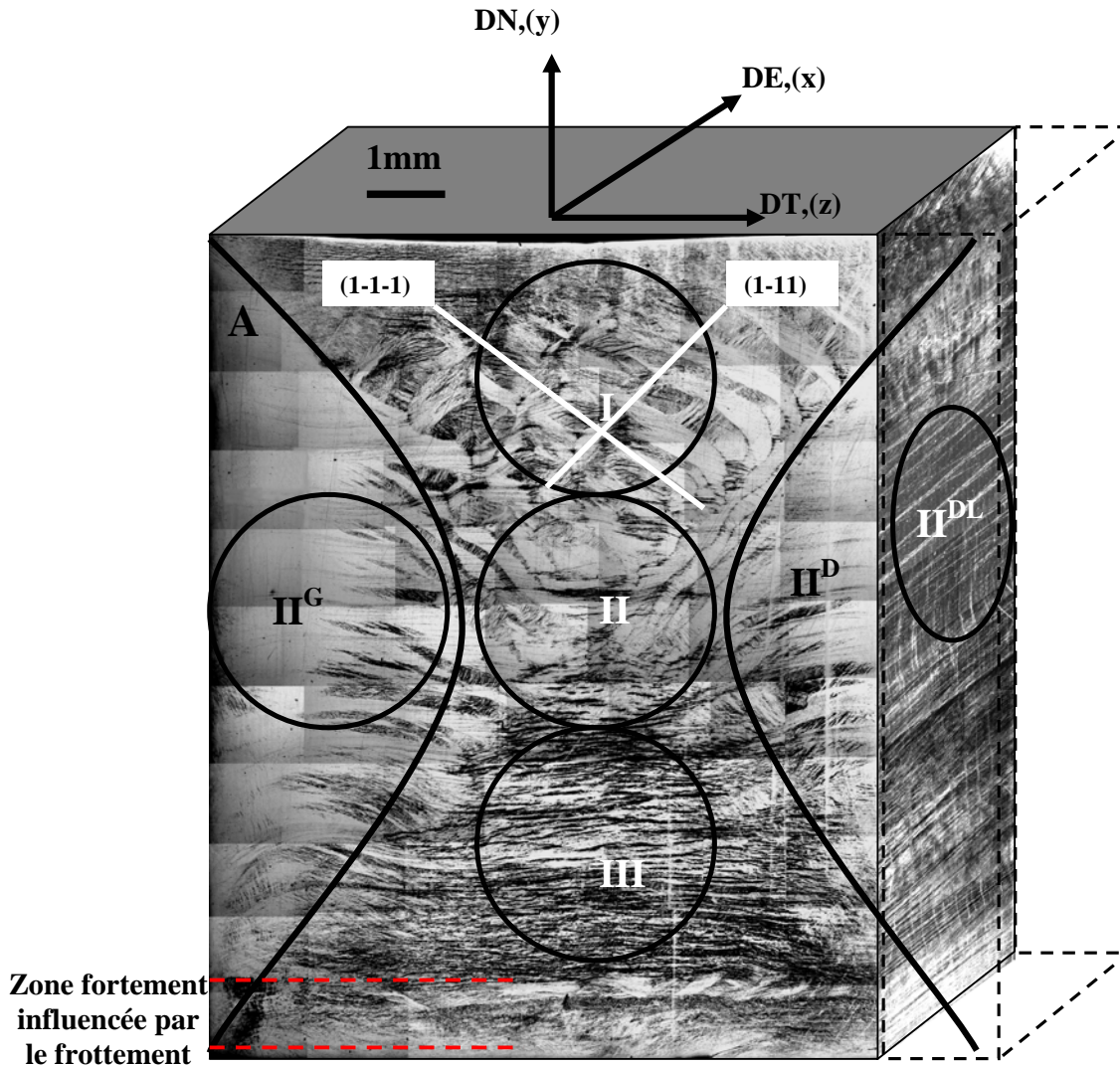


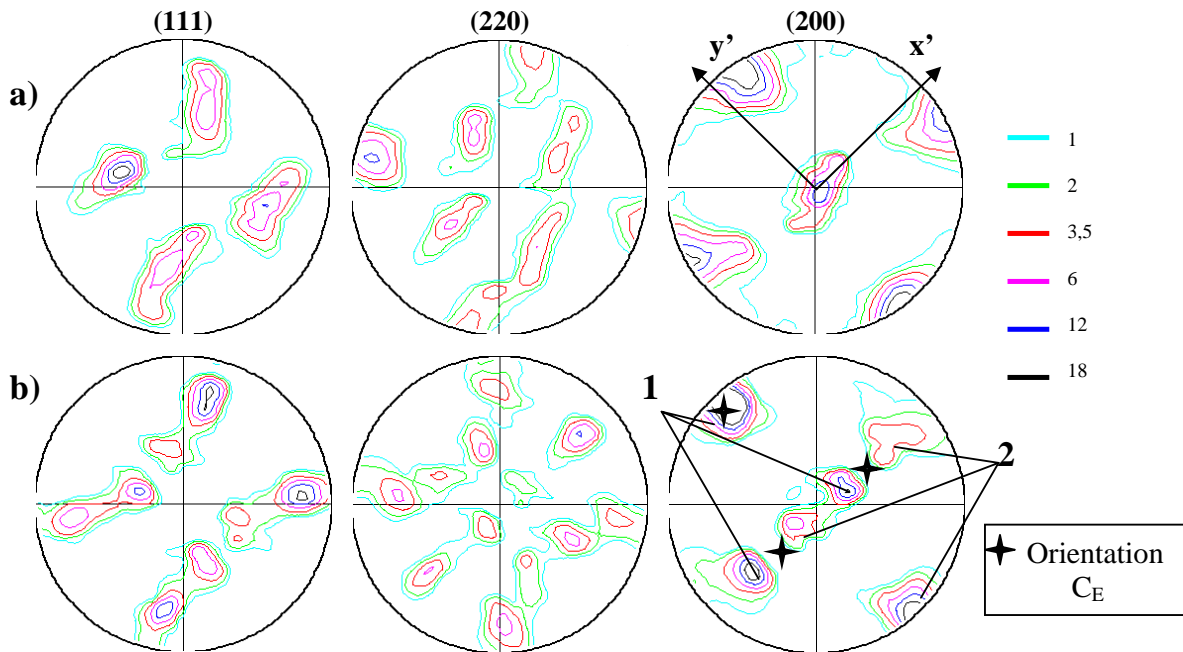
Figure IV.7. Vue 3D de l'échantillon A qui présente schématiquement les zones approximatives utilisées dans les mesures locales de texture.



### IV.2.1. Textures et microstructures aux différents endroits sur l'échantillon A

#### IV.2.1.1. Zone I.

La texture locale de la partie supérieure (zone I) de l'échantillon A qui présentait une microstructure caractérisée par un mélange complexe de grandes bandes est donnée dans la [figure IV.8.a](#)) par les figures de pôles. Cette texture est caractérisée par une fibre partielle qui s'étale, d'un côté et de l'autre d'une orientation majoritaire, autour d'un axe proche de la normale au plan de cisaillement (NPC) sur approximativement  $40^\circ$ . La composante dominante de texture a une orientation cube tourné autour de la DT d'environ  $35^\circ$ . Une très faible fibre partielle autour de la DT est aussi observable surtout sur la figure de pôles (200) de la [Fig. IV.8.a](#)).



**Figure IV.8: Résultats des mesures locales de texture obtenus par diffraction des rayons X dans: a) la partie supérieure et b) la zone centrale de l'échantillon A.**

#### IV.2.1.2. Zone II.

La [figure IV.8.b](#)) présente les résultats de la mesure de texture locale faite dans la partie centrale (zone II) de la coupe transverse qui présentait une microstructure donnée globalement par des bandes très grandes et allongées (voir [Fig. IV.7](#)). La texture de cette zone est caractérisée par une fibre partielle formée autour de la NPC et contenant deux orientations dominantes. Ces deux composantes dominantes de texture sont positionnées symétriquement par rapport à l'orientation idéale  $C_E$  (représentée schématiquement par des étoiles). La composante de texture notée "1" dans la figure de pôle (200) est visiblement plus intense que l'autre composante notée "2".

#### IV.2.1.3. Zone latérale II<sup>G</sup>.

La texture locale de la zone II<sup>G</sup> est donnée par une composante très intense ayant une orientation légèrement tournée autour de la NPC par rapport à l'orientation  $C_E$  (voir [Fig. IV.9](#)). Pour confirmer les résultats obtenus au microscope optique (manque d'hétérogénéités de déformation) et faire le lien entre la texture et la microstructure dans cette partie de l'échantillon, une analyse EBSD a été

faite dans cette zone (Fig.IV.10). Ces résultats confirment l'analyse optique et révèlent une microstructure qu'on appellera dans la suite "matrice" et qui ne présente pas d'hétérogénéités (bandes) (Fig.IV.10.a). Les coupes FDO (Fig.IV.10.b) et les figures de pôles présentées dans la figure IV.10.c) montrent que l'orientation de cette matrice est très peu dispersée.

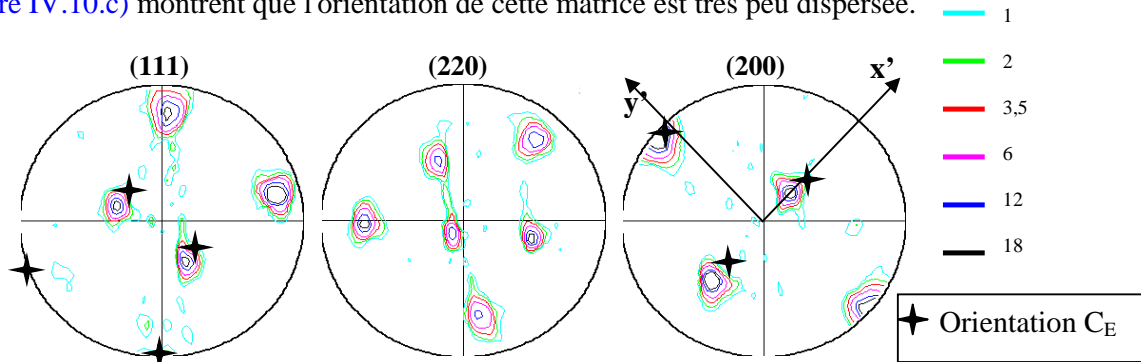


Figure IV.9: Texture locale de la zone latérale gauche (zone II<sup>G</sup>) de l'échantillon A mesurée sur la coupe transverse (plan-DE) par DRX.

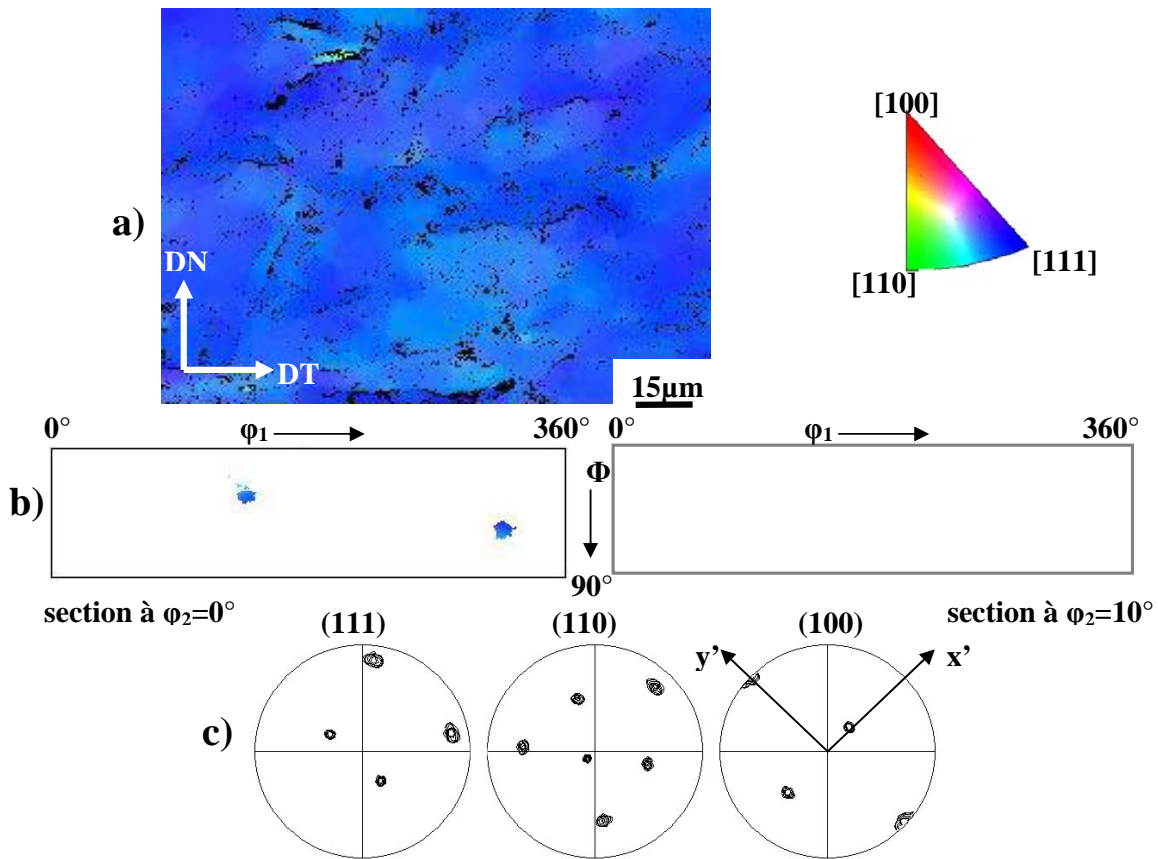
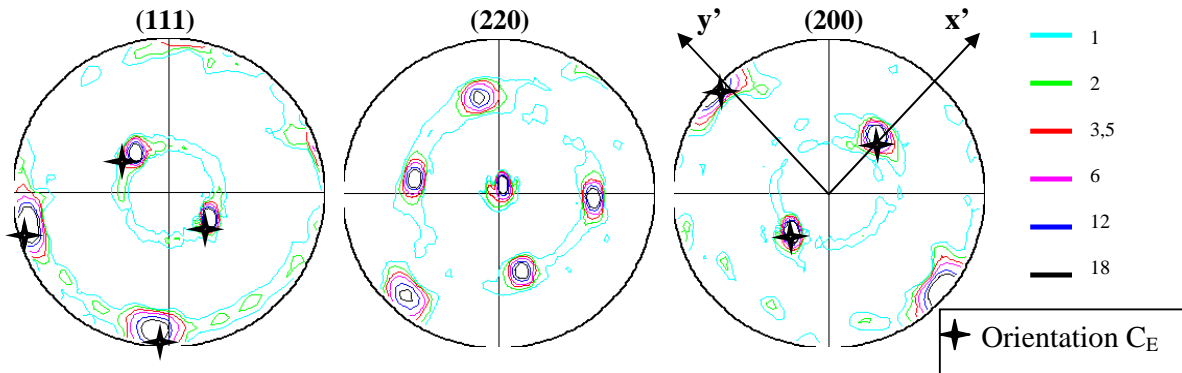


Figure IV.10: Cartographie d'orientation faite dans la zone II<sup>G</sup> a) ainsi que les FDO b) et les figures de pôles correspondantes c); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 2, 5, 10, 20, 50, 100).

La composante de texture donnée par la matrice dans cette zone (zone II<sup>G</sup>) a une orientation qui est presque identique à l'orientation de la composante 1 observée au centre de l'échantillon (Fig.IV.8.b)). On en déduit, donc, que la matrice présente dans la zone II<sup>G</sup> s'étale jusqu'au centre de la coupe transverse (zone II). Il est, donc, possible que la composante de texture donnée par la matrice avec la composante donnée par les hétérogénéités présentes dans la partie centrale de

l'échantillon (zone II), forment la fibre partielle observée dans la [figure IV.8.b](#)). Ce sujet sera discuté en détail au chapitre VI quand la formation des hétérogénéités (différents types de bandes) à une échelle plus fine sera analysée.



**Figure IV.11: Texture locale de la zone latérale droite (zone II<sup>LD</sup>) mesurée au centre de la coupe latérale (plan-DT).**

#### IV.2.1.4. Zone latérale II<sup>P</sup>.

La microstructure caractérisant la partie droite de la coupe transverse ressemble beaucoup à la microstructure observée dans la partie gauche. Si on prend en compte le fait qu'approximativement 1,5 mm ont été enlevé dans le plan-DT (voir zone en pointillés dans la [figure IV.7](#)) pour pouvoir faire une analyse loin du bord de l'échantillon, on peut dire qu'en termes de microstructure les deux zones latérales sont presque symétriques par rapport à un plan vertical passant par le centre du barreau. Cette comparaison peut être faite aussi entre les textures des deux zones (II<sup>L</sup> et II<sup>D</sup>) de l'échantillon A, car les deux composantes de texture sont presque symétriques par rapport à l'orientation idéale C<sub>E</sub>.

La zone II<sup>D</sup> est donc caractérisée par une composante majoritaire de texture qui a une orientation légèrement tournée autour de NPC par rapport à l'orientation idéale C<sub>E</sub>, mais dans l'autre sens que la composante de la zone latérale gauche.

Une très faible fibre partielle peut aussi être observée dans les figures de pôles ([Fig.IV.11](#)) qui présentent la texture de la zone latérale droite (zone II<sup>LD</sup>). Pour identifier l'origine de cette composante de texture, une cartographie d'orientation a été faite dans cette zone ([Fig.IV.12](#)). Afin de mieux mettre en évidence les microstructures des deux zones latérales les couleurs dans la [figure IV.12](#) indiquent la DE dans le triangle stéréographique standard tandis que celles de la [figure IV.10](#) sont représentées d'après la DN. Par conséquent, les couleurs des différentes structures présentes dans les deux figures ne doivent pas être comparées mais seulement leur morphologie et leur texture.

Les résultats EBSD obtenus dans la zone II<sup>LD</sup> indiquent que la composante de texture avec une faible dispersion ayant l'orientation proche de C<sub>E</sub> est donnée par une structure assez homogène dans laquelle quelques hétérogénéités de déformation sont apparus. Ces hétérogénéités qui sont responsables de l'apparition de la faible composante de texture qui s'étale autour de DT à partir de l'orientation de la composante majoritaire. Ces hétérogénéités sont des bandes parallèles, inclinées d'approximativement 25° par rapport à la DE. Elles ne représentent pas une fraction volumique très importante du milieu de la coupe latérale mais leur présence est très importante car elle explique l'apparition de la faible fibre partielle autour de la DT observée dans les résultats de la mesure locale de texture par DRX.

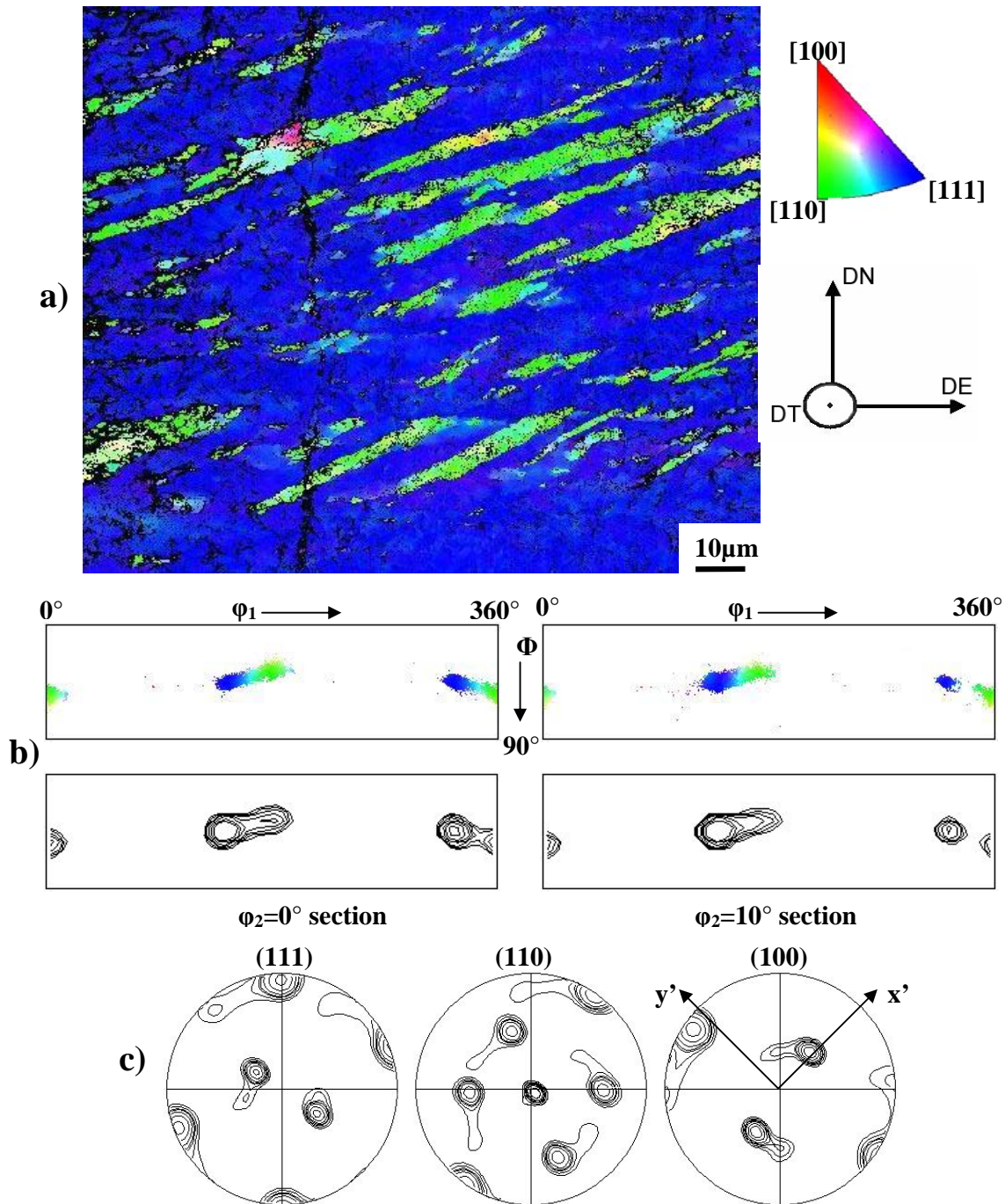


Figure IV.12: Résultats EBSD obtenus sur la partie latérale droite (zone II<sup>LD</sup> dans la Fig.IV.1) représentés par la cartographie d'orientations a) et par les FDO b) et figures de pôles correspondantes c); les couleurs indiquent la DE dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64).

#### IV.2.1.5. Zone III.

Au niveau macroscopique, la partie inférieure de l'échantillon A (zone III) présente une microstructure en bandes parallèles. Ces bandes sont plus fines que celles observées au centre ou

dans la zone I de la coupe transverse. Les résultats obtenus en microscopie optique dans le plan-DE ainsi que dans le plan-DT (Fig.IV.7) indiquent que ces bandes sont horizontales et qu'elles s'étendent sur des millimètres à l'échelle de l'échantillon.

Les résultats de la mesure locale de texture faite dans la zone inférieure de l'échantillon A sur la coupe transverse sont présentés dans la figure IV.13. La texture de cette partie de l'échantillon est caractérisée par deux composantes majoritaires et une faible fibre partielle autour de DT. Dans la figure de pôles (111) de la figure IV.13 on observe une composante qui a une orientation proche de celle initiale (cube sur face). Ce type de composante de texture a été aussi observée dans la partie inférieure de l'échantillon B (§.IV.1.2.3). Dans le cas présent de l'échantillon A, cette composante est plus dispersée ayant comme axe de dispersion l'axe DE.

Cette dispersion (fibre partielle) autour de la DE est une caractéristique "spéciale" de cette zone de l'échantillon car ce type de rotation n'a pas été rencontré que dans la partie inférieure de la coupe transverse. L'autre composante de texture caractérisant le bas de la coupe transverse a une orientation qui se rapproche de la composante de texture observée dans la zone II<sup>G</sup>.

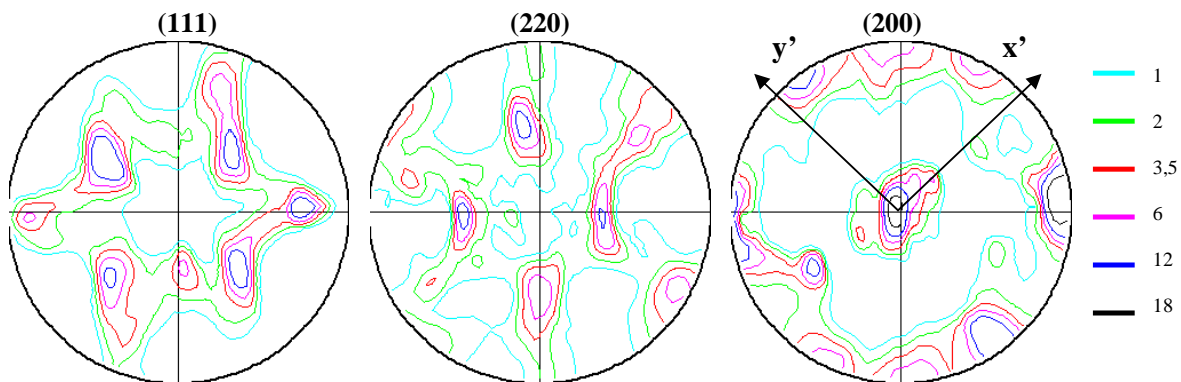


Figure IV.13: Résultats de la mesure locale de texture faite dans la zone III de l'échantillon

Après une rapide analyse de la microstructure et de la texture au niveau macroscopique, une première conclusion importante qu'on peut tirer est que la déformation a été hétérogène le long de DT ainsi que suivant l'hauteur de l'échantillon (DN). L'analyse en microscopie optique dans le plan-DT relève que la déformation en ECAE est assez reproductible sur la longueur de la billette extrudée, bien sûr sans prenant en compte la tête et la queue du barreau. Par conséquent, dans la suite une discussion sera faite sur l'hétérogénéité de la déformation imposée par le procédé ECAE seulement le long de l'axe transverse et de l'axe normale.

#### IV.2.2. Interprétation de l'hétérogénéité de la déformation selon DT

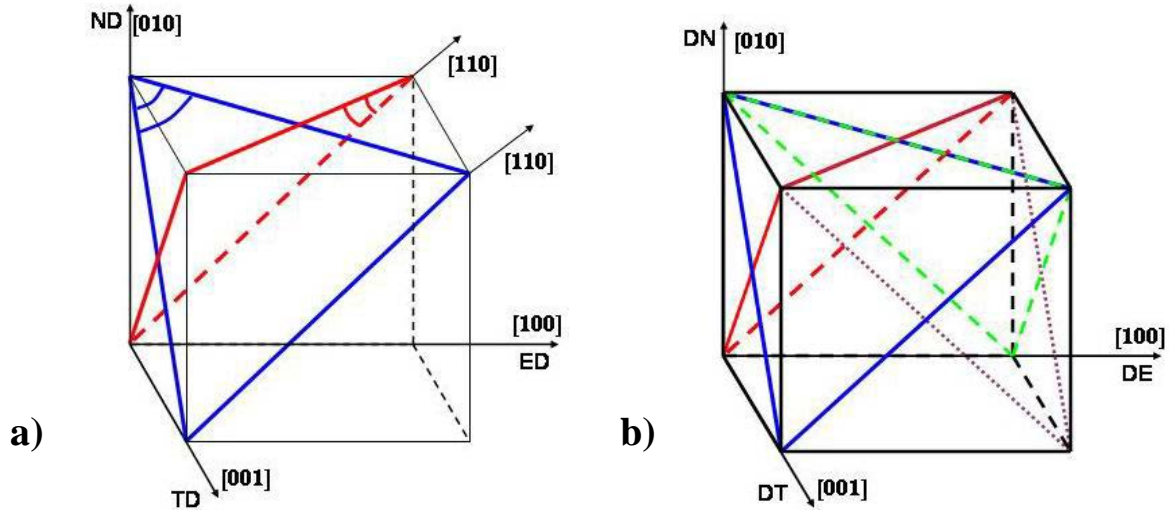
Les résultats présentés dans la section précédente montrent que le type de microstructure et la texture diffèrent au centre et sur les deux zones latérales de la coupe transverse.

Le procédé ECAE possède, pour le cas d'un coude à section transverse carrée, un plan vertical de symétrie passant par le centre du barreau. Ceci explique, au moins la symétrie observée dans les microstructures des deux zones latérales.

Par contre, une explication doit être trouvée pour l'évolution différente de la texture et de la microstructure dans ces zones latérales par rapport au centre du barreau, car jusqu'à présent était connu le fait que la déformation imposée par le procédé ECAE est plane et homogène le long de DT (mis à part les zones affectées par le frottement).

IV.2.2.1. Zone II – influence cristallographique.

L'orientation cube sur face présente une forte symétrie par rapport à la géométrie du procédé ECAE. Le calcul des facteurs d'orientation des systèmes de glissement pour l'échantillon A (Annexe I), prenant en compte une déformation par cisaillement simple imposé dans le plan d'intersection des deux canaux, indique l'existence de quatre systèmes de glissement équivalents avec un grand facteur d'orientation comparé aux autres systèmes pour l'orientation cube sur face.



**Figure IV.14: Représentation schématique de la position des systèmes codirectionnels équivalents  $(1\bar{1}\bar{1})[110]$  (bleu) et  $(1\bar{1}\bar{1})[110]$  (rouge) a) et des quatre plans  $\{111\}$  de la maille élémentaire d'un métal CFC, dans l'orientation cube sur face b).**

Dans la figure IV.14 sont représentés deux systèmes de glissement des quatre systèmes susceptible à être les plus actifs. Ces systèmes ainsi que les deux autres sont codirectionnels et leur direction cristallographique commune  $[110]$  est parallèle à la direction macroscopique de cisaillement. L'existence des quatre systèmes équivalents de glissement cause une instabilité dans le glissement par l'ambiguïté du choix du système actif. Ceci amène à l'apparition des hétérogénéités de déformation sous forme de grandes bandes comme celles présentes dans la zone II. Les hétérogénéités de déformation présentes dans la zone II sont parallèles avec les traces des deux plans  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(1\bar{1}\bar{1})$ .

Il est aussi très probable que la dispersion en orientation observée dans la zone II, traduite par une fibre partielle (Fig.IV.8.b) contenant deux composantes dominantes, soit obtenue par des rotations dans des sens différents en fonction du système ou du groupe de systèmes de glissement choisi.

La formation d'une microstructure caractérisée par des hétérogénéités de déformation (grandes bandes) n'est pas surprenante car dans la littérature l'orientation cube sur face est bien connue comme une orientation métastable pendant la déformation à froid, qui amène à des rotations suivant différentes directions et à la formation d'hétérogénéités de déformation (e.g. bandes de déformation, bandes de cisaillement, etc.) [Dillamore64, Aernoudt70, Basson00, etc.]. Par contre, la formation des deux zones latérales ayant des microstructures assez homogènes au niveau macroscopique et des textures avec de faibles dispersions en orientation, est un résultat surprenant. Cette différence sera discutée dans la suite.

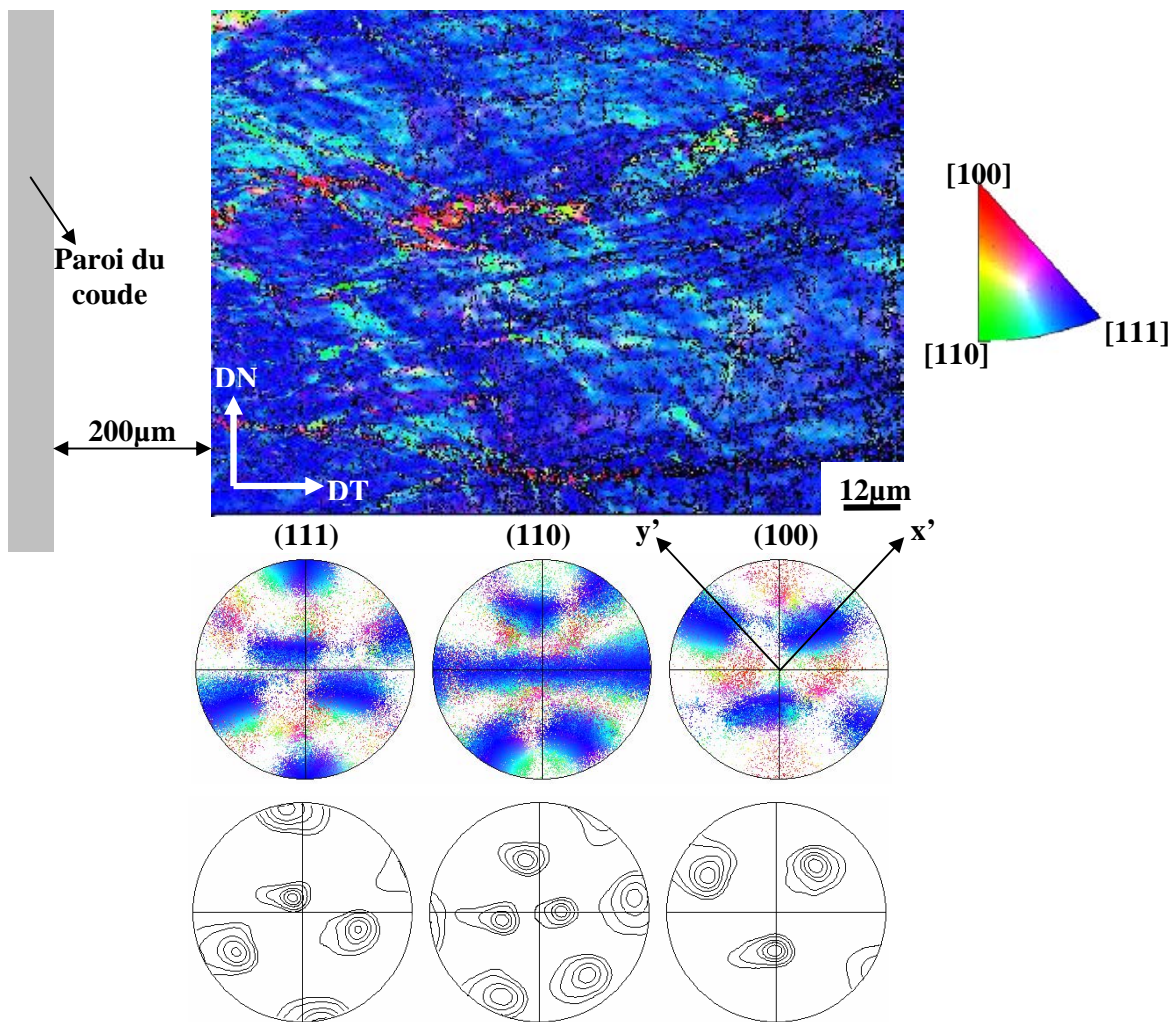
IV.2.2.2. Zones latérales – cristallographie et géométrie du coude.

Après l'analyse des résultats obtenus au niveau macroscopique on peut conclure que différents modes de déformation ont été suivis au centre et dans les deux zones latérales de l'échantillon A. Il est très difficile de donner une explication simple sur l'origine et le type de déformation qui a amené à la formation dans les deux zones latérales de structures assez homogènes qui contiennent peu d'hétérogénéités.

Pour essayer de trouver une explication, l'influence de plusieurs paramètres a été analysée:

- la nature monocristalline de l'échantillon;
- la géométrie et la conception du coude ECAE;
- le frottement avec les parois latérales;

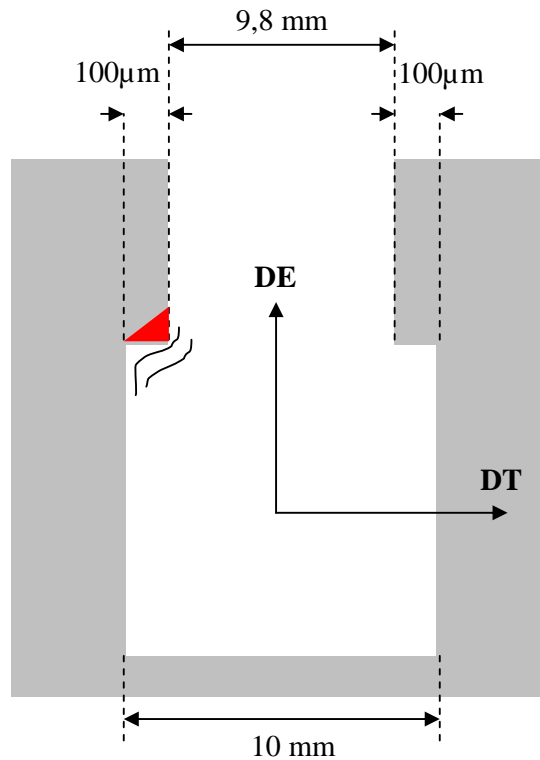
Afin de vérifier la possible influence du frottement sur la déformation plastique près des parois latérales du coude, une cartographie d'orientations a été mesurée par EBSD à une distance de ~200  $\mu\text{m}$  de la paroi gauche du coude ECAE (figure IV.15).



**Figure IV.15: Résultats EBSD obtenus sur le bord extrême de la zone latérale gauche (zone II<sup>G</sup>) représentés par la cartographie d'orientations avec les figures de pôles correspondantes (représentés dans le plan-DT).**

Ces résultats montrent une microstructure caractérisée par une matrice cellulaire comme celle observée dans la [figure IV.10](#) mais contenant aussi certaines hétérogénéités de déformation. En termes de texture cette matrice a une orientation proche de celle vue dans la [figure IV.10](#) mais qui présente un gradient d'orientation se traduisant par une importante dispersion des orientations autour de la DN.

Pour comprendre l'origine de cette dispersion et présenter les conditions dans lesquelles le matériau s'est écoulé à proximité de la paroi du coude pendant l'extrusion, un schéma a été dessiné ([Fig. IV.16](#)). Ce schéma représente une coupe longitudinale (vue du haut) du coude ECAE.



**Figure IV.16: Représentation schématique d'une coupe du coude ECAE dans le plan perpendiculaire à DN (vue du haut)**

Le procédé ECAE, d'après son nom, implique l'extrusion d'un matériau à travers deux canaux ayant des sections transversales identiques. Cependant, il est bien connu qu'en réalité il existe une petite différence entre les sections transversales des deux canaux. Afin d'éliminer les problèmes de retour élastique des échantillons extrudés et pouvoir les passer à nouveau dans le coude, la taille de la section transversale du canal de sortie (horizontal) est faiblement inférieure à celle du canal d'entrée (vertical). Cette diminution de la taille du canal de sortie est aussi utilisée pour imposer une contre-pression afin de diminuer la probabilité d'apparition des fissures dans le matériau au cours du passage dans le plan théorique de cisaillement (voir §I.4.4 pour plus de détails). Dans le schéma de la [figure IV.16](#) cette différence est exagérée pour mettre en évidence les effets de la paroi sur l'écoulement du matériau dans cette zone.

A cause de cette différence en taille, entre les deux canaux du coude, le matériau est cisailé dans un plan contenant la DN au passage dans la proximité du coin coloré en rouge dans la [figure IV.16](#). Dans le cas général de l'ECAE, la DT est contenue dans le PTC et souvent des rotations autour de DT ont été rapporté sur des échantillons mono ou polycristallins. Par analogie avec cette



caractéristique générale de l'ECAE, dans le cas décrit par le schéma précédent (Fig.IV.16) on peut expliquer la dispersion en orientation observée expérimentalement autour de DN dans la figure IV.15 (DN jouant le rôle de la DT dans le cas général).

#### IV.2.2.3. Influence des parois latérales.

L'importance des résultats présentés dans la figure IV.15 n'est pas donnée par le type de dispersion (autour de quel axe l'orientation est dispersée) mais par le fait que cette dispersion existe et qu'elle a une grande amplitude. Ceci signifie que le matériau est soumis à une déformation supplémentaire dans le voisinage des parois latérales. La présence de cette déformation supplémentaire est importante car elle indique la modification locale des contraintes auxquelles l'échantillon est soumis.

Il est, donc, très probable que des effets de bord induits par la présence des parois ont modifié localement le champ des contraintes et par conséquent ont modifié l'activité des systèmes de glissement de telle façon que le glissement soit plus uniforme qu'au centre du barreau.

De plus, la microscopie optique (Fig.IV.7) montre que dès qu'on atteint une certaine distance par rapport aux parois, des hétérogénéités commencent à apparaître dans la matrice cellulaire, signe que l'influence des parois disparaît et qu'on commence à avoir des conditions comme celles présentes dans la partie centrale de la coupe transverse qui n'est pas influencée par les effets de frottement avec les parois. Le fait que la zone plus ou moins homogène macroscopiquement, s'étend sur une distance assez grande (~2 mm) vers le centre est dû à la nature monocristalline de l'échantillon qui fait que peu d'obstacles s'opposent à la propagation du mode de déformation suivit sur les cotés.

En conclusion, l'hétérogénéité de la déformation plastique sur la DT est due aux effets conjugués de la nature monocristalline de l'échantillon et de la géométrie du coude ECAE (section transverse carrée).

Ce type d'hétérogénéité de la déformation par ECAE n'a pas été rapportée jusqu'à présent dans la littérature car peu d'études ont été faites sur des monocristaux et aucune de ces études n'a pas étudié en détail la coupe transverse entière d'un échantillon déformé par ECAE.

La formation de la composante de texture  $C_E$  a été, par contre, rapportée sur des échantillons monocristallins ainsi que polycristallins avec l'orientation initiale cube sur faces, indiquant une certaine stabilité de cette composante après un passe dans le coude ECAE [Miyamoto04, Suwas06].

#### IV.2.3. Interprétation de l'hétérogénéité de la déformation le long de DN

La même approche utilisée pour étudier l'origine des différentes textures locales observées sur l'échantillon B, aux différents endroits sur sa coupe transverse, a été utilisée pour étudier l'origine de l'hétérogénéité de texture locale sur l'échantillon A.

##### IV.2.3.1. Partie supérieure (zone I)

Dans la figure IV.17 sont présentés les résultats de la mesure locale de texture faite dans la partie supérieure de l'échantillon A ainsi que les résultats des simulations numériques de texture faites à l'aide des deux modèles: modèle à lignes d'écoulement et modèle discontinu du cisaillement simple. Une rapide comparaison des deux types de résultats indique l'incapacité des deux modèles de simuler l'évolution de la texture dans cette partie de l'échantillon A. La non concordance des résultats expérimentaux avec ceux calculés est donnée principalement par la présence dans les données calculées de la composante  $A_{IE}$  (représentée par des étoiles rouges dans la figure IV.17), composante qui n'a pas été observée expérimentalement sur la coupe transverse de l'échantillon A.

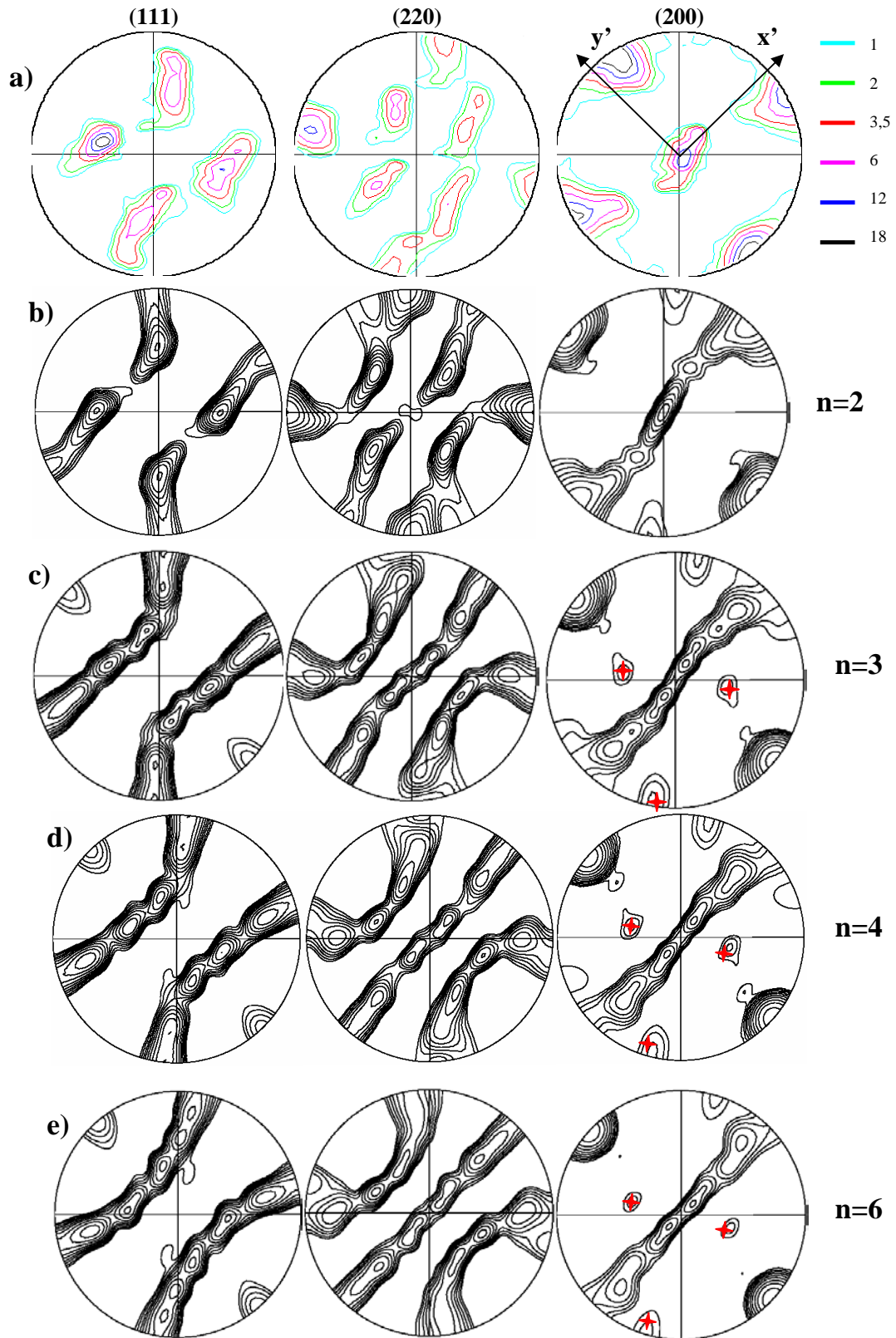


Figure IV.17: Texture locale mesurée sur la coupe transverse de l'échantillon A dans la partie supérieure a) et texture simulé à l'aide du modèle à lignes d'écoulement pour:  $n=2$  b),  $n=3$  c)  $n=4$  d), et  $n=6$  e).

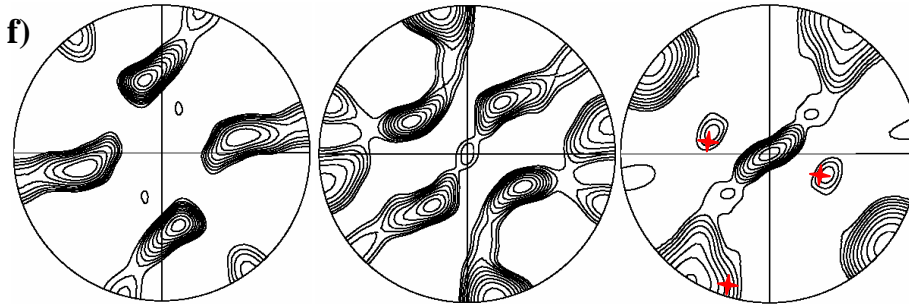


Figure IV.17 (suite): Texture calculée à l'aide du modèle discontinu de cisaillement simple.

Parce que actuellement on ne peut pas de faire des calculs en utilisant des monocristaux, dans les deux modèles on a introduit un fichier contenant des orientations dispersées de 6 degrés autour de l'orientation idéale. Dans la [figure IV.18.a](#)) est représentée schématiquement la procédure d'après laquelle le fichier de données d'entrée a été obtenu. Les différentes orientations choisies pour créer le fichier forment une gaussienne centrée sur l'orientation idéale et ayant une taille à mi hauteur de  $6^\circ$  autour de l'orientation idéale. L'inconvénient de cette méthode est que dans le fichier final on retrouvera des cristaux ayant des orientations très désorientées par rapport à l'orientation idéale et que même si ces cristaux représentent une petite fraction volumique ils pourront influencer les résultats finaux des simulations. Pour éliminer ce problème on a utilisé une deuxième méthode ([Fig.IV.18.b](#)) qui consiste dans le choix des orientations aléatoires situées dans un domaine fixe ( $6^\circ$  autour de l'orientation idéale) et qui amènera à l'obtention d'un fichier contenant des orientations dispersées au maximum de  $6^\circ$  par rapport à l'orientation idéale.

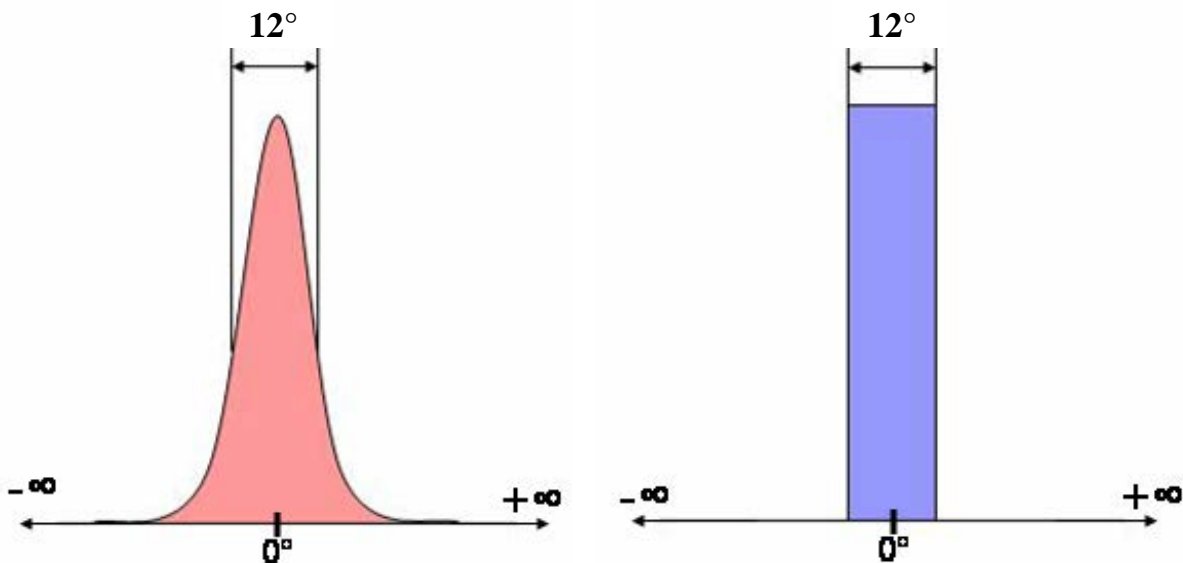
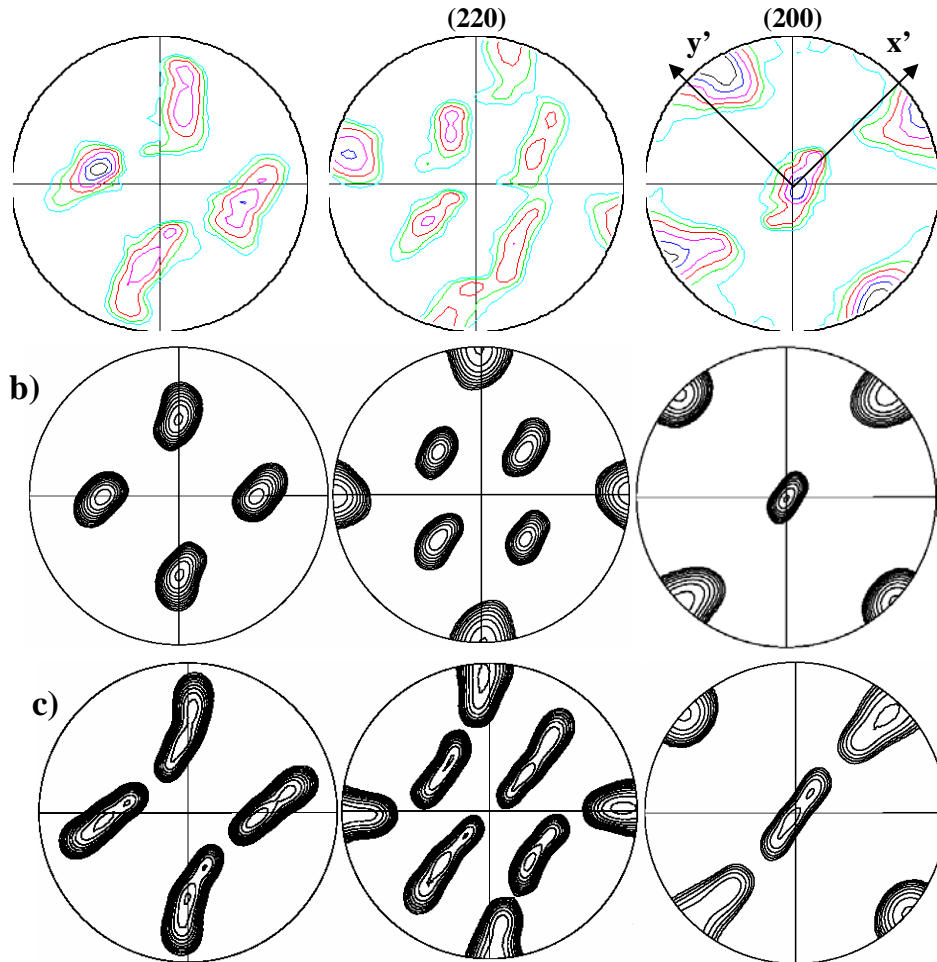


Figure IV.18: Principes des deux méthodes utilisées pour obtenir les données d'entrée pour les simulations d'évolution de la texture.

Des simulations numériques ont été faites en utilisant les nouvelles données d'entrée et la même approche que pour l'échantillon B. Dans la [figure IV.19](#) sont présentés les résultats expérimentaux de texture obtenus dans la partie supérieure de l'échantillon A ensemble avec les résultats des simulations faites à l'aide du modèle à lignes d'écoulement pour  $n=2$  et  $n=3$ .



**Figure IV.19: Texture locale mesurée sur la coupe transverse de l'échantillon A dans la partie supérieure a) et calculée à l'aide du modèle à lignes d'écoulement pour:  $n=2$  b) et  $n=3$  c).**

La texture expérimentale est comparable à celle théorique sauf que le modèle prévoit une rotation autour de DT plus importante d'environ  $45^\circ$  au lieu de maximum  $35^\circ$  (expérimentale).

Par rapport à l'orientation cube sur face initiale, les deux types de résultats représentent principalement une rotation de l'orientation initiale autour de la DT. Ce type de rotation a déjà été rapportée ailleurs, sur des monocristaux [Fukuda04, Miyamoto05, Furukawa06, Fukuda06] ou des polycristaux [Beyerlein05, Li05, Suwas06, etc.], comme étant une rotation caractéristique du procédé ECAE.

La dispersion importante des orientations ( $\sim 40^\circ$  voir même plus) est très probablement due à la métastabilité de l'orientation initiale de l'échantillon A. La stabilité de cette orientation a aussi été sujet de débat pour d'autres procédés de déformation. Les résultats théoriques obtenus par Aernoudt [Aernoudt70], Dillamore [Dillamore64] et leurs collaborateurs ont indiqué que des petites déviations par rapport à l'orientation idéale cube sur face, amène à des rotations suivant différentes directions et à la formation des structures fortement désorientées.

C'est exactement le cas du travail présent quand le monocristal n'a pas tourné seulement autour de DT, comme prévu par le modèle de Taylor pour l'orientation cube sur face parfaite, mais aussi autour de NPC. Ce comportement instable peut expliquer la forte dispersion en orientation observée dans la partie supérieure de l'échantillon A.

De plus, la microstructure compliquée de la zone I, caractérisée par un mélange de grandes bandes, confirme cette instabilité donnée par la forte symétrie de l'orientation cube sur face qui se traduit par l'existence de plusieurs systèmes de glissement équivalents.

#### IV.2.3.2. Zone centrale (zone II)

La figure IV.20 présente les résultats expérimentaux de texture obtenus dans la partie supérieure de l'échantillon A ensemble avec les résultats des simulations faites à l'aide du modèle à lignes d'écoulement pour  $n=3$  et  $n=4$ . En comparant les deux types de résultats on observe que le modèle prévoit bien la division de la composante cube tourné (observée dans la partie supérieure) en deux composantes de texture ayant l'orientation dispersée autour de la NPC. On peut conclure que la tendance observée pour l'échantillon B (augmentation du coefficient  $n$  du haut vers le bas du barreau) est aussi valable pour l'échantillon A. Cependant, dans le cas de l'échantillon A même si la texture de fibre partielle est bien prévue la position des pics n'est pas exactement la même que celle observée expérimentalement. Cette différence de rotation autour de la NPC entre les textures expérimentales et celles simulées peut être attribuée à la métastabilité de l'orientation initiale de l'échantillon A. De plus, les problèmes rencontrés pendant les calculs numériques d'évolution de la texture (voir section précédente §.IV.2.3.1 et Fig.IV.18) nous indiquent aussi que le modèle est très sensible aux petites déviations d'orientation par rapport à l'orientation initiale.

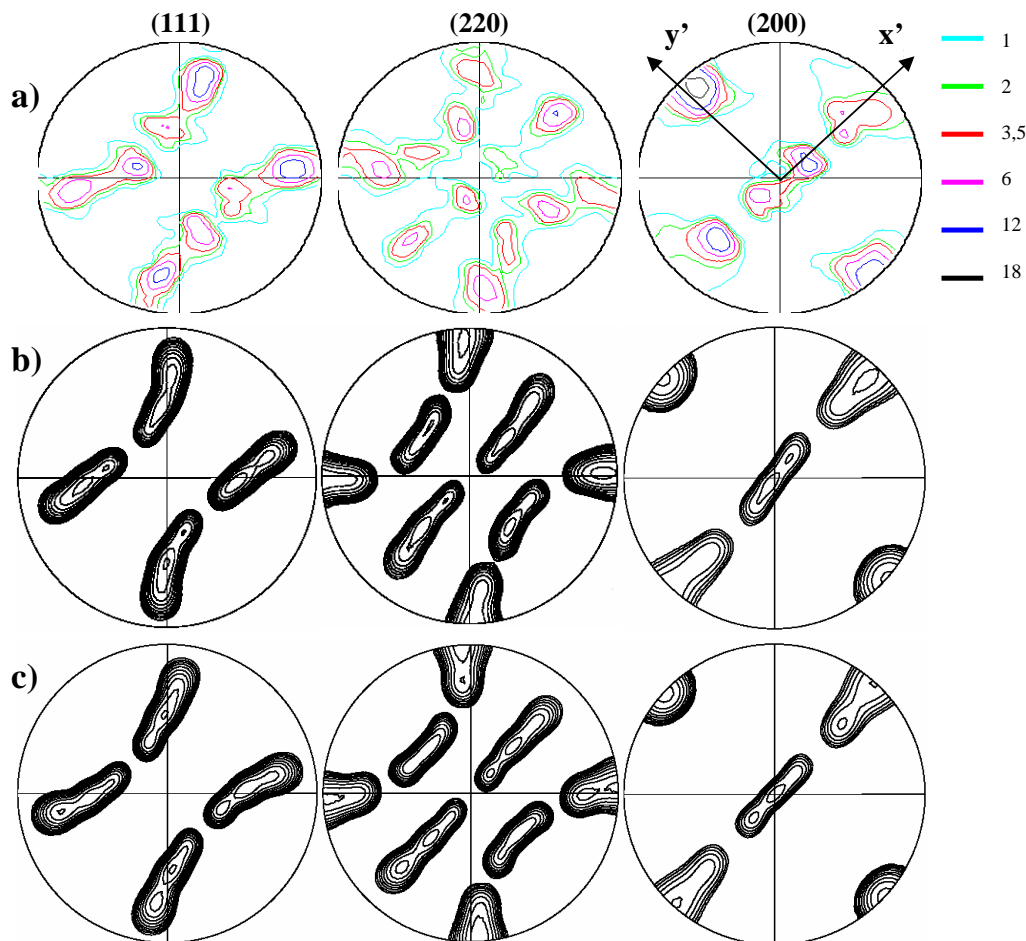
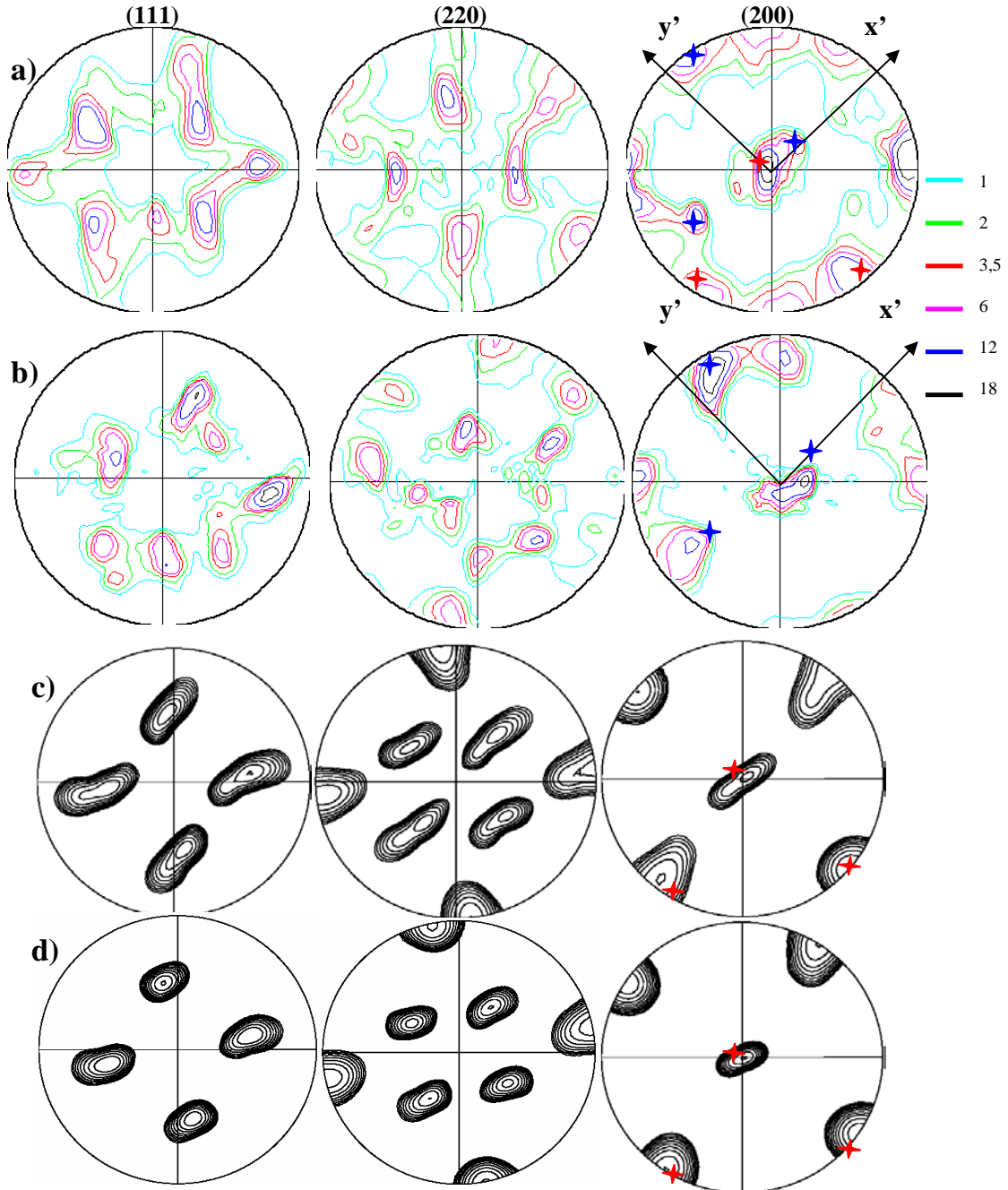


Figure IV.20: Résultats expérimentaux de texture mesurés au centre du barreau extrudé a) et textures simulées à l'aide du modèle à lignes de courant pour  $n=3$  b),  $n=4$  c).

**IV.2.3.3. Partie inférieure (zone III)**

Après avoir étudié l'évolution de la texture locale en haut et au centre de la coupe transverse une conclusion importante est apparue: plus on s'éloigne du coin intérieur du coude ECAE, plus on s'approche d'une déformation par cisaillement simple. Dans la figure IV.21 sont représentés les résultats des deux mesures locales de texture faites dans la partie inférieure de l'échantillon A ainsi que des résultats d'évolution de la texture obtenus par simulations numériques.



**Figure IV.21: Résultats de la mesure locale de texture faite dans la zone III a) et dans la zone du bas extrême de l'échantillon b) ainsi que des textures simulés: à l'aide du modèle à lignes de courant pour  $n=8$  c) et à l'aide du modèle discontinu du cisaillement simple.**

Dans la [figure IV.21](#) on observe la formation d'une composante dominante de texture (représentée par des étoiles rouges) qui est bien prévue par le modèle à lignes d'écoulement pour  $n=8$ . Ceci est cohérent avec la tendance observée dans le reste du barreau, tendance qui indiquait l'évolution du mode de déformation selon DN.

Les autres composantes de texture observées expérimentalement qui ne sont pas prévues par le modèle, indiquent le fait que d'autres phénomènes influant la déformation plastique sont présents dans cette partie de l'échantillon.

Cette "différence" a été aussi observée par Beyerlein et ses collaborateurs [Beyerlein05] sur des échantillons polycristallins en cuivre pur extrudés d'une passe avec un coude ECAE à section transversale circulaire. Dans leur étude ils associent cette différence entre la texture du bas et le reste de l'échantillon aux phénomènes liés à une diminution en intensité du cisaillement, à une rotation de corps rigide assez grande et aux effets induits par le frottement avec la paroi du bas du coude. La zone de "non-homogénéité" ou différente par rapport au reste de la coupe transverse, couvre dans leur cas 20% de la coupe transverse en bas de l'échantillon.

Il est donc très probable que les effets induits par le frottement avec la paroi du bas du coude ait une influence importante sur l'évolution de la texture dans la partie inférieure de l'échantillon A.

D'après l'analyse optique ([Fig.IV.7](#)) la partie inférieure de l'échantillon peut être divisée en deux zones: une c'est la zone III caractérisée par les longues bandes parallèles et horizontales et l'autre c'est la zone du bas extrême de l'échantillon (voir [Fig.IV.7](#)) qui présente une microstructure beaucoup plus fine comparée à la zone III, voisine.

Pour vérifier si les deux zones ont les mêmes origines ainsi que pour essayer de comprendre l'étendue de l'influence des phénomènes dus au frottement, la texture de la zone du bas extrême a été mesurée et comparée à celle de la zone III. La mesure a été faite dans les mêmes conditions que pour la zone III, à  $\sim 500\mu\text{m}$  de la surface dans le plan-DN (dans le plan parallèle à la paroi du bas du coude). Dans la [figure IV.11.b](#)) sont présentés les résultats de cette mesure locale de texture faite dans le bas extrême de l'échantillon

Après une rapide analyse des deux textures mesurées on observe qu'il n'y a pas une grande différence entre les textures des deux zones voisines. Si on regarde, par exemple, la figure de pôles (111) mesurée dans le bas extrême de l'échantillon ([Fig.IV.21.b](#)), on retrouve presque tous les composantes correspondantes se trouvant dans la figure de pôles (111) mesurée dans la zone III ([Fig.IV.21.a](#)). La seule différence est donnée par une faible déviation dans les positions des pics, positions qui sont légèrement tournées vers le bas par rapport à un axe proche du DE. On peut aussi ajouter l'intensité légèrement plus faible des pics présentés dans la [figure IV.21.b](#).

Il est difficile de donner une interprétation simple aux résultats de texture locale mesurés dans la partie inférieure de l'échantillon A, mais il est assez évident que les deux zones présentent des textures similaires indiquant que ces deux zones voisines ont été soumises au modes de déformation assez proches.

La différence entre les textures des deux zones peut être attribué à la diminution en intensité du cisaillement et à des plus forts phénomènes liés au frottement, du centre vers le bas du barreau.

#### IV.2.4. Résumé sur l'échantillon A

Après avoir analysé les textures et microstructures locales au niveau macroscopique et aux différents endroits sur la coupe transverse de l'échantillon A on peut tirer les conclusions suivantes:

- Comme dans le cas de l'échantillon B, des différentes textures et microstructures caractérisent différents endroits de l'échantillon A et se traduisent par une hétérogénéité importante le long de DT ainsi que sur la hauteur de l'échantillon (DN). Cette hétérogénéité signifie que le matériau a été soumis à différents modes de déformation dans ces zones pendant l'extrusion ECAE;
- L'hétérogénéité observée le long de la direction transverse est le résultat d'une combinaison entre des facteurs cristallographiques et des facteurs liés à la géométrie et à la conception du coude ECAE;
- L'hétérogénéité présente au niveau macroscopique sur la hauteur de l'échantillon est due à un gradient du cisaillement imposé par le procédé ECAE.
- La déformation dans la partie inférieure de l'échantillon est caractérisée par un cisaillement moins intense et par une importante influence des phénomènes liés au frottement avec la paroi du coude;

#### IV.3. Discussion et conclusions finales pour le niveau macroscopique.

L'analyse détaillée au niveau macroscopique de deux échantillons monocristallins en Ni pur déformés par ECAE, a révélé deux conclusions très importantes en termes d'hétérogénéité de la déformation plastique:

1. Les deux échantillons présentent des types de microstructure et de texture totalement différents, indiquant que l'orientation initiale a une grande influence sur le comportement d'un métal pendant l'extrusion ECAE;
2. Une importante hétérogénéité, dans les modes de déformation suivis sur la hauteur ainsi que le long de DT, a été observée sur la coupe transverse des deux échantillons ayant comme principale origine la géométrie du procédé ECAE.

##### IV.3.1. Influence cristallographique

La première conclusion viens du fait que les deux échantillons ayant des orientations initiales différentes sont caractérisés après déformation par des types de microstructures et textures totalement différentes.

Ainsi, l'échantillon A, ayant une orientation initiale cube sur face, bien connue dans la littérature ([Dillamore64], [Aernoudt70], [Basson00], etc.) comme une orientation métastable à cause de sa forte symétrie (plusieurs systèmes de glissement équivalents), présente une microstructure très hétérogène caractérisée globalement par des grandes bandes macroscopiques alignées d'après différentes directions. Cette hétérogénéité se traduit en termes de texture par des grandes dispersions d'orientation principalement autour de la NPC et de DT.

Par contre, les calculs des facteurs d'orientation des systèmes de glissement pour l'échantillon B prenant en compte une déformation par cisaillement simple imposé dans le plan d'intersection des deux canaux (Annexe I), ont montré que son orientation initiale était favorable à l'activation préférentielle de moins de systèmes de glissement.



La conséquence de cette particularité se traduit par une moindre ambiguïté dans le choix du système ou des groupes de systèmes de glissement et par conséquent le glissement sera plus homogène. Ceci aura comme résultat la formation d'une microstructure beaucoup plus homogène, par rapport à celle de l'échantillon A, caractérisée globalement par une structure à faibles désorientations (maximum  $10^\circ$  autour des composantes majoritaires de texture).

Par conséquent, vu les différents types de résultats obtenus sur les deux échantillons (à différentes orientations initiales) on peut conclure que *l'orientation initiale est un facteur très important dans l'évolution de la texture et de la microstructure* pendant l'extrusion ECAE.

Il est bien connu que l'efficacité dans le processus d'affinement de la microstructure des métaux est directement proportionnelle à la capacité de former des hétérogénéités de déformation (e.g. bandes de déformation, bandes de cisaillement).

Il en résulte, donc, que l'orientation ou la texture (pour les polycristaux) initiale est un paramètre très important dans le processus d'affinement de la microstructure des métaux.

### IV.3.2. Influence du procédé ECAE

Le fait d'avoir analysé au niveau macroscopique la microstructure de la coupe transverse entière et la texture locale aux différents endroits caractéristiques, nous a permis d'observer que le *procédé ECAE est très hétérogène* imposant aux échantillons *différents modes de déformation aux différents endroits sur la coupe transverse*.

Ainsi, les résultats obtenus dans cette étude indiquent que la partie supérieure d'un échantillon est soumise, pendant l'extrusion ECAE, à une déformation qui est bien simulée par le modèle à lignes d'écoulement pour une valeur de  $n$  comprise entre 2 et 3 et que ce type de déformation évolue, vers une déformation par cisaillement simple, avec l'avancement vers le bas de l'échantillon.

La partie centrale du barreau sera donc caractérisée par une texture typique de cisaillement. Ce mode de déformation est très bien simulé à l'aide du modèle à lignes de courant développé par Tóth et ses collaborateurs.

L'hétérogénéité du procédé ECAE sur la hauteur de l'échantillon est encore plus évidente si on prend en compte l'évolution de la partie inférieure des barreaux. Il n'est pas facile de comprendre totalement les phénomènes responsables de l'évolution assez différente de la partie inférieure par rapport aux autres zones d'un échantillon déformé par ECAE. Cette différence peut être due à une diminution importante en intensité du cisaillement imposé dans le plan théorique de cisaillement ainsi qu'à des effets induits par l'écoulement plastique et le frottement près de la paroi du bas. Des études plus détaillées seront faites aux chapitres suivants sur ces effets.

### IV.3.3. Points communs entre les deux échantillons

Il existe deux points communs entre les deux échantillons extrudés par ECAE qui peuvent être considérés comme ayant une importance moins évidente sur le processus d'affinement de la microstructure mais ils ne peuvent pas être négligés:

- Premièrement c'est la formation d'une composante de texture caractéristiques à une déformation par cisaillement ayant l'orientation idéale  $C_E$ . Cette composante, ou des composantes proches d'elle, ont été observées au milieu de l'échantillon A ainsi que dans la partie supérieure de l'échantillon B.

La formation de cette composante dans les deux échantillons est due à la stabilité de l'orientation  $C_E$  pendant la déformation par ECAE.

Dans un article récent, Suwas et ses collaborateurs ont trouvé qu'un échantillon en cuivre polycristallin avec une forte texture initiale cube sur faces, quand il est extrudé avec un coude ECAE à section carrée, donne naissance à une texture dominée par la composante  $C_E$ .

Miyamoto et ses collaborateurs [Miyamoto04, 05] ont observée la formation d'une texture caractérisée par deux composantes A  $\{111\}\langle 211\rangle$  et C  $\{100\}\langle 011\rangle$  (ou  $A_{IE}$  et respectivement  $C_E$ ), dans un monocristal de cuivre pur avec l'orientation initiale cube sur face et déformé dans un coude ECAE à  $90^\circ$  et à section transversale circulaire.

- Deuxièmement, on observe la formation des deux zones latérales presque symétriques par rapport à un plan vertical passant par le centre de la coupe transversale des barreaux. L'apparition de ces zones latérales est due à la conception du coude ECAE et à la nature spéciale des échantillons (monocristalline) qui permet la propagation des effets induits par les parois latérales sur des grandes distances (voir mm).

Il est supposé que l'apparition de ces zones sera presque supprimée dans le cas des matériaux polycristallins, car l'influence des parois latérales sera limitée à une ou deux couches de grains dans la proximité des parois.

**Bibliographie:**

[Aernoudt70]	E. Aernoudt, H.P. Stüwe, Z. Metallkunde, 1970, 61, 128.
[Arruffat-Massion04]	Thèse de Doctorat, « Modélisation des textures et de l'écroissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante », Université Paul Verlaine de Metz.
[Basson00]	F. Basson et J. H. Driver, Acta Materialia, 48, 2101-2115, 2000.
[Beyerlein05]	I.J. Beyerlein, S. Li, C.T. Necker, D.J. Alexander and C.N. Tomé, Philosophical Magazine, vol. 85, No.13, pp. 1359-1394, 2005.
[Cahn96]	R.W. Cahn et P. Hassen, Physical Metallurgy (IV <sup>ème</sup> édition), North-Holland, Vol.3, 1906-1938, 1996;
[Canova84]	G.R. Canova, U.F. Kocks, J.J. Jonas, Acta Metallurgica, 32, pag.211, 1984
[Dillamore64]	I. L. Dillamore et W.T. Roberts, Acta Metallurgica, 12, pag.281, 1964.
[Ferry96]	M. Ferry, F. Humphreys, Acta Materialia, 4, pag.1293, 1996.
[Fukuda04]	Fukuda Y., Oh-ishi K., Furukawa M., Horita Z. and Langdon T.G., Acta Mater., 2004, 52, 1387-1395.
[Furukawa05]	M. Furukawa, Y. Kawasaki, Y. Miyahara, Z. Horita, T.G. Langdon, Mater Sci Eng, A410-411, 194, 2005;
[Fukuda06]	Fukuda Y., Oh-ishi K., Furukawa M., Horita Z. and Langdon T.G., Mater. Sci. Eng. A 420 (2006) 79-86.
[Goran06]	En cours de préparation.
[Humphreys96]	F.G. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 1996.
[Knocks98]	Kocks UF, Tomé CN, Wenk H-R, Texture and Anisotropy, Cambridge, University Press; 1998. p. 187.
[Mecif97]	A. Mecif, B. Bacroix, P. Franciois, Acta Materialia, 1, pag.371, 1997.
[Li05]	S. Li, I.J. Beyerlein, M.A.M. Bourke, Materials Science and Engineering A394,1-2, 66-77, 2005;
[Miyamoto04]	H. Miyamoto, U. Erb, T. Koyama, T. Mimaki, A. Vinogradov, et S. Hashimoto, Philosophical Magazine Letters, Vol. 84, No. 4, pag. 235-243, 2004.
[Miyamoto05]	H. Miyamoto, J. Fushimi, T. Mimaki, A. Vinogradov, S. Hashimoto, Materials Science and Engineering A 405 (2005) 221-232
[Segal95]	Segal, V.M., Mater. Sci. Eng., A 197, 157 (1995).
[Segal81]	Segal V.M., Reznikov V.I., Drobysevski A.E., Kopylov V.I. (1981), Russian Metal., 1, 99.
[Segal99]	Segal V.M., Materials Science and Engineering, A271, 322. (1999)
[Skrotzki03]	W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C.-G. Oertel, H.-G. Brokmeier, S. Suwas, L.S. Tóth, Solid State Phenomena, 2003, 105, 327-332.
[Skrotzki05]	W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C.-G. Oertel, H.-G. Brokmeier, S. Suwas, L.S. Tóth, Mat. Sci. Forum (ICOTOM-14), 2005, 495-497, 821-826.
[Skrotzki06]	W. Skrotzki, B. Klöden, C.-G. Oertel, N. Scheerbaum, H.-G. Brokmeier, S.

	Suwas and L.S.Tóth, Ultrafine Grained Materials IV. Edited by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, Z. Horita, M.J. Zehetbauer, S.L. Semiatin, and T.C. Lowe, TMS, <b>2006</b> . pp. 283-288.
[Stanford03]	N. Stanford, D. Dunne, M. Ferry, Materials Science and Engineering A348, pag. 154-162, 2003.
[Suwas06]	S. Suwas, R. Arruffat-Massion, L.S. Toth, J.-J. Fundenberger, A. Eberhardt and W. Skrotzki, Metall. Mater. Trans. A, 2006, <b>37A</b> , 739.
[Tóth04]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., <i>Acta Materialia</i> , 2004, 52,1885.
[Wert97]	J.A. Wert, Q. Liu et N. Hansen, Acta Materialia, 45, No.6, pag.2565-2576, 1997.

## **Chapitre V. Evolution de la texture le long d'une ligne d'écoulement au cours du passage dans le coude ECAE**

Les résultats présentés aux chapitre IV ont indiqué la nécessité d'étudier l'évolution de la texture au cours du passage du matériau dans la zone d'intersection des deux canaux en suivant des lignes d'écoulement afin d'améliorer la compréhension des phénomènes de déformation plastique ayant lieu dans la proximité du plan théorique de cisaillement (PTC) pendant l'extrusion ECAE. Un exemple de problème qui nécessite plus d'analyse est la formation dans la zone III de l'échantillon B, d'une composante de texture ayant une orientation très proche de l'orientation initiale.

Ce type d'étude peut être faite par analyse EBSD dans le plan DT sur un échantillon partiellement passé dans le coude ECAE.

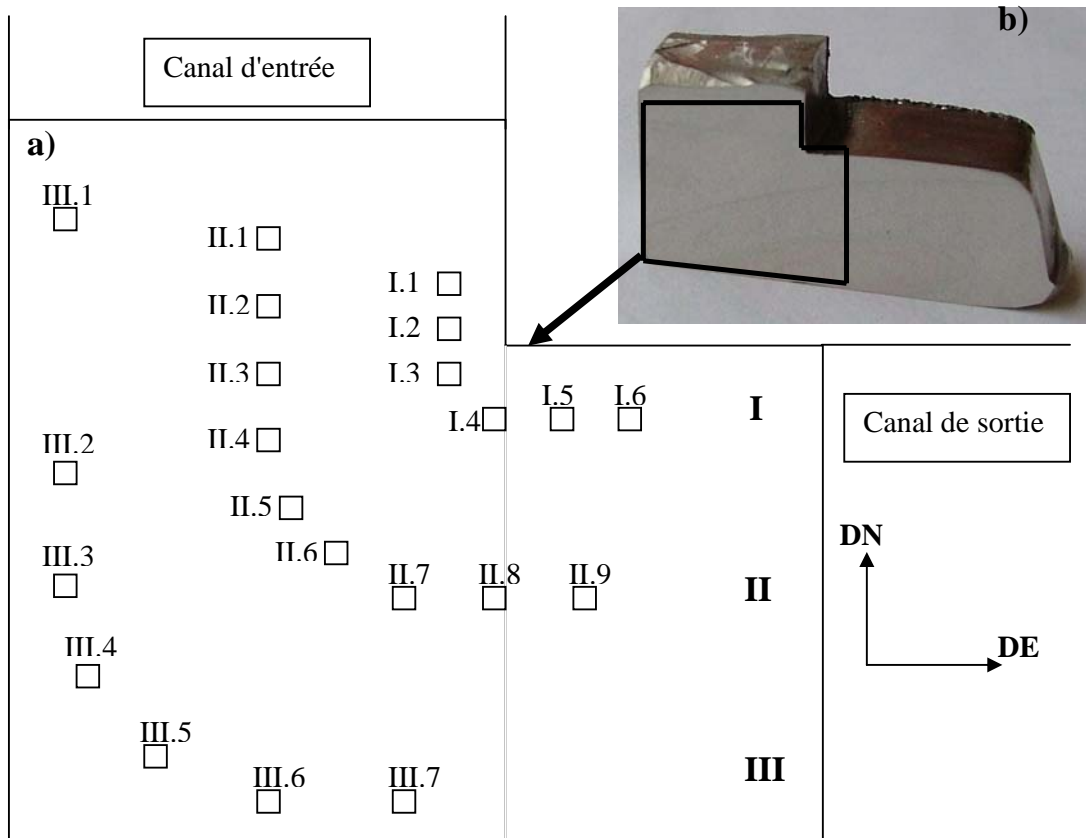
Les résultats expérimentaux seront présentés et une discussion sera faite en prenant en compte l'information existante dans la littérature qui est majoritairement composée d'études théoriques.

### V.1. Introduction.

L'analyse de l'évolution de la texture au cours du passage du matériau dans la zone d'intersection des deux canaux en suivant des lignes d'écoulement peut aider à la compréhension des phénomènes de déformation plastique ayant lieu dans la proximité du plan théorique de cisaillement (PTC).

De plus, les résultats des mesures locales de texture faites par diffraction des rayons X (voir §IV.2) ont montré une texture finale caractérisée par des composantes ayant une orientation proche de celle initiale dans les zones II et III sur la coupe transverse de l'échantillon B. Ces résultats ont imposé la nécessité d'une étude plus approfondie sur l'évolution de la texture pendant l'extrusion ECAE pour observer l'origine des composantes ayant une orientation proche de celle initiale.

Par conséquent, une vingtaine de cartographies d'orientation ont été mesurées par EBSD (voir Fig.V.1.a) pour le positionnement approximatif de chaque mesure). Ces mesures faites sur l'échantillon B, partiellement passé dans le coude (Fig.V.1.b)), ont été mesurées sur une coupe longitudinale (dans le plan-DT) passant par le centre du barreau extrudé. Les cartographies d'orientation ont été mesurées suivant trois lignes d'écoulement (Fig.V.1.a)) correspondant aux trois zones observées dans la coupe transverse: zone I, zone II et zone III. Dans toutes les cartographies présentées dans ce chapitre, les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard.



**Figure V.1: Représentation schématique de la zone d'intersection des deux canaux du coude ECAE avec les positions approximatives où les cartographies d'orientation ont été obtenues a) et photo de l'échantillon B après passage dans le coude ECAE b).**

Le modèle à lignes de courant [Toth04, Arruffat-Massionn04] et les conclusions du chapitre IV ont été utilisées pour déterminer la forme des lignes d'écoulement. Par conséquent, dans la zone d'intersection des canaux du coude les lignes d'écoulement ont une courbure qui varie avec la position sur la hauteur de l'échantillon. Ainsi, la ligne caractérisant la partie supérieure de

l'échantillon B (ligne I dans la [figure V.1.a](#)) correspond à deux droites qui se rejoignent en un angle droit tandis que les deux autres lignes d'écoulement (lignes II et III dans la [figure V.1.a](#)) ont des trajectoires courbées, avec un angle de courbure qui augmente du haut vers le bas du barreau. Dans le modèle à lignes de courant ces trajectoires étaient caractérisées par le paramètre  $n$  qui, dans le cas présent, prends des valeurs très grandes (voir  $\infty$ ) pour la ligne I et des valeurs de  $n$  égales à  $\sim 12$  pour la ligne II et  $\sim 4$  pour la ligne III (voir §.II.4.1.3).

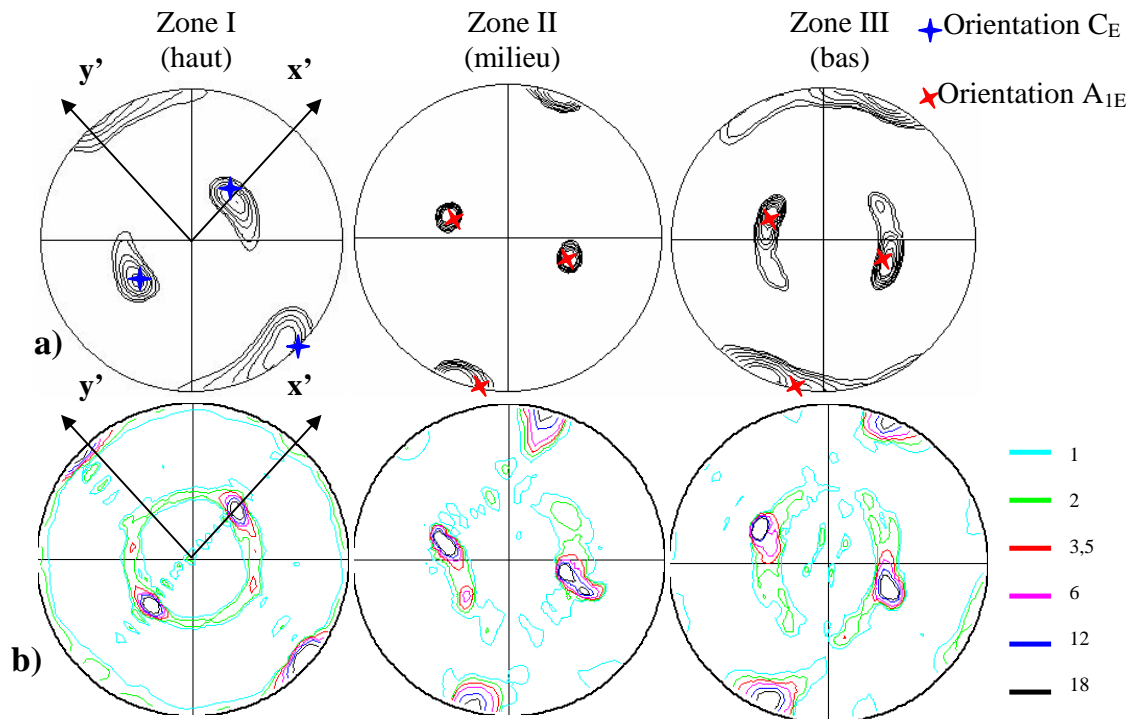
Dans les sections suivantes seront présentés les résultats des analyses EBSD ([figure V.1.a](#)) ainsi que leur interprétation en utilisant l'information existante dans la littérature concernant le comportement, d'un métal déformé par ECAE.

## V.2. Conformité avec la texture finale.

Les résultats des mesures locales de texture (représentés par les figures de pôles (100)) obtenus par EBSD dans les positions I.6, II.9 et III.7 sur les trois lignes d'écoulement sont comparés dans la [figure V.2](#) avec les résultats de texture locale obtenus par diffraction des rayons X dans les zones correspondantes sur la coupe transverse de l'échantillon B.

Les textures locales observées par les deux techniques dans les trois zones sont globalement les mêmes ce qui indique que les cartographies EBSD couvrent des aires suffisamment larges pour pouvoir être considérés représentatives.

Pour rappeler les résultats présentés au chapitre précédent (voir [figures IV.16](#) et [IV.18](#) dans la section §.IV.2.1), la texture locale dans la partie supérieure de l'échantillon B était donnée par une composante dominante ayant l'orientation  $C_E$  tandis que dans les parties centrale et inférieure la texture était caractérisée par des composantes dominantes ayant des orientations proches de l'orientation  $A_{1E}$  (voir [Fig.V.2](#)).



**Figure V.2: Figures de pôles (100) obtenues par EBSD dans le plan-DT a) et par diffraction des rayons X sur la coupe transverse b) de l'échantillon B dans les zones I, II et III (iso valeurs pour les résultats obtenus par EBSD 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64).**

### V.3. Ligne d'écoulement correspondant à la zone I.

#### V.3.1. Description des résultats.

La figure V.3 présente les résultats des analyses EBSD faites suivant une ligne d'écoulement caractérisant la partie supérieure (zone I) de l'échantillon B. Les couleurs dans les cartographies EBSD indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard.

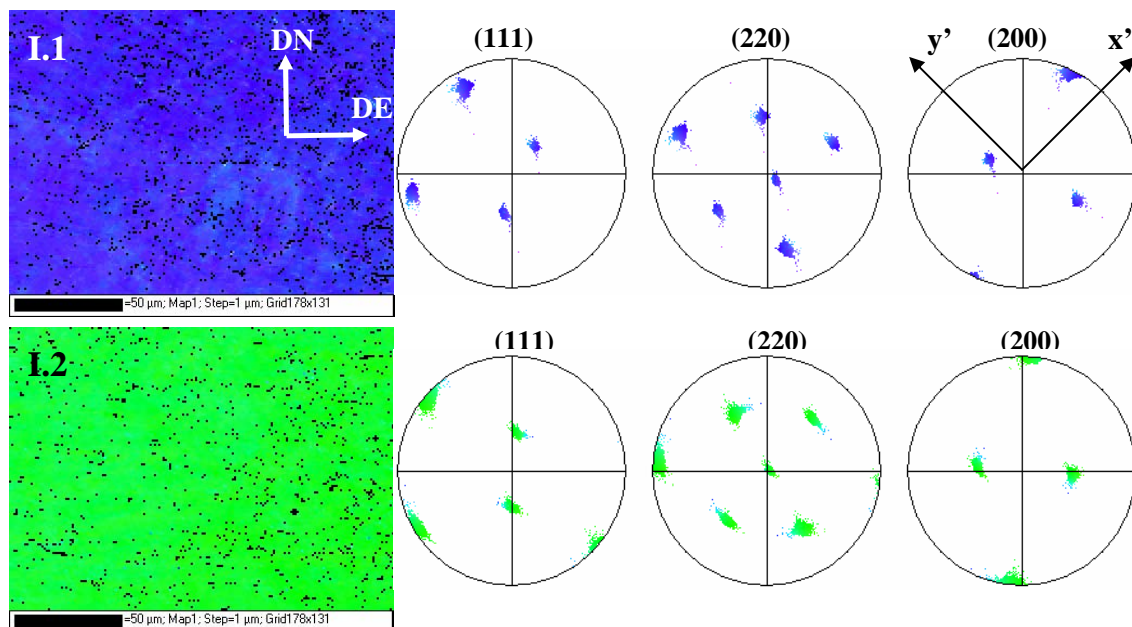
Les figures de pôles caractérisant la texture dans la position I.1 indiquent la présence d'une composante de texture peu dispersée ayant l'orientation initiale. Avec l'avancement suivant la ligne de courant (cartographies obtenues en positions 2 et 3), cette composante commence à tourner autour de DT dans le sens trigonométrique mais sans l'apparition des dispersions en orientation. Ces rotations sont de  $\sim 20^\circ$  entre les positions I.1 et I.2 et de  $\sim 10^\circ$  entre les positions I.2 et I.3.

Une information importante est qu'à partir de la position I.3 la composante de texture commence à se disperser et que cette dispersion s'étale d'avantage avec l'avancement suivant la ligne de courant (voir résultats obtenus aux positions I.4, I.5 et I.6 – Fig.V.3). Cependant, cette dispersion reste une composante de texture de faible intensité par rapport à la composante majoritaire. Les résultats des analyses EBSD faites aux positions I.4, I.5 et I.6 montrent que la rotation dans le sens trigonométrique autour de DT de la composante majoritaire de texture continue après le passage dans le PTC vers l'orientation idéale  $C_E$  observée dans la position I.6 ainsi que dans la mesure locale de texture faite par DRX dans la zone I de l'échantillon B (Fig.V.2.b)).

#### V.3.2. Interprétation des résultats.

##### V.3.2.1. Rotation assez homogène avant le PTC.

La modification de la texture observée dans les résultats obtenus aux positions I.1, I.2 et I.3 est une information très importante car elle indique le fait que l'échantillon est soumis à une déformation bien avant le passage dans le plan théorique de cisaillement.



**Figure V.3: Cartographies d'orientation et les figures de pôles correspondantes mesurées aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la partie supérieure de l'échantillon**



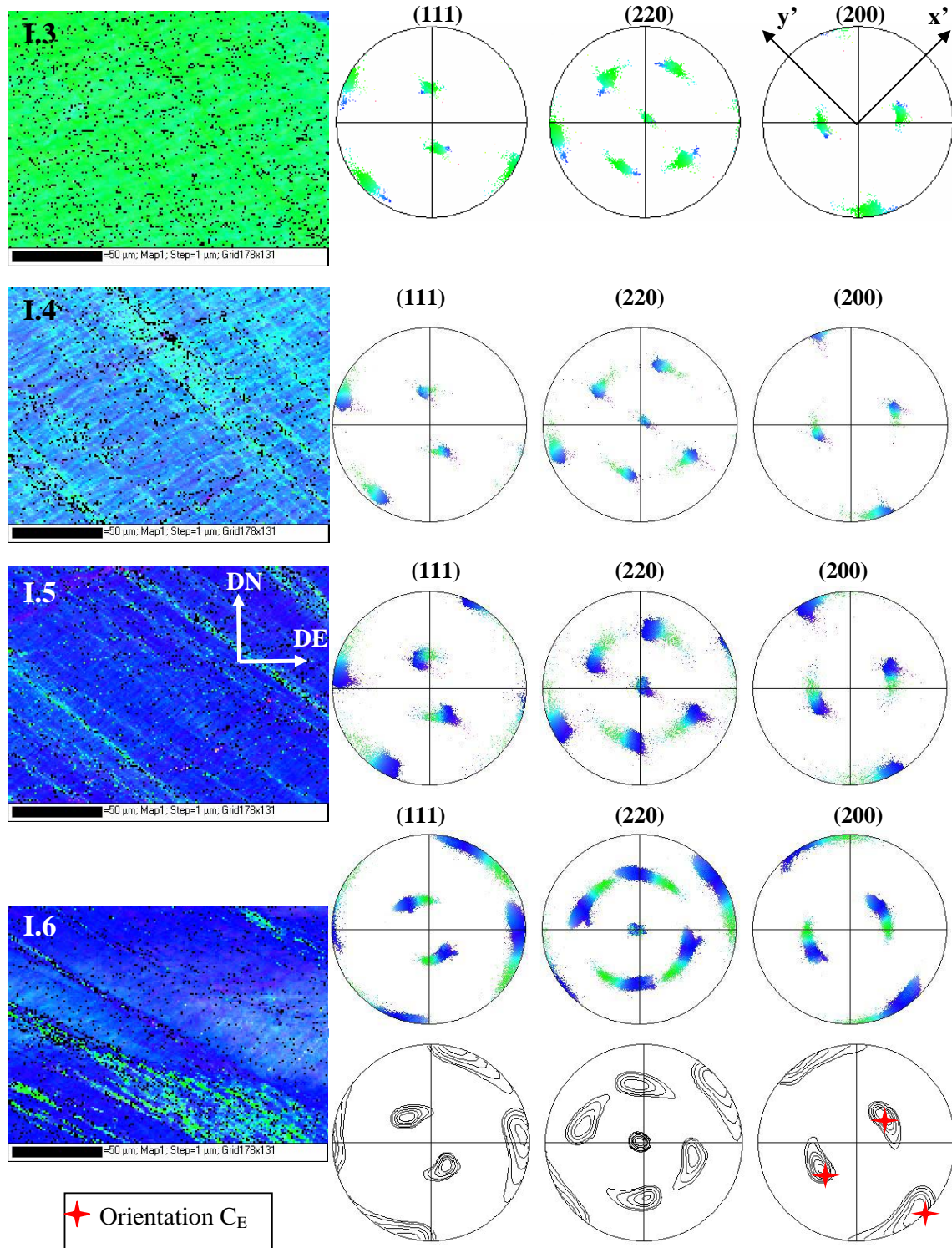
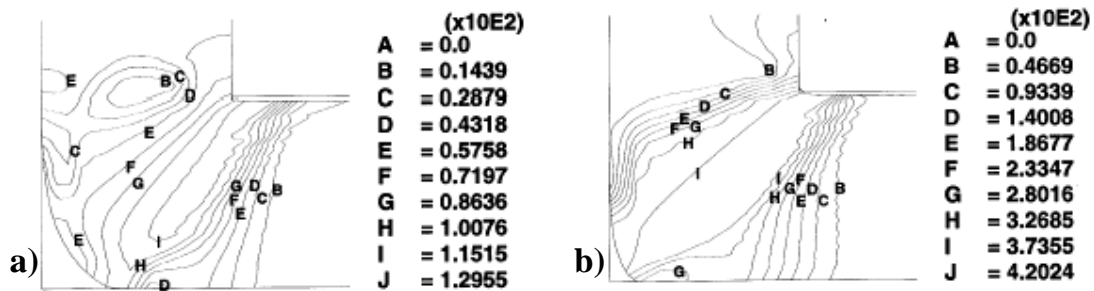


Figure V.3 (suite): Cartographies d'orientation et les figures de pôles correspondantes mesurées aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la partie supérieure de l'échantillon B; les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).

Dans la littérature il n'y a pas eu jusqu'à présent d'études expérimentales rapportant ce type de résultats. Par contre, il existe beaucoup d'articles scientifiques qui présentent des résultats obtenus par simulations numériques (éléments finis) et qui traitent de la distribution et du taux de déformation dans la zone d'intersection des deux canaux [Semiatin00, Segal03, Li04, Chung04, Zaïri06, Son06, Kim06, etc.]. Il est difficile de tirer des conclusions généralement acceptées sur l'ensemble des études car en fonction des différents paramètres du procédé introduits dans les modèles, les résultats obtenus ont été différents en ce qui concerne l'homogénéité de la déformation imposée. Une idée plus ou moins généralement acceptée est que dans le cas d'un coude à  $\Phi=90^\circ$  et  $\Psi=0^\circ$  une déformation assez homogène par cisaillement sera imposée dans le voisinage du PTC si le frottement avec la paroi du bas du coude est négligé [Semiatin00, Segal03, Li04, etc.]. Dans le cas plus réel quand le frottement avec la paroi a été pris en compte, les résultats des simulations ont montré que la zone de déformation s'élargit et prends la forme d'un éventail [Segal03, Li04, etc.].

Quand d'autres paramètres sont pris en compte comme l'écroutissage [Kim00, Li04], dans un coude à  $\Phi=90^\circ$  et  $\Psi=0^\circ$  un métal susceptible de s'écrourir forme une zone morte dans le coin extérieur du coude (voir §.I.4.3.1). La formation de cette zone morte est importante car elle joue le rôle d'un arrondissement de l'angle de courbure ou autrement dit un coude à  $\Psi=0^\circ$  peut se comporter comme ayant l'angle  $\Psi \neq 0^\circ$ . Des simulations numériques par éléments finis ont montré qu'un angle  $\Psi \neq 0^\circ$  aura une grande influence sur l'homogénéité de la distribution de la déformation et par conséquent sur la taille de la zone de déformation [Kim00, Li04, Zaïri06, Kim06, Son06]. La figure V.4 présente un exemple d'influence de la capacité d'écroutissage d'un métal sur la formation de la zone morte et par conséquent sur l'homogénéité de la distribution de la déformation [Kim00].



**Figure V.4: Exemple de distribution effective (von Mises) de la déformation: a) d'un matériau à forte capacité d'écroutissage (1100Al) et b) d'un matériau plastiquement quasi-parfait (6061AIT6) [Kim00]**

Il en résulte, donc, que dans notre cas d'un échantillon en nickel monocristallin à forte capacité d'écroutissage, le frottement avec la paroi du bas du coude et la possible formation d'une zone morte ( $\Psi \neq 0^\circ$ ) pourraient être responsables de l'élargissement de la zone de déformation de telle façon que la déformation soit commencée bien avant le passage dans le PTC. Ceci explique l'évolution texturale observée avant le PTC dans les résultats expérimentaux aux positions I.2 et I.3 par rapport à l'orientation initiale.

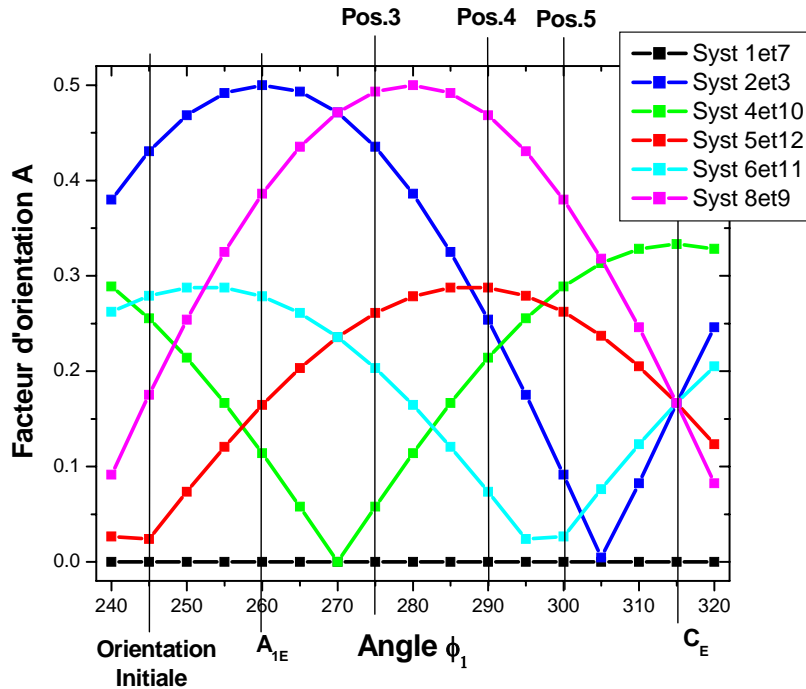
### V.3.2.2. Apparition d'une dispersion en orientation au passage dans le PTC.

Les résultats des analyses EBSD faites aux positions I.4, I.5 et I.6 ont montré l'apparition d'une dispersion importante en orientation autour de DT au cours du passage dans la zone de déformation qui se trouve dans le voisinage du PTC. Pour étudier l'origine de cette dispersion des calculs ont été faits pour déterminer l'activité des systèmes de glissement dans cette zone.

Malheureusement, dans les articles présentant les résultats des simulations numériques par éléments finis il n'existe pas d'information ni sur le type de déformation ni sur les chemins de

déformation imposés au métal extrudé par ECAE, mais seulement sur la distribution du taux de déformation équivalente dans la zone d'intersection des deux canaux. En conséquence, une déformation par cisaillement simple imposée dans le PTC a été utilisée pour les calculs du facteur d'orientation "A" (voir Annexe I). Dans l'interprétation, ces résultats ont été considérés comme une estimation des valeurs réelles car ils représentent le cas idéal d'une déformation par cisaillement simple imposée dans le PTC et pas dans une zone étroite de déformation comme c'est le cas en réalité.

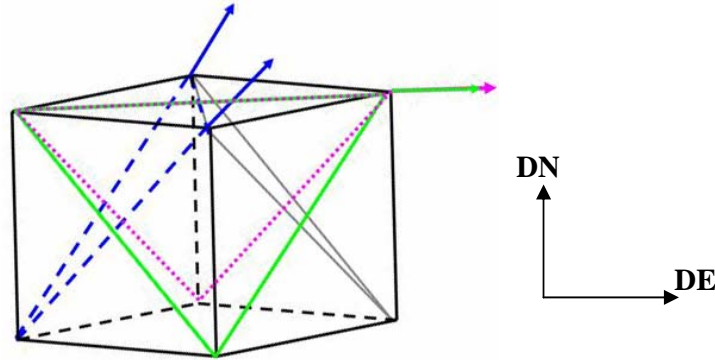
Les calculs d'évolution du facteur d'orientation des systèmes de glissement (voir figure V.5) pour une déformation par cisaillement simple imposée dans le PTC, indiquent pour les orientations observées aux positions I.1 et I.2, l'existence de deux systèmes de glissement ayant des grands coefficients d'orientation.. Ces deux systèmes formés par le plan  $(11\bar{1})$  (en bleu dans la figure V.6) avec les directions  $[101]$  et  $[1\bar{1}0]$  (systèmes 2 et 3 dans l'Annexe I et Fig.V.5) sont "coplanaires" et sont responsables pour la déformation plus ou moins homogène observée suivant la ligne I d'écoulement à partir de la position I.1 jusqu'à la position I.3.



**Figure V.5: Evolution du facteur d'orientation des systèmes de glissement  $\{111\}\langle 110\rangle$  avec la variation de l'angle  $\phi_1$  et à  $\Phi$  et  $\phi_2$  constants.**

D'après les résultats des analyses EBSD la dispersion en orientation observée aux positions I.3, I.4, I.5 et I.6 est reliée à la formation des hétérogénéités de déformation. Ces hétérogénéités sont des bandes parallèles colorées en vert dans les cartographies d'orientation mesurées aux positions I.4, I.5 et I.6 et présentées dans la figure V.3. Dans les figures de pôles correspondantes à ces trois cartographies on observe que l'orientation des hétérogénéités reste presque la même dans les trois positions (orientation observée dans la position I.3) tandis que la composante de texture représentant le reste du matériau continue à tourner autour de DT (sens trigonométrique) vers l'orientation  $C_E$ . Les résultats présentés dans la figure V.5 indiquent, pour les systèmes 2 et 3, un maximum de la valeur du facteur d'orientation quand l'échantillon atteint l'orientation  $A_{1E}$  suivi d'une diminution assez importante avec l'avancement de la rotation autour de DT (dans le sens trigonométrique). Cette diminution du facteur d'orientation des systèmes 2 et 3 avec l'augmentation

des facteurs d'orientation d'autres systèmes de glissement (systèmes 8 et 9) font que dans le voisinage de la position I.3, l'échantillon a une orientation favorable à l'activation d'autres systèmes de glissement. Il est donc possible qu'à partir de la position I.3 le glissement suivant les systèmes 2 et 3 soit arrêté ou diminué et que la déformation soit continuée suivant d'autres systèmes de glissement. On peut donc attribuer l'apparition des hétérogénéités de déformation et des dispersions en orientation correspondantes (observées aux positions I.3, I.4, I.5 et I.6) à ce changement dans l'activité des systèmes de glissement induit par l'évolution de la texture cristallographique au cours de la déformation.



**Figure V.6: Représentation schématique des plans {111} d'une structure CFC ayant l'orientation observée dans la position 3 et les directions qui forment les systèmes actifs.**

En conclusion, la variation de la texture avec la déformation, l'instabilité donnée par les variations locales de la distribution et de l'intensité du cisaillement (voir Fig.V.4.a) ainsi que la variation de l'orientation locale du monocristal, sont des paramètres qui pourraient avoir une influence sur l'activité des systèmes de glissement et par conséquent sur la formation des hétérogénéités de déformation vues aux positions I.3, I.4, I.5 et I.6, hétérogénéités qui donnent la dispersion en orientation autour de DT par rapport à la composante dominante de texture.

## V.4. Ligne d'écoulement correspondant à la zone II.

### V.4.1. Description des résultats.

Dans la figure V.7 sont présentés les résultats des analyses EBSD faites aux différents endroits suivant une ligne d'écoulement (ligne II) caractérisant la partie centrale de l'échantillon ou la zone II (voir le schéma présenté dans Fig.V.1.a) pour la position approximative où chaque cartographie d'orientation a été mesurée). Les résultats obtenus par EBSD aux positions II.1, II.2 et II.3 présentent le même type de rotation autour de DT (sens trigonométrique) que celle présentée dans la section précédente (§V.3.1) mais beaucoup moins importante (maximum 10° au lieu de ~30° dans le cas précédent). Ainsi, l'orientation initiale observée dans la position II.1 tourne autour de DT dans le sens trigonométrique au fur et à mesure qu'on avance sur la ligne d'écoulement dans le sens de sortie du coude. Cette rotation se fait de façon assez homogène car les figures de pôles correspondant aux positions II.1, II.2 et II.3 présentent peu de dispersions en orientation. La faible dispersion en orientation se traduit par une déformation assez homogène imposée à l'échantillon avant le passage dans la proximité du PTC.

Les résultats obtenus dans la position II.4 montrent une continuité dans la rotation autour de DT ainsi que l'apparition d'une dispersion en orientation (~10°) indiquant l'existence de certaines hétérogénéités dans la microstructure. Ces hétérogénéités qui sont la signature d'une instabilité dans la déformation plastique apparaissent à l'entrée dans la zone de déformation se trouvant dans le voisinage du PTC (voir positionnement des mesures II.4 et II.5 dans la Fig.V.1.a)).

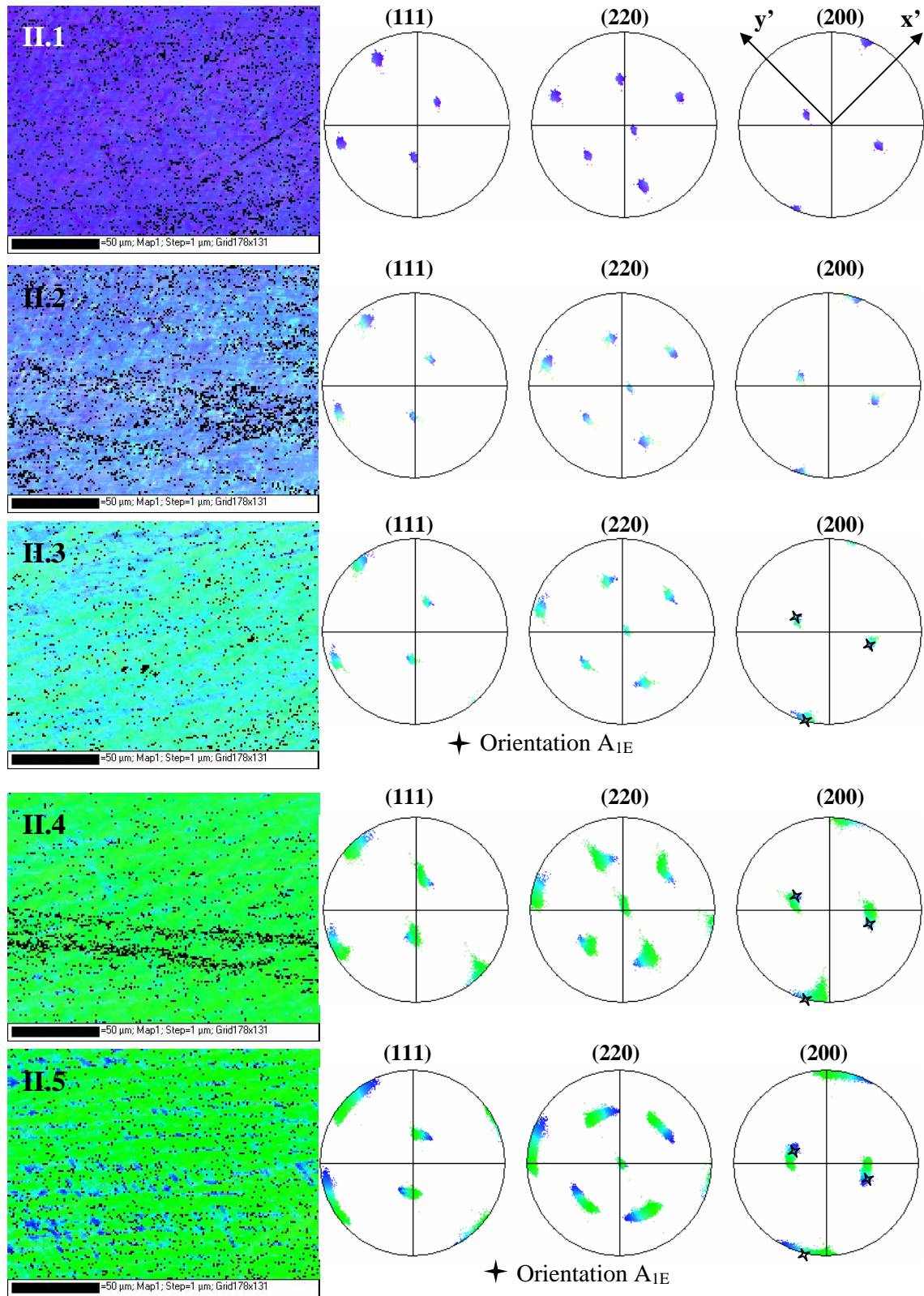


Figure V.7: Résultats des analyses EBSD faites aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la partie centrale de l'échantillon

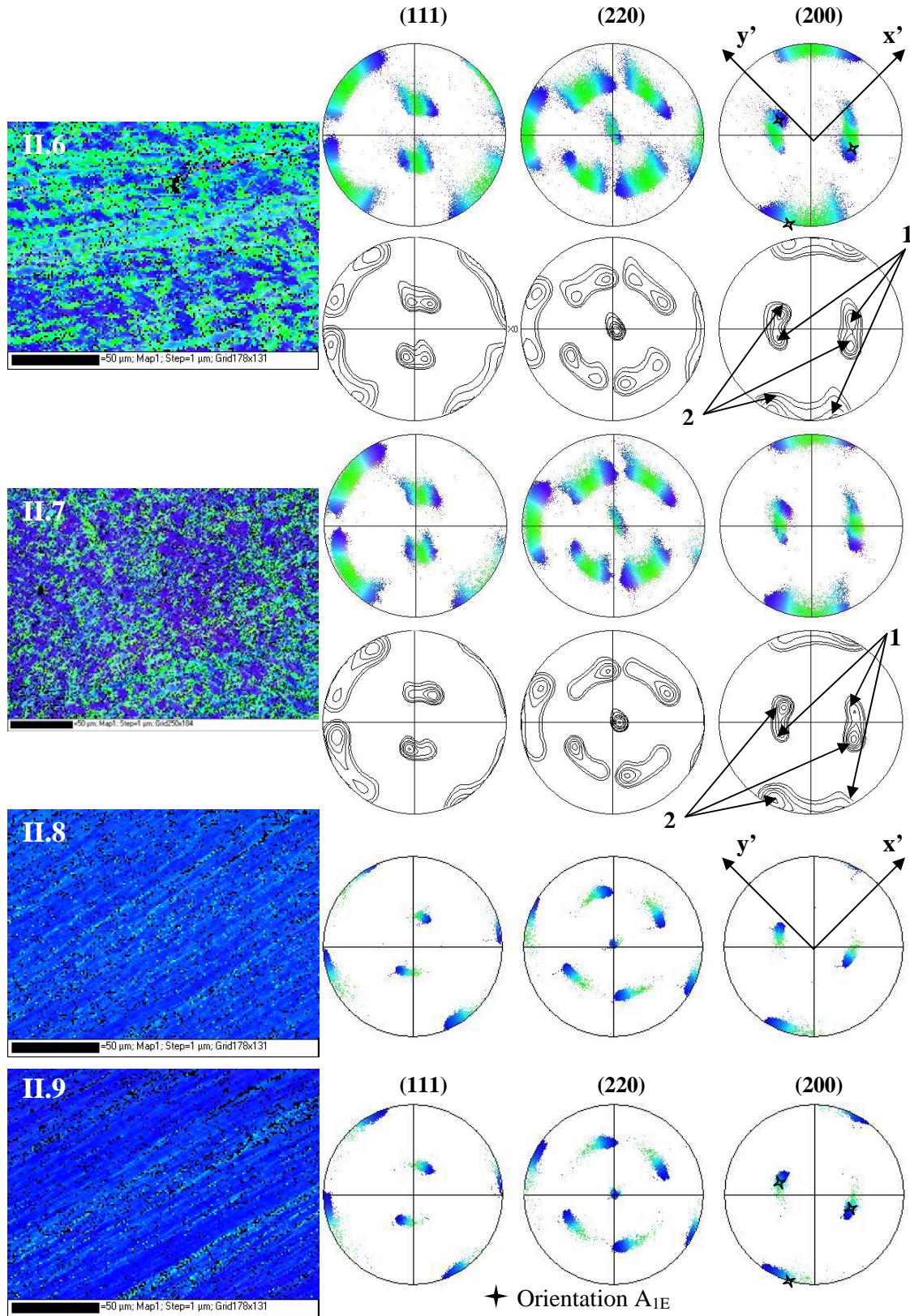


Figure V.7 (suite): Résultats des analyses EBSD faites aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la partie centrale de l'échantillon

La fraction volumique de ces hétérogénéités augmente avec l'avancement sur la ligne d'écoulement et à partir de la position II.5 une division en deux composantes de texture devient bien visible.

Au passage dans la position II.6 les fractions volumiques des deux composantes de texture deviennent presque égales (voir les figures de pôles de la [figure V.7](#) – position II.6) tandis que dans la position II.7, la composante de texture "2" devient majoritaire au détriment de la composante "1" qui diminue en intensité pour éventuellement disparaître dans les cartographies obtenues aux positions II.8 et II.9.

Pour récapituler les résultats obtenus sur cette ligne d'écoulement, on peut dire que l'orientation initiale commence à tourner dans le sens trigonométrique autour de DT avant le passage dans la zone de déformation qui se trouve dans le voisinage du PTC. Cette rotation continue à l'entrée et au cours du passage dans cette zone de déformation mais avec l'apparition d'une dispersion en orientation qui finalement amène à la formation de deux composantes de texture. La rotation vers l'orientation  $C_E$  (sens trigonométrique) s'arrête à un moment donné pour changer de sens et tourner autour du même axe (DT) vers l'orientation  $A_{IE}$ .

#### V.4.2. Interprétation des résultats.

Les résultats obtenus aux positions II.1, II.2 et II.3 suivant la ligne d'écoulement II montrent un comportement identique à celui présenté par les résultats observés aux positions I.1, I.2 et I.3 indiquant que les deux zones ont été soumises à des modes de déformation semblables. La rotation plus importante autour de DT observée dans le premier cas (ligne I) est très probablement l'effet de la variation en intensité du taux de déformation équivalente qui est beaucoup plus grand dans le voisinage de la paroi du coude par rapport à la partie centrale (voir [Fig.V.4.a](#)) [Toth04, Beyerlein05, Kim00, etc.].

L'évolution de la texture observée entre les positions II.4 - II.9 est assez différente par rapport à l'évolution observée suivant la ligne I entre les positions I.4 – I.6. Cette différence d'évolution est responsable pour la formation, dans les deux zones (II et I), de deux composantes de texture finale différentes:  $A_{IE}$  et respectivement  $C_E$ .

Ce n'est pas simple d'identifier et de comprendre les phénomènes ou les causes qui ont amené à la formation des deux composantes assez différentes suivant les deux lignes d'écoulement ( $\sim 60^\circ$  de rotation autour de DT entre les deux composantes). Par contre, les résultats présentés dans cette section amènent une information très importante et exempte d'ambiguïté: l'orientation  $A_{IE}$  n'est pas exactement ce qu'on entend par une orientation stable ou idéale car les résultats montrent plutôt un comportement instable du matériau dans la proximité de cette orientation.

Une première cause qui pourrait influencer l'évolution différente de la texture sur la ligne II par rapport à la ligne I est la variation de la distribution et de l'intensité du cisaillement sur la hauteur de l'échantillon, variation qui transforme le mode de déformation du cisaillement simple (en haut) vers un mode de déformation par cisaillement complexe (au centre du barreau) (§IV.3.2).

Cette différence d'évolution entre les deux zones peut avoir aussi des origines cristallines qui pourraient aussi modifier l'activité des systèmes de glissement dans les deux zones. Il est bien connu le fait que la plus grande partie de la déformation est imposée dans le voisinage du PTC [Semiatin00, Kim00, Li04, etc.] et d'après les résultats présentés dans ce chapitre à l'entrée dans cette zone l'échantillon avait dans la position I.3 une orientation tournée de  $20^\circ$  autour de DT par rapport à l'orientation observée dans la position II.4. Cette différence en "orientation initiale" (les positions I.3 et II.4 se trouvent juste avant le PTC) causée par le procédé a eu sûrement une influence importante sur l'activité des systèmes de glissement et qui ajoutée à la variation de la distribution et de l'intensité du cisaillement constitue un paramètre très important à être considéré dans l'étude de l'hétérogénéité de la déformation le long de la DN.

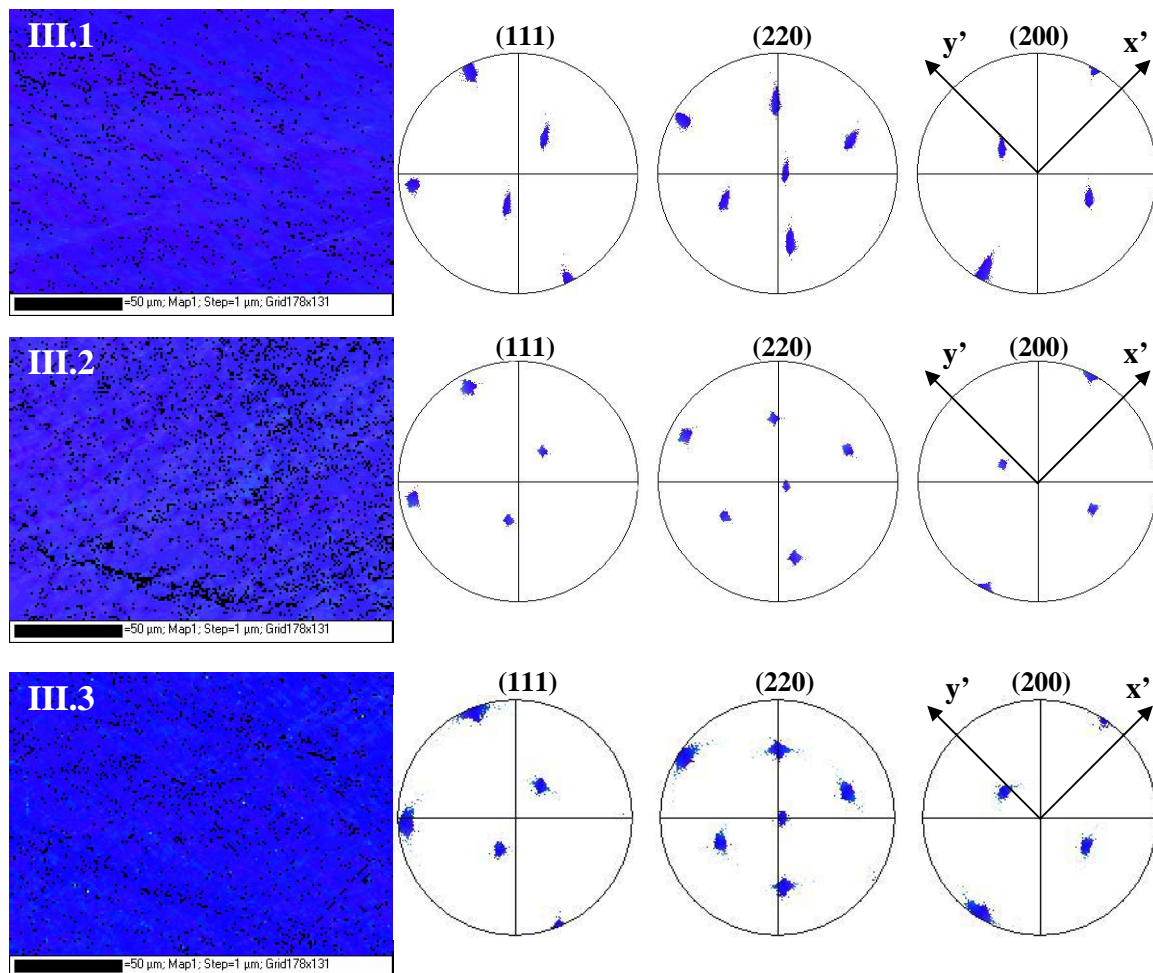
## V.5. Ligne d'écoulement correspondant à la zone III.

### V.5.1. Description des résultats.

La même procédure que dans les deux sections précédentes a été utilisée pour étudier l'évolution de la texture le long d'une ligne d'écoulement (ligne III) caractérisant la partie inférieure (zone III) de l'échantillon B. La figure V.8 présente les résultats des analyses EBSD faites comme décrit dans le schéma présenté dans la figure V.1.a).

Dans la position III.1 les résultats montrent le monocristal avec l'orientation initiale faiblement dispersée probablement par l'influence du piston car cette mesure a été faite dans la proximité de la surface en contact avec le piston (voir Fig.V.1.a) pour le positionnement approximatif). Cette dispersion en orientation disparaît dans la position III.2 où on observe le monocristal initial avec une très faible dispersion en orientation.

C'est seulement à partir de la position III.3 que les résultats montrent un changement par rapport à l'orientation initiale. Les figures de pôles montrent une orientation faiblement tournée autour de DT ( $\sim 5^\circ$ ) dans le sens trigonométrique inverse ainsi qu'une dispersion plus importante par rapport aux résultats observés dans la position III.2.



**Figure V.8 : Cartographies d'orientation et les figures de pôles correspondantes mesurées aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la zone III de l'échantillon B.**



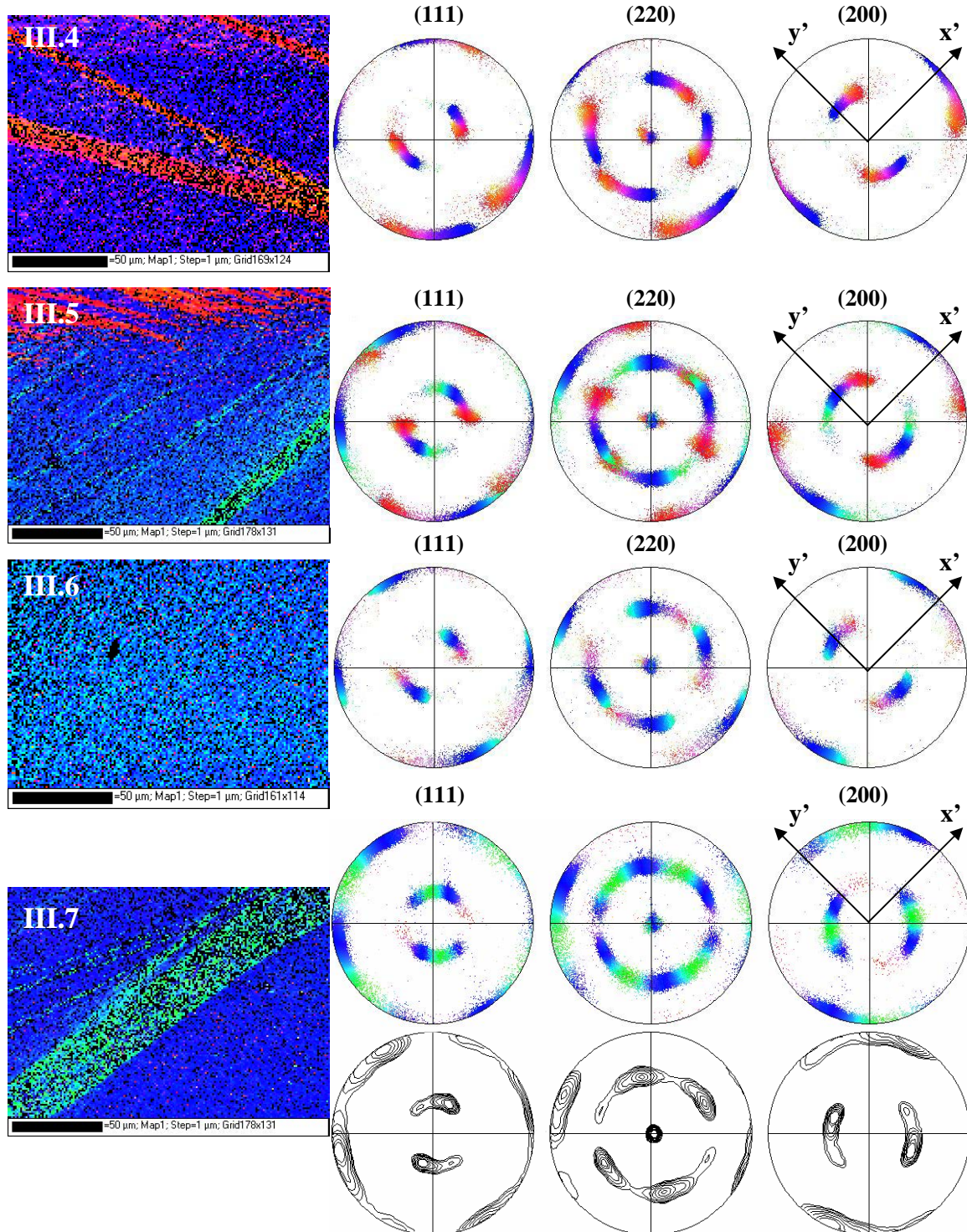


Figure V.8 (suite): Cartographies d'orientation et les figures de pôles correspondantes mesurées aux différents endroits sur une ligne de courant caractérisant la zone II de l'échantillon B.

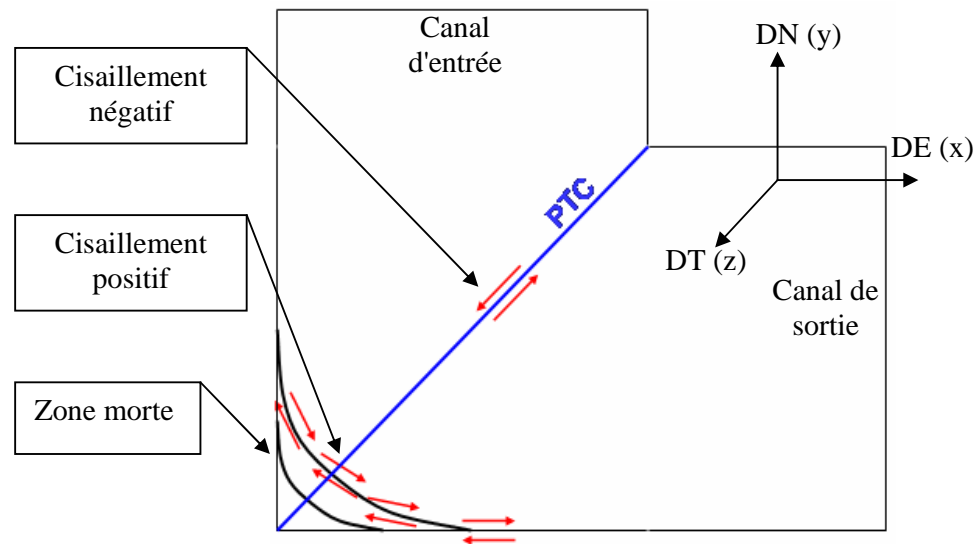
Les résultats obtenus dans la position III.4 indiquent la continuation de cette rotation autour de DT (sens trigonométrique inverse) ainsi que la présence des hétérogénéités de déformation (en rouge) qui sont responsables de l'apparition d'une dispersion en orientation importante ( $\sim 45^\circ$ ) autour de la DT dans le même sens de rotation – trigonométrique inverse.

Les mesures faites dans les positions suivantes sur la ligne III d'écoulement (positions III.5 et III.6) indiquent la diminution et éventuellement la disparition de la dispersion en orientation observée dans la position III.4 ainsi qu'une faible rotation ( $5-10^\circ$ ) de la composante dominante de texture vers l'orientation  $A_{1E}$  (rotation autour de DT dans le sens trigonométrique). La dernière mesure faite sur la ligne III d'écoulement indique l'apparition d'une nouvelle composante de texture à part la composante dominante qui continue la faible rotation observée aux positions III.5 et III.6. Cette nouvelle composante de texture qui apparaît dans la position III.7 est caractérisée par une grande dispersion en orientation autour de DT dans le sens trigonométrique à partir de l'orientation de la composante majoritaire.

### V.5.2. Interprétation des résultats.

#### V.5.2.1. Effet de la zone morte.

Comme présenté dans la section §.V.3, un métal ayant une capacité d'écroutissage importante, comme le nickel monocristallin, peut former une zone morte (Fig.V.9) dans le coin extérieur du coude [Kim00, Li04]. La formation de cette zone aura une influence importante sur l'écoulement plastique du matériau extrudé car elle transformera un coude à  $\Psi=0^\circ$  en un coude à coin extérieur arrondi ( $\Psi \neq 0^\circ$ ). La figure V.9 représente schématiquement une des conséquences de cet arrondissement du coin extérieur du coude qui se traduit par l'intensification des effets de frottement dans son voisinage.



**Figure V.9: Représentation schématique de la zone morte et son influence sur l'écoulement et la déformation plastique dans sa proximité.**

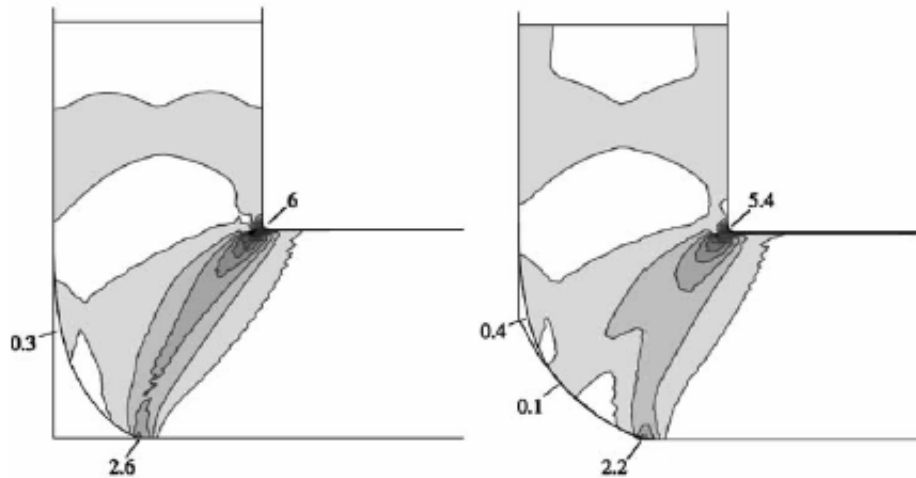
Le frottement impose une déformation par cisaillement dans un plan qui contient DT (voir Fig. V.9) et qui a un sens inverse par rapport au sens du cisaillement imposé dans la zone de déformation entourant le PTC. La position du plan dans lequel ce cisaillement est imposé change, en tournant autour de DT, avec l'avancement sur la ligne d'écoulement (voir Fig.V.9) car ce plan doit être tangent à l'interface entre la zone morte et le reste du matériau qui se déplace. Le changement en

orientation du plan de cisaillement explique le changement en orientation des bandes (hétérogénéités représentées en rouge) observées aux positions III.4 et III.5.

Il est aussi important de préciser que les dispersions en orientation autour de DT données par les hétérogénéités présentes aux positions III.4 et III.5 ont un sens inverse de rotation par rapport au sens de rotation des composantes de texture observées sur la ligne I d'écoulement. Ceci est cohérent avec les signes opposés des cisaillements imposés dans chaque cas (voir Fig.V.9).

#### V.5.2.2.Effet du cisaillement imposé dans la zone de déformation entourant le PTC.

Pour interpréter l'évolution de la texture aux positions III.5, III.6 et III. 7 il faut premièrement récapituler les conditions auxquelles le matériau est soumis dans cette partie du coude ECAE. La figure V.10 présente des résultats de simulations numériques par éléments finis obtenus pour un métal à forte capacité d'écroutissage et pour: a) un angle  $\Psi=0^\circ$  et respectivement b)  $\Psi=45^\circ$  [Li04]. Ces résultats montrent dans les deux cas une courbure de la zone de déformation où le cisaillement est le plus intense par rapport au PTC. De plus, le taux de déformation le plus intense est imposé approximativement dans la même zone ou la mesure III.7 (comparer avec Fig.V.1) a été faite. Ce déplacement de la zone de déformation vers la sortie du coude explique pourquoi, expérimentalement, on observe assez "tard" (position III.7) une évolution de la texture qui ressemble aux évolutions observées sur les lignes d'écoulement I et II (rotation dans le sens trigonométrique).



**Figure V.10: Distribution du taux équivalent de déformation plastique ( $s^{-1}$ ) dans la zone de déformation pour un métal à forte capacité d'écroutissage et pour :  $\Psi=0^\circ$  a) et  $\Psi=45^\circ$  b) [Li04].**

Un des résultats "intrigants" observés au chapitre IV était le fait que la composante majoritaire de texture observée dans la partie inférieure (zone III) de l'échantillon B a une orientation très proche de l'orientation initiale. Le "problème" était finalement de savoir s'il y en a eu une évolution importante de la texture et de la microstructure dans cette partie de l'échantillon pendant l'extrusion.

Après avoir analysé les résultats présentés dans cette section on peut confirmer que la partie inférieure de l'échantillon B a bien été soumise à une déformation plastique complexe et assez importante. Les résultats des analyses EBSD présentés dans la figure V.7 montrent la formation de différentes composantes de texture indiquant une évolution importante de la texture et de la microstructure, même si certaines composantes disparaissent à la fin de la déformation.

La ressemblance entre la texture initiale et celle finale dans cette partie de l'échantillon n'a pas une explication simple, cette évolution étant le résultat des effets conjugués de plusieurs

conditions et paramètres. Ainsi, pour donner une description complète des conditions auxquelles la partie inférieure est soumise, aux effets induits par la zone morte et par le frottement il faut ajouter le fait le cisaillement imposé dans la zone de déformation voisine au PTC est moins intense [Beyerlein05, etc.].

Il est bien connu le fait que l'intensité du cisaillement dans la zone de déformation diminue du haut vers le bas du coude et cette diminution aura bien sûr une influence sur l'évolution de la texture et de la microstructure. Dans un article récent Beyerlein et ses collaborateurs [Beyerlein05] ont analysé l'hétérogénéité de la texture sur la hauteur des échantillons polycristallins en cuivre pur extrudés une passe avec un coude ECAE à section transversale circulaire. Ils ont rapporté une évolution différente de la texture dans la partie inférieure du barreau extrudé et la formation de composantes de texture qui ressemblent à la texture initiale même si ces composantes étaient plus intenses et tournée autour de DT comparées à la texture initiale. Dans cet article les auteurs ont attribué cette évolution différente de la texture aux phénomènes liés à une diminution en intensité du cisaillement, à une rotation de corps rigide assez grande et aux effets induits par le frottement avec la paroi du bas du coude, phénomènes qui sont intensifiés par l'arrondissement du coin extérieur du coude. La diminution du taux de déformation dans la partie inférieure des barreaux extrudé par ECAE a été aussi observée ailleurs dans des simulations numériques par éléments finis [Kim00, Li04, Zairi06, Kim06, etc.].

## **V.6. Conclusions et discussion sur la littérature.**

L'analyse et l'interprétation des résultats obtenus par EBSD aux différents endroits suivant des lignes d'écoulement qui caractérisent différentes zones d'un échantillon déformé par ECAE clarifient beaucoup "d'inconnues" sur l'évolution de la texture et de la microstructure au cours du passage dans la zone d'intersection des deux canaux du coude. Les conclusions suivantes peuvent être tirées après l'étude présentée dans ce chapitre:

1. la zone de déformation où on observé une évolution de la texture ainsi que de la microstructure est très large et commence bien avant le passage dans le PTC. Cette zone s'étend aussi sur une distance assez importante après le passage dans le PTC;
2. l'évolution différente observée entre la partie supérieure et celle centrale d'un barreau extrudé est la conséquence de l'hétérogénéité du procédé ECAE et se traduit par:
  - une variation du taux de déformation équivalente à travers le barreau avant le passage dans le PTC (voir §.V.4.2) qui est responsable du changement de l'orientation initiale de façon inhomogène (e.g. comparaison entre les lignes I et II) et par conséquent d'une évolution différente dans les deux parties de l'échantillon au cours du passage dans la zone de déformation se situant dans le voisinage du PTC;
  - un changement du type de cisaillement du haut vers le bas du barreau; cette variation se fait plutôt continuellement et confirme les résultats présentés aux chapitre IV;
3. les variations locales de la distribution et de l'intensité du cisaillement modifient localement l'activité des systèmes de glissement et sont responsables de l'apparition des hétérogénéités de déformation qui donnent naissance à des faibles fibres partielles dans toutes les zones de l'échantillon; la variation de l'activité des systèmes de glissement est aussi influencée par l'évolution de la texture pendant la déformation;
4. la formation et l'influence de la zone morte dans son voisinage sur l'écoulement plastique et sur le frottement sont des paramètres importants influant sur l'évolution de la texture et de la microstructure dans la partie inférieure de l'échantillon; ces paramètres ajoutés à la diminution de l'intensité du cisaillement imposé dans la zone de déformation voisine au PTC sont

responsables de la formation d'une composante majoritaire de texture ayant une orientation proche de celle initiale.

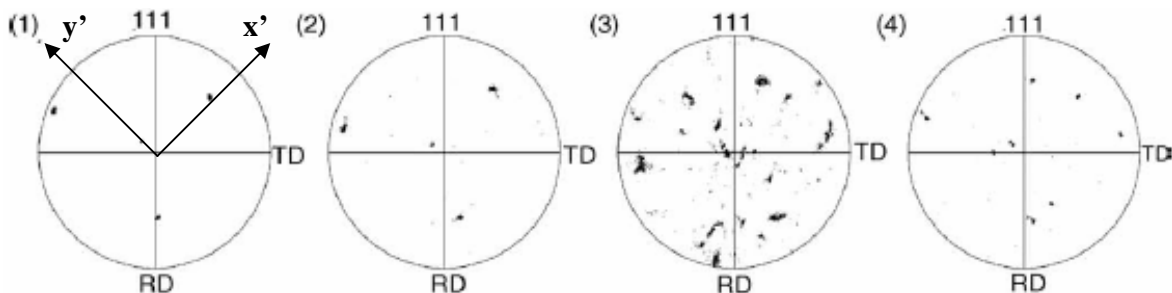
- une des plus importantes conclusions du chapitre V est que la texture et la microstructure évoluent beaucoup dans les zones II et III pendant la l'extrusion ECAE contrairement à ce qu'on pourrait penser en regardant seulement la différence entre la texture initiale et celle finale mesurée sur la coupe transverse (voir §.IV.2.1);

Jusqu'à présent, seulement quelques études ont été faites sur des monocristaux déformés par ECAE et encore moins de ces études ont été consacrées aux échantillons partiellement passés dans le coude ECAE en suivant une procédure qui ressemble à celle utilisée dans l'étude présente.

Dans une de ces études Miyamoto et ses collaborateurs ont étudié l'influence de l'orientation initiale sur l'aspect global de la texture et de la microstructure des monocristaux en cuivre pur après extrusion dans un coude à  $\Phi=90^\circ$  et un angle de courbure  $\Psi=30^\circ$  ayant une section transversale circulaire [Miyamoto05]. Malheureusement, cette étude ne présente pas en détail l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de l'extrusion ECAE dans la zone d'intersection des deux canaux, mais se concentre plutôt sur l'influence de l'orientation initiale sur le comportement global des échantillons pendant la déformation (voir discussion du chapitre précédent §.IV.3.3).

Dans un autre article publié récemment, Furukawa et ses collaborateurs ont rapporté les résultats obtenus sur un monocristal en Al déformé avec un coude à section transversale rectangulaire ayant un angle  $\Phi=90^\circ$  et un angle de courbure  $\Psi=30^\circ$  [Furukawa05]. L'étude présente entre autres les résultats de texture locale (EBSD) obtenus suivant trois lignes imaginaires d'écoulement dans la zone d'intersection des deux canaux du coude. Leurs résultats expérimentaux indiquent une évolution importante de la texture caractérisée par des rotations autour de DT. Ces rotations deviennent plus grandes avec l'avancement du haut vers le bas du barreau extrudé.

Cependant, les conclusions amenées par cette étude ne sont pas convaincantes par leur contenu et par le fait qu'elles ne font que décrire certains résultats. Contrairement aux résultats expérimentaux, une des conclusions dit que "l'orientation initiale est retenue" dans la partie supérieure de l'échantillon après l'extrusion. Même si l'orientation initiale était la seule composante de texture observée dans la partie supérieure de l'échantillon après la déformation, l'utilisation, par Furukawa et ses collaborateurs, du terme "retenue" n'est pas correcte car elle peut être interprétée comme représentant une non évolution de la texture, ce qui n'est pas le cas (voir la figure de pôle (111) de la position 4 dans Fig.V.11 qui représente la texture finale dans la partie supérieure de l'échantillon [Furukawa05]).



**Figure V.11: Figures de pôles (111) représentant l'évolution de la texture dans la partie supérieure d'une échantillon monocristallin déformé par ECAE [Furukawa05]**

Après l'analyse des résultats présentés dans ce chapitre on peut conclure que la présence des composantes de texture ayant des orientations proches de celle initiale, dans certaines zones d'un échantillon déformé par ECAE, n'est pas donnée par une stabilité de ces composantes mais le résultat d'une évolution assez importante et complexe.

**Bibliographie:**

[Arruffat-Massion04]	Thèse de Doctorat, « Modélisation des textures et de l'écrouissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante », Université Paul Verlaine de Metz.
[Beyerlein05]	I.J. Beyerlein, S. Li, C.T. Necker, D.J. Alexander and C.N. Tomé, <i>Philosophical Magazine</i> , vol. 85, No.13, pp. 1359-1394, 2005.
[Chung04]	S.W. Chung, H. Somekawa, T. Kinoshita, W.J. Kim, K. Higashi, <i>Scripta Materialia</i> 50, pag.1079, 2004;
[Canova84]	G.R. Canova, U.F. Kocks, J.J. Jonas, <i>Acta Metallurgica</i> , 32, pag.211, 1984
[Furukawa05]	M. Furukawa, Y. Kawasaki, Y. Miyahara, Z. Horita, T.G. Langdon, <i>Mater Sci Eng</i> , A410–411, 194, 2005;
[Kim01]	H.S. Kim, M.H. Seo, S.I. Hong, <i>Materials Science and Engineering A291</i> , pag.86, 2000;
[Kim06]	J.K. Kim, W.J. Kim, <i>Journal of Materials Processing Technology</i> 176, pag.260, 2006;
[Li04]	S. Li, M.A.M. Bourke, I.J. Beyerlein, D.J. Alexander, B. Clausen, <i>Materials Science and Engineering A382</i> , pag.217, 2004;
[Li04']	S. Li, I.J. Beyerlein, T. Necker, D.J. Alexander, M. Bourke, <i>Acta Materialia</i> 52, pag.4859-4875, 2004;
[Miyamoto05]	H. Miyamoto, J. Fushimi, T. Mimaki, A. Vinogradov, S. Hashimoto, <i>Mater Sci Eng A405</i> , 221, 2005;
[Segal03]	V.M. Segal, <i>Materials Science and Engineering A345</i> , pag.36-46, 2003;
[Semiatin00]	S.L. Semiatin, D.P. Delo, E.B. Shell, <i>Acta Materialia</i> 48, pag.1841, 2000;
[Skrotzki07]	W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C. Oertel, R. Arruffat-Massion, S. Suwas, L.S. Tóth, <i>Acta Materialia</i> , article in press, 2007;
[Son06]	I.H. Son, J.H. Lee, Y.T. Im, <i>Journal of Materials Processing Technology</i> 171, pag.480, 2006;
[Tóth04]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., <i>Acta Materialia</i> , 2004, 52,1885.
[Zaïri06]	F. Zaïri, B. Aour, J.M. Gloaguen, M.N. Abdelaziz, J.M. Lefebvre, <i>Computational Materials Science</i> 38, pag.202, 2006;

## **Ch. VI. Effet de l'orientation initiale sur les mécanismes de déformation à l'échelle microscopique**

Les conclusions des chapitres précédents seront utilisées premièrement pour expliquer les caractéristiques de la microstructure observées sur la coupe transverse de l'échantillon B. Cette discussion sera suivie d'une généralisation des phénomènes liés aux différents stades de la déformation pendant l'extrusion ECAE pour toute orientation initiale.

Les résultats obtenus au MEB et MET seront ensuite utilisés dans une discussion sur l'influence de l'orientation initiale sur les mécanismes de déformation en ECAE. Une courte récapitulation des propositions faites dans ce chapitre sera faite à la fin.

## VI.1.Introduction.

Les conclusions des chapitres précédents indiquent que le procédé ECAE impose différents types de déformation sur la DN. Cette hétérogénéité du mode de déformation est principalement due à la variation de la distribution et de l'intensité du cisaillement ainsi qu'à des effets induits par le frottement avec les parois du coude ECAE.

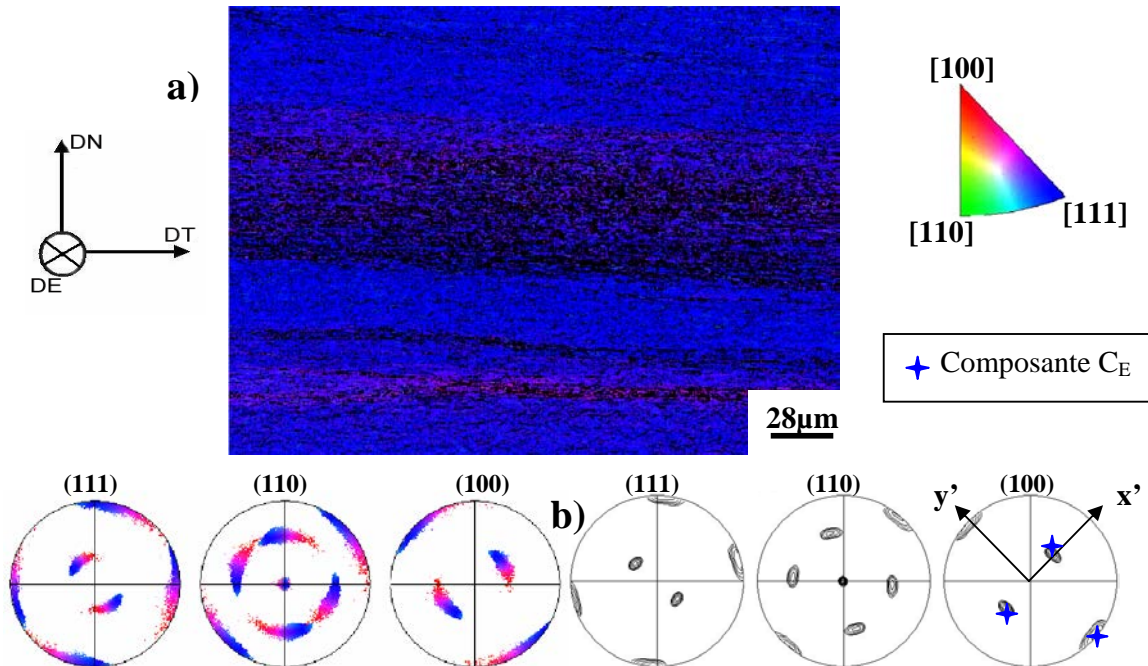
Une autre conclusion importante, qui s'est développée au chapitre V, montrait l'existence de plusieurs étapes de la déformation plastique ayant comme cause principale le changement de l'activité des systèmes de glissement avec l'évolution de l'orientation au cours de la déformation.

Une discussion sera faite dans la suite pour interpréter l'aspect de la microstructure aux différents endroits caractéristiques sur la hauteur de l'échantillon B en prenant en compte les conclusions des chapitres précédents.

## VI.2.Cinétique de la déformation plastique sur l'échantillon B.

### VI.2.1. Partie supérieure (zone I).

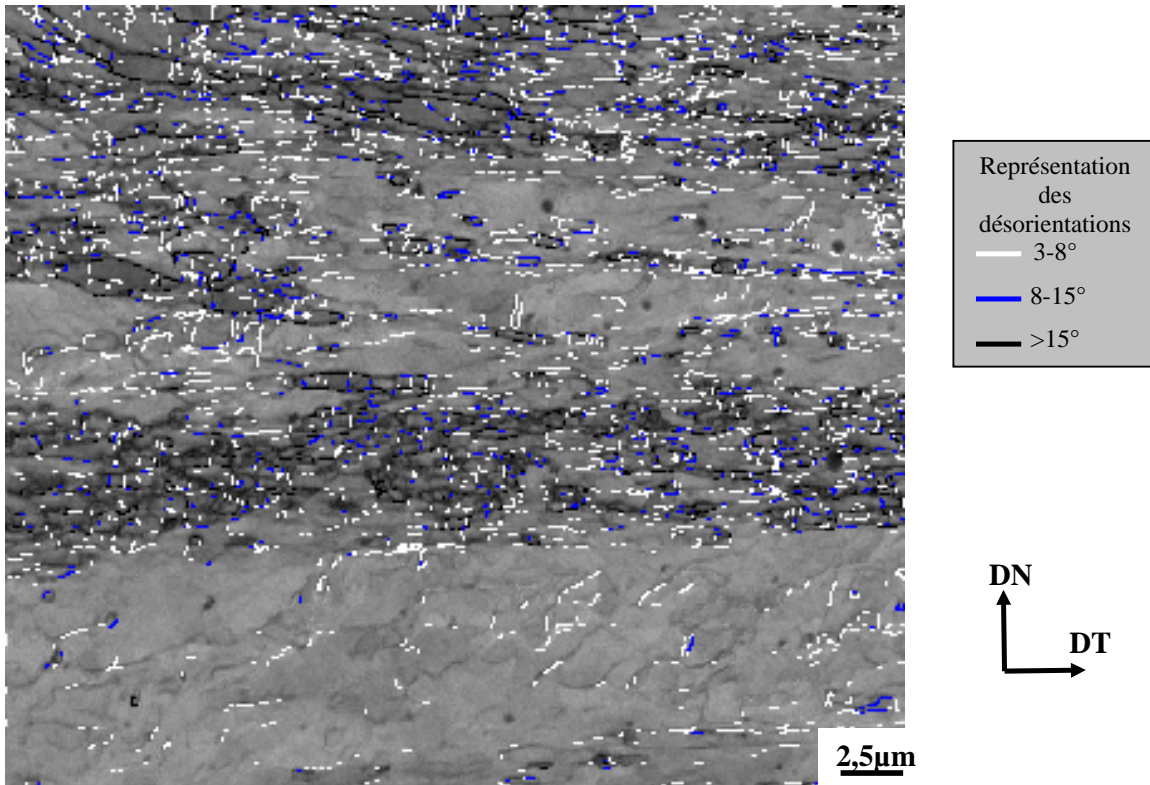
Les résultats des analyses EBSD (faites dans le plan DT) caractérisant la partie supérieure de l'échantillon B (§.V.3.1) ont montré l'existence de deux étapes de la déformation plastique. Dans un premier temps l'évolution de la texture est caractérisée par une rotation homogène autour de DT. Après l'entrée dans la zone qui se trouve dans le voisinage du PTC, une deuxième étape de la déformation commence. Au cours de cette étape, la rotation autour de DT continue vers la formation d'une composante ayant l'orientation  $C_E$  mais on observe aussi l'apparition d'une faible fibre partielle formée par des dispersions en orientation autour de DT par rapport à l'orientation de la composante majoritaire. L'apparition de cette faible composante de texture a été attribuée à la formation des hétérogénéités de déformation, hétérogénéités qui sur la coupe transverse se propagent à travers l'échantillon parallèlement à DT (Fig.VI.1).



**Figure VI.1 : Résultats de l'analyse EBSD faite dans la zone I de l'échantillon B et représentés par la cartographie d'orientations a) et les figures de pôles correspondantes b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).**



La représentation en contraste de bande (indice de qualité des bandes de Kikuchi - voir §.II.3.5.2) d'une analyse EBSD faite à très haute résolution (pas de 50 nm) indique que ces hétérogénéités sont des zones à grande concentration en dislocations qui forment des parois à fortes désorientations par rapport à la désorientation moyenne existante entre les cellules de la matrice (Fig.VI.2). Vu ces idées et la description faite au chapitre I pour les différentes caractéristiques de la microstructure d'un métal qui se déforme par glissement (§.I.3.2.1), on peut conclure que les hétérogénéités (e.g. bandes horizontales dans la Fig.VI.1) formées dans la partie supérieure de l'échantillon B pendant la deuxième étape de la déformation sont des bandes de cisaillement.



**Figure VI.2 : Cartographie des désorientations superposée sur une cartographie en mode qualité des bandes de Kikuchi d'une analyse EBSD faite dans la zone I et indiquant la présence des zones ayant de grandes concentrations en fortes désorientations par rapport à la matrice cellulaire qui les entoure.**

## VI.2.2. Partie centrale (zone II).

### VI.2.2.1. Discussion.

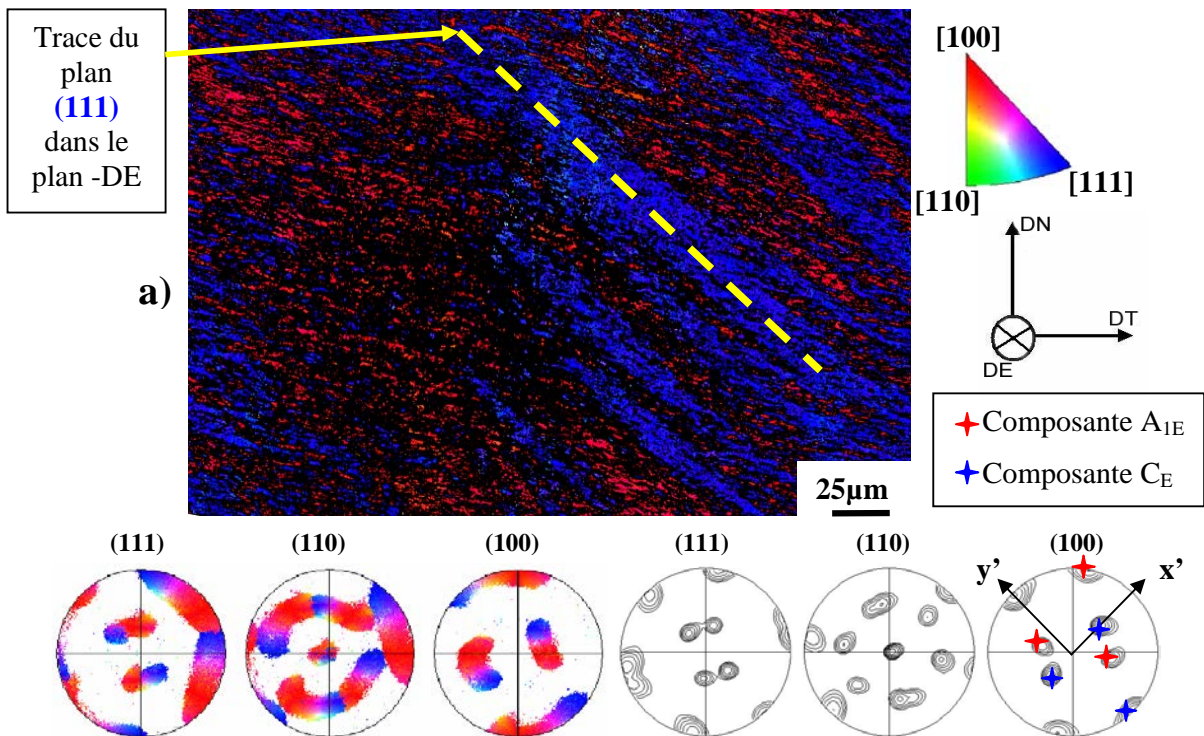
Les résultats ont montré au chapitre précédent l'existence de deux étapes de déformation aussi pour la ligne II d'écoulement caractérisant la partie centrale de l'échantillon B. On a vu que la déformation est assez homogène au cours du premier stade et qu'elle induit une rotation de l'orientation initiale autour de DT dans le sens trigonométrique. Au cours de la deuxième étape on a observé l'apparition d'une dispersion importante en orientation qui va vers la formation de deux composantes de texture ( $C_E$  et  $A_{IE}$ ) en même temps avec l'apparition des hétérogénéités de déformation. L'évolution différente de la texture dans la partie centrale par rapport à la partie supérieure a été attribuée à différents taux de rotation autour de DT au cours de la première étape et à la variation du mode de déformation au cours de la deuxième étape entre les deux zones. En

associant la composante  $C_E$  à la partie supérieure et la composante  $A_{IE}$  à la partie centrale, il a été considéré que le changement du comportement du métal à travers la DN se fait de façon continue car l'intensité d'une des deux composantes est inversement proportionnelle à l'intensité de l'autre composante au passage d'une zone à l'autre (voir §.IV.1.2.2). Cette affirmation est confirmée par les résultats d'une analyse EBSD faite à mi-distance entre les zones I et II sur la coupe transverse (Fig.VI.3) qui présente les deux composantes de texture ayant des intensités équivalentes.

Les résultats présentés dans la figure VI.3 mettent aussi en évidence la concurrence entre les deux modes de déformation présentés au chapitre IV (voir §IV.2.2), un qui est favorable à la continuation de la rotation vers la formation de la composante  $C_E$ , comportement caractéristique à la partie supérieure, et l'autre mode favorisant la formation de la composante  $A_{IE}$  qui présente les caractéristiques de la partie centrale.

**VI.2.2.2. Origine de la composante  $C_E$ .**

Le calcul des traces des plans  $\{111\}$  dans le plan DE indiquent que les hétérogénéités présentes dans la cartographie d'orientations (Fig.VI.3.a) sont parallèles à la trace du plan (111). Les calculs des facteurs d'orientation pour l'orientation  $C_E$  et pour une déformation par cisaillement simple imposée dans le PTC (voir Annexe I) montrent que le système de glissement formé par le plan (111) avec la direction  $[01\bar{1}]$  est un des deux systèmes équivalents ayant le plus grand facteur d'orientation. Si on couple les deux informations données par des résultats de calculs théoriques et respectivement par des résultats de mesures expérimentales on observe une cohérence indiquant que le glissement simple suivant le système présenté avant est responsable de la formation de la composante  $C_E$  dans cette partie de l'échantillon B. Cette information devient très importante si on la généralise pour toute la partie supérieure de l'échantillon B car les résultats obtenus dans la partie supérieure par EBSD ne présentent pas ce lien entre la microstructure et la cristallographie.



**Figure VI.3 : Résultats de l'analyse EBSD faite entre les zones I et II de l'échantillon B: cartographie d'orientations a) et les figures de pôles correspondantes b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).**

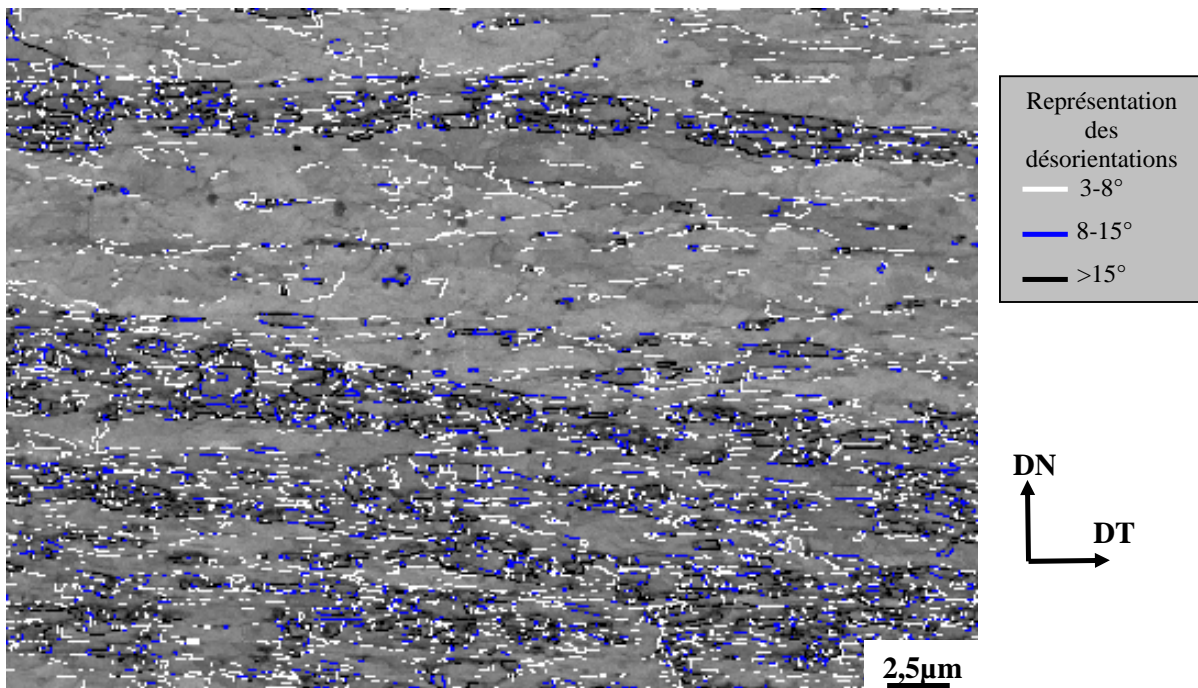
En conclusion, l'analyse EBSD faite a mi-distance entre les zones I et II sur la coupe transverse de l'échantillon B nous a permis entre autres d'identifier les mécanismes de déformation suivis dans la partie supérieure (zone I) ainsi que les détails (au niveau microscopique) des effets du changement du type de déformation le long de DN.

### VI.2.3. Partie inférieure (zone III).

Les résultats présentés aux chapitres précédents indiquent le fait que la partie inférieure de l'échantillon B a été soumise à deux types de déformation pendant deux étapes distinctes.

Ainsi, dans un premier temps le métal a été soumis à une déformation par cisaillement positif dans un plan qui contient DT et qui est tangent à la ligne d'écoulement III. Ce type de sollicitation a été attribué aux effets du frottement avec la paroi du coude et à la formation d'une zone morte dans le coin extérieur du coude ECAE. La sollicitation se traduit, en termes de texture, par l'apparition d'une dispersion importante des orientations autour de DT dans le sens inverse de celui observé dans les zones I et II.

Au cours de la deuxième étape de la déformation cette partie de l'échantillon a été soumise à une déformation par cisaillement négatif imposé dans un plan proche du PTC et il a été montré que ce type de déformation a un effet inverse sur la texture par rapport à l'évolution observée au cours de la première étape. Les sens opposés des cisaillements imposés au cours des deux stades de la déformation ont été considérés comme responsables pour la formation d'une texture finale qui n'est pas très différente de celle initiale. L'influence de l'orientation initiale par rapport à la géométrie du procédé ECAE doit être aussi considérée comme très importante car c'est la position des systèmes de glissement par rapport à la géométrie des deux types de sollicitations qui a permis de "renverser" la texture au cours du deuxième stade.



**Figure VI.4 : Cartographie des désorientations superposée sur une cartographie en mode qualité des bandes de Kikuchi d'une analyse EBSD faite dans la zone III et indiquant la présence des bandes de cisaillement ayant des grande concentrations en fortes désorientations par rapport à la matrice cellulaire qui les entoure.**

En ce qui concerne l'évolution microstructurale dans la partie inférieure de l'échantillon B, les deux types de sollicitation ont créé une structure cellulaire (Fig.VI.4) qui ressemble à celle observée dans la partie supérieure.

Cette structure cellulaire contient des bandes de cisaillement macroscopiques qui traversent l'échantillon parallèlement à DT et qui présentent une grande concentration en fortes désorientations créées par une localisation du cisaillement.

### **VI.3. Cinétique de la déformation plastique sur l'échantillon A.**

#### **VI.3.1. Introduction.**

Vu la similitude des modes de déformation suivis aux différents endroits le long de DN sur les deux échantillons (voir conclusions du chapitre IV), on peut généraliser certaines conclusions du chapitre V pour toute orientation initiale d'un échantillon extrudé par ECAE. Ainsi, on pourra considérer comme règle générale l'existence de plusieurs étapes de déformation dans un échantillon extrudé par ECAE indépendamment de son orientation initiale.

Une première étape de la déformation sera considéré comme ayant lieu avant le passage dans le PTC, suivie par l'apparition d'une ou plusieurs étapes supplémentaires au cours du passage dans la zone se situant dans le voisinage du PTC.

Suite à cette généralisation, une discussion sera faite dans les sections suivantes prenant en compte des résultats d'analyses EBSD faites aux différents endroits sur la coupe transverse de l'échantillon A et des informations existantes dans la littérature.

L'influence de l'orientation initiale sur le changement du comportement pendant la déformation, au cours de chaque étape, sera aussi discutée en comparant les résultats des analyses EBSD correspondantes obtenues sur chaque échantillon.

#### **VI.3.2. Partie supérieure (zone I).**

##### **VI.3.2.1. Etapes I et II – Evolution de la texture.**

On a vu au chapitre précédent que le procédé ECAE impose une déformation par cisaillement qui varie en intensité et distribution sur la hauteur de l'échantillon et qui induit une rotation autour de DT (que cela soit de la rotation donnée par la déformation ou rotation de corps rigide). Cette rotation est induite par la géométrie du procédé qui fait que l'axe DT est toujours contenu dans le plan de cisaillement indépendamment de l'inclinaison du plan (voir Fig.V.9 au chapitre V) et elle est prévue aussi par les simulations numériques faites avec le *modèle à lignes de courant* [Arruffat-Massion04, Tóth04] ou par le *modèle à zone de déformation plastique* (PDZ) [Beyerlein04, Beyerlein05] qui peut être utilisé pour modéliser la distribution du taux de déformation équivalente (§.V.5.2) et aussi pour simuler l'évolution de la texture pendant l'extrusion ECAE.

Un comportement semblable de rotation autour de DT de l'orientation initiale a été révélé par les résultats d'une analyse EBSD (Fig.VI.5) faite dans la partie supérieure de l'échantillon A (voir position dans le schéma attaché). Ces résultats et les résultats des mesures locales de texture par diffraction des rayons X faites dans la partie supérieure de l'échantillon A (§.IV.2.1.1) indiquent le même type de texture ce qui nous permet d'affirmer que l'analyse EBSD couvre une zone suffisamment large pour pouvoir être considérée comme représentative.

Au chapitre précédent il a été montré que pour la partie supérieure de l'échantillon B la rotation autour de DT est une caractéristique de la déformation pendant les deux étapes et que cette rotation est assez homogène au cours de la première étape tandis qu'au cours de la deuxième étape la rotation se fait de façon inhomogène en créant une grande dispersion en orientations.

Appliquée à la partie supérieure de l'échantillon A, cette interprétation de l'évolution en deux étapes de la texture peut expliquer l'allure de la texture locale présentée par la [figure VI.5.b](#)). Ainsi, dans un premier temps on observe la formation d'une composante de texture (composante 1 dans [Fig.VI.5.b](#)) ayant une orientation tournée dans le sens trigonométrique d'approximativement  $35^\circ$  autour de DT suivie d'une deuxième étape de la déformation au cours de laquelle la rotation continue autour d'un axe proche de NPC vers la formation de deux composantes de texture (composantes 2 et 3 dans [Fig.VI.5.b](#)) ayant des orientations proches de l'orientation  $C_E$ .

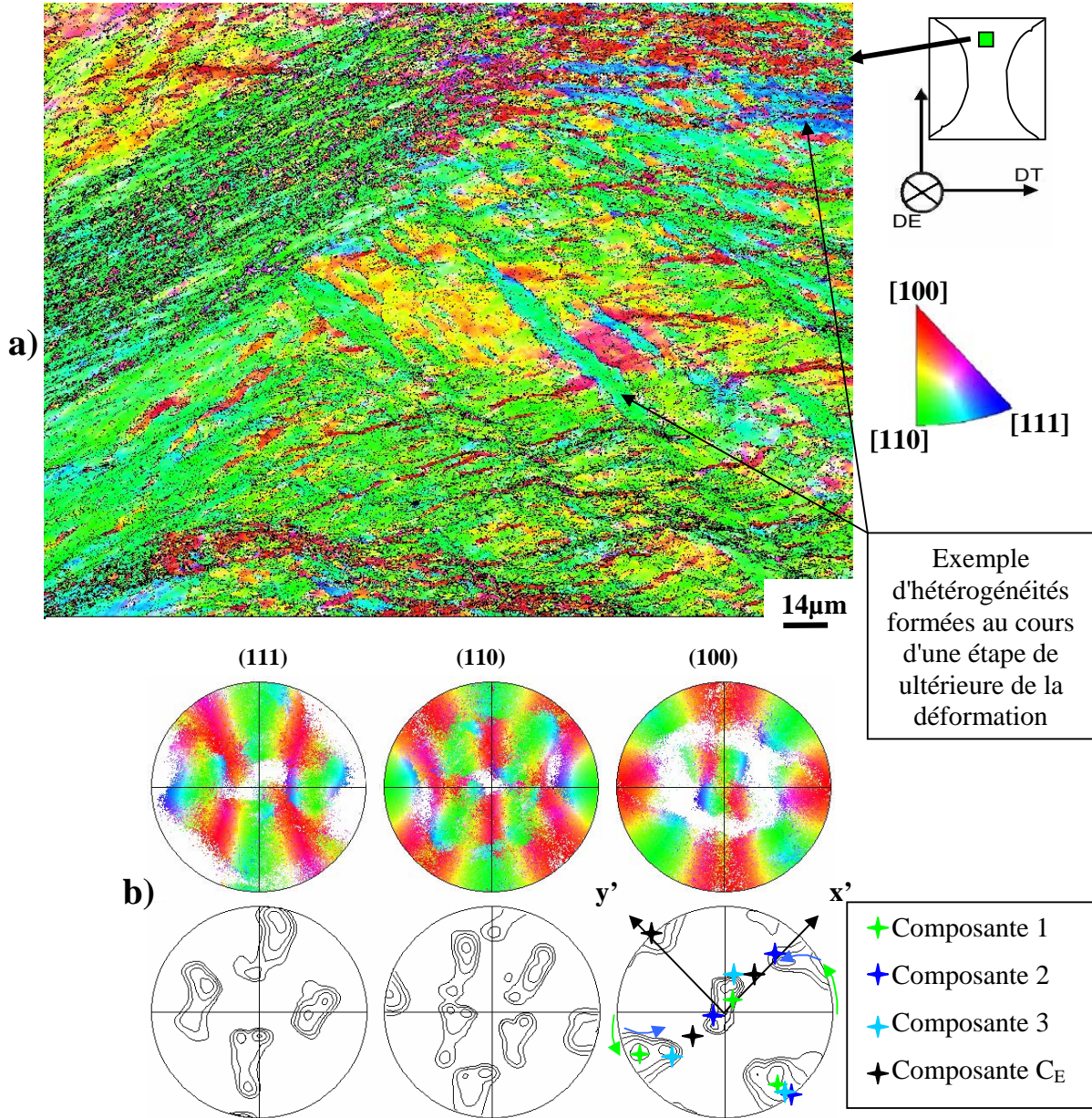


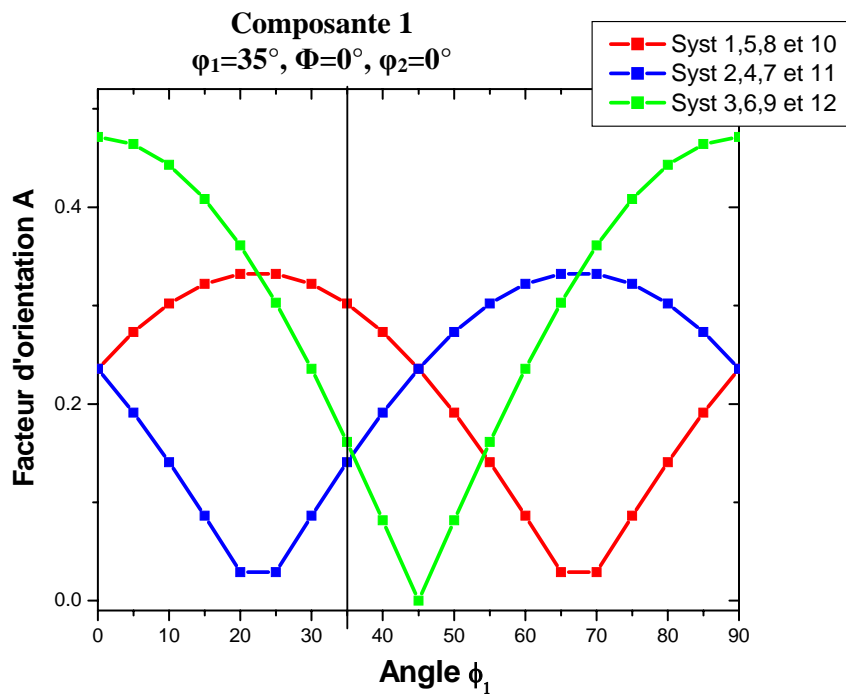
Figure VI.5: Résultats de l'analyse EBSD faite dans la partie inférieure de l'échantillon A cartographie d'orientations a) et les figures de pôles b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).

La composante majoritaire de texture (composante 1) formée au cours de la première partie de la déformation caractérise une matrice colorée en vert et vert-jaunâtre dans la cartographie d'orientations (Fig.VI.5.a).

Les composantes minoritaires de texture 2 et 3, ayant des orientations tournées symétriquement autour d'un axe proche de NPC par rapport à l'orientation de la matrice, correspondent à des hétérogénéités représentées dans la cartographie d'orientations (Fig.VI.5.a) par des bandes colorées en bleu et bleu-verdâtre. L'analyse EBSD montre aussi que ces bandes traversent d'autres hétérogénéités présentes dans la matrice (voir exemple indiqué par des flèches – Fig.V.5) sans subir une modification notable de leur forme. Cette information est importante car elle confirme la présence d'une deuxième étape de la déformation au cours de laquelle des hétérogénéités de déformation apparaissent dans la matrice et forment deux composantes de texture (composantes 2 et 3) ayant des orientations tournées autour d'un axe proche de NPC vers l'orientation  $C_E$  par rapport à l'orientation de la matrice.

**VI.3.2.2. Origine des hétérogénéités.**

Afin d'étudier l'origine de l'apparition de ces hétérogénéités et de comprendre le changement de comportement pour la partie supérieure de l'échantillon A (rotation des composantes autour de plusieurs axes) par rapport au comportement assez simple (rotation autour d'un seul axe – DT) observé dans la partie supérieure de l'échantillon B, des calculs du facteur d'orientation des systèmes de glissement ont été faits (Fig.VI.6). Pour ces calculs on a pris en compte une déformation par cisaillement simple imposée dans le PTC et différentes orientations à  $\varphi_1$  variable et  $\Phi$  et  $\varphi_2$  constants ou autrement dit, différentes orientations obtenues par une rotation autour de DT de l'orientation cube sur face initiale.



**Figure VI.6: Evolution du facteur d'orientation "A" des systèmes de glissement {111}<110> avec la variation de l'angle  $\varphi_1$  et à  $\Phi$  et  $\varphi_2$  constants.**

Les résultats des calculs du facteur d'orientation "A" indiquent l'existence de quatre systèmes de glissement co-directionnels équivalents (systèmes 3, 6, 9 et 12 dans l'annexe I et Fig.VI.6) qui ont

un facteur d'orientation très grand par rapport aux autres systèmes. Le glissement suivant ces quatre systèmes est responsable de l'apparition de la composante 1 de texture ayant une orientation tournée de  $\sim 35^\circ$  autour de DT par rapport à l'orientation initiale dans le sens trigonométrique. Avec l'avancement de la déformation et le changement d'orientation (rotation autour de DT) on observe que la valeur du facteur d'orientation des quatre systèmes diminue et que pour des valeurs supérieures à  $35^\circ$  de  $\varphi_1$  on entre dans un domaine où les autres huit systèmes de glissement ont des facteurs d'orientation plus importants que les systèmes 3, 6, 9 et 12. Il est donc très probable que ces systèmes soient activés, ayant comme conséquence l'apparition d'une deuxième étape de la déformation traduite par la formation des hétérogénéités de déformation et de l'apparition de la dispersion en orientation autour de la NPC (Fig.VI.5).

### VI.3.2.3. Deux orientations différentes – deux comportements différents.

Le deuxième problème à résoudre était de trouver l'origine du comportement différent de l'échantillon A par rapport à l'échantillon B en ce qui concerne l'évolution de la texture dans leur partie supérieure.

Des orientations comme Goss (011)[100] et Laiton (Brass) (011)[21-1] sont considérées comme des orientations stables (en laminage) car leur texture de déformation n'a pas une dispersion plus grande que quelques degrés par rapport à l'orientation initiale même après des taux de déformation importants [Ferry96, Stanford03].

Au contraire, les orientations qui produisent des textures fortement dispersées pendant la déformation à la température ambiante sont considérées comme des orientations instables ou métastables [Mecif97]. Il a été montré par des études théoriques [Dillamore64, Aernoudt70, Akef91, Wert97] que des orientations comme "cube sur face"  $\{001\}\langle 100 \rangle$  ou "cube tourné"  $\{110\}\langle 110 \rangle$  sont des orientations métastables pendant la déformation plastique et que des faibles déviations de l'orientation idéale amèneront à des rotations dans des différentes directions et à la formation de textures ayant des dispersions importantes en orientation [Basson00, Wert97].

Pour le cas de l'échantillon B le fait d'avoir une orientation initiale très proche de l'orientation idéale  $A_{1E}$  ( $10^\circ$  rotation autour de DT) nous permet de considérer cette orientation comme une orientation "stable". Ceci explique l'évolution de la texture vers des composantes dominantes de texture ayant une orientation tournée autour de DT par rapport à l'orientation initiale et de faibles dispersions en orientation.

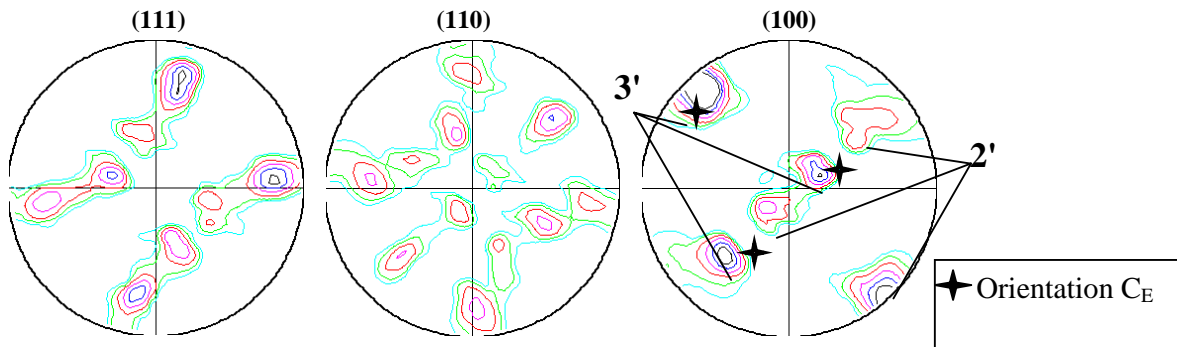
Comme dans la réalité il n'existe pas de monocristaux parfaits et vu l'information sur les orientations métastables il est évident que l'échantillon A ne pouvait pas évoluer que vers une texture de fibre donnée par la formation des hétérogénéités de déformation. En ce qui concerne le l'aspect final de la texture on peut dire que celle-ci est le résultat de la concurrence entre deux phénomènes principaux: une rotation assez homogène autour de DT qui forme la composante 1 contre la métastabilité de cette composante (cube tourné) et la stabilité de l'orientation  $C_E$  vers laquelle les composantes 2 et 3 commencent à tourner à partir de la composante 1.

En conclusion, on peut affirmer que le premier phénomène est privilégié au cours de la première étape de la déformation tandis qu'au cours de l'étape II le changement de l'activité des systèmes de glissement ajouté au dépassement d'un palier de métastabilité de la composante 1 amène au changement d'axe de rotation observé dans les figures de pôles de la [figure VI.5.b](#)) et à la formation des composantes 2 et 3 ayant des orientations qui tournent vers l'orientation  $C_E$ .

### VI.3.3. Partie centrale (zone II).

#### VI.3.3.1 Evolution de la texture.

Une des conclusions du chapitre V indiquait le fait que le changement de texture au passage de la partie supérieure vers la partie centrale se fait progressivement. Les résultats de texture locale mesurés par DRX ont confirmé ce type de comportement aussi pour l'échantillon A car les résultats mesurés au centre de la coupe transverse (Fig.VI.7) montrent deux composantes de texture (2' et 3') qui représentent la continuation de la rotation autour de NPC vers la composante  $C_E$  des deux composantes de texture 2 et 3 observées dans la partie supérieure (Fig.VI.5.b). Cette évolution de la texture est la trace du changement continu du mode de déformation au passage de la zone I vers la zone II de l'échantillon A (voir §.IV.2) et ce changement est responsable de la disparition de la composante 1 de texture observée dans la zone I. Autrement dit, due au changement graduel du type de cisaillement, vers la partie centrale de l'échantillon A la métastabilité de l'orientation initiale tournée autour de DT sera affectée dans les sens que la formation des composantes de texture proches de la composante  $C_E$  sera favorisée au lieu de composantes de texture comme la composante 1 vue dans la partie supérieure de l'échantillon A.



**Figure VI.7: Résultats de la mesure locale de texture obtenus par diffraction des rayons X dans la zone centrale de l'échantillon A (zone II).**

La formation d'une composante de texture ayant une orientation très proche de l'orientation idéale  $C_E$  ainsi que l'existence de plusieurs étapes de déformation ont aussi été révélées par les analyses EBSD faites dans la partie centrale sur la coupe transverse (Fig.VI.8 et Fig.VI.10).

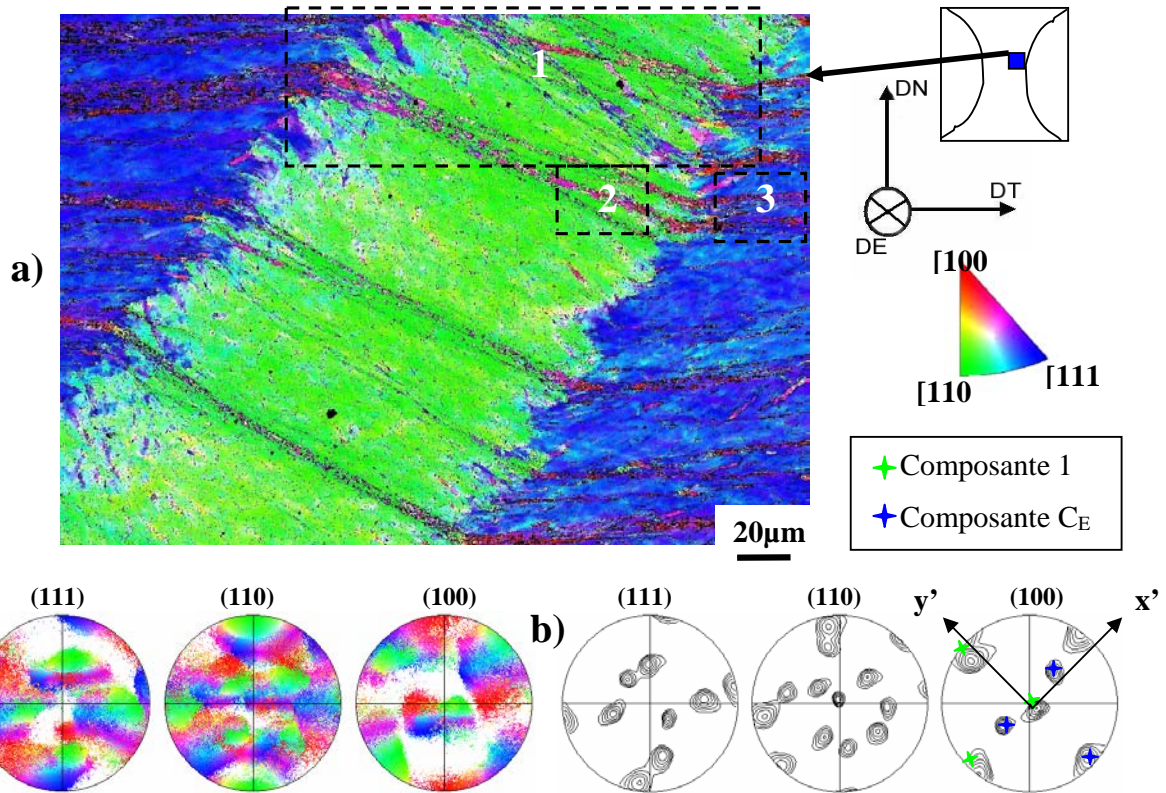
#### VI.3.3.2 Cinétique de la formation des caractéristiques microstructurales.

Après une courte description de la microstructure caractérisant la partie centrale (zone II) de l'échantillon A, une discussion sera faite sur la cinétique de l'apparition des caractéristiques microstructurales révélées par les résultats des analyses EBSD.

On a vu aux chapitres précédents (§.III.1.1) que la partie centrale (zone II) de l'échantillon A est caractérisée par des bandes macroscopiques se propageant sur des millimètres vers le centre de la barre. Le côté droit de la zone II de l'échantillon A était considéré au niveau macroscopique comme une image miroir de la microstructure caractérisant la partie gauche de la zone II. Afin de caractériser en détail la microstructure des deux côtés de la zone II, une analyse EBSD a été faite dans chacune des deux zones.

Les structures caractérisant le côté droit de la zone II sont révélées par la cartographie EBSD représentée dans la figure VI.8. On observe ainsi une partie d'une bande macroscopique (colorée en vert) avec la matrice qui l'entoure (colorée en bleu). A part ces deux caractéristiques majoritaires, dans la cartographie on distingue des bandes étroites et plus ou moins parallèles (pixels colorés en rouge et violet) qui sont déviées en traversant la grande bande macroscopique.



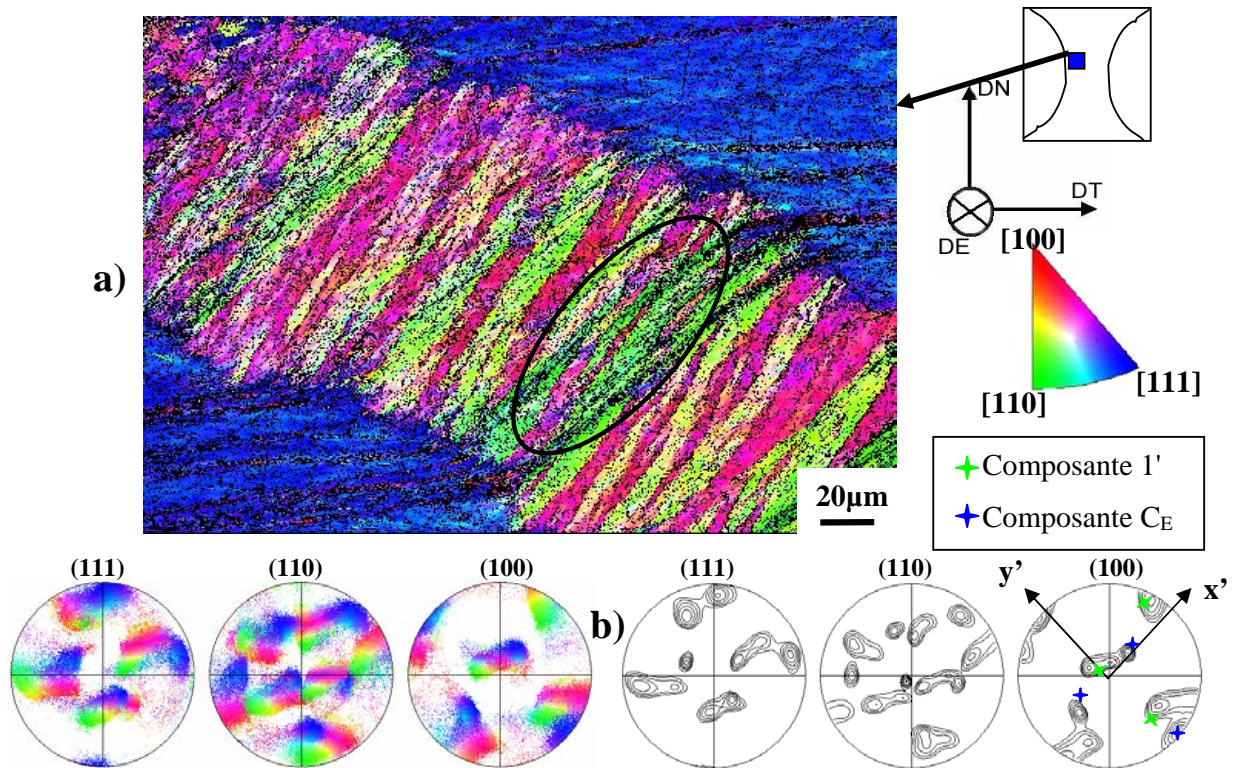


**Figure VI.8:** Cartographie EBSD faite dans la partie droite de la zone centrale a) et les figures des pôles correspondantes b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).

La microstructure caractérisant le côté gauche de la zone II est représentée dans la [figure VI.9](#). Globalement on observe le même type de structures que dans la cartographie EBSD présentée dans la [figure VI.8](#): la matrice (en bleu), la bande macroscopique (en vert et vert-jaunâtre) et les bandes fines qui traversent la matrice et la bande macroscopique. Il existe, quand même, une différence entre les microstructures présentées dans les deux cartographies EBSD. Cette différence est donnée par la présence des petites bandes parallèles (colorées en rouge et rose) à l'intérieur de la grande bande colorée en vert et vert-jaunâtre ([Fig.VI.9](#)). Ces bandes sont limitées à l'intérieur de la grande bande macroscopique.

Un des problèmes à résoudre est de déterminer la cinétique ou les étapes de l'apparition des caractéristiques microstructurales présentes dans les deux cartographies EBSD faites dans la zone II (partie centrale) de l'échantillon A. La connaissance de la cinétique est nécessaire dans l'identification des caractéristiques microstructurales et finalement dans la compréhension des mécanismes de déformation plastique suivis pendant l'extrusion ECAE dans cette zone de l'échantillon. Concernant la cinétique de formation des structures, les résultats des deux cartographies EBSD peuvent conduire aux deux hypothèses suivantes:

- Hypothèse I – étape 1°: déformation homogène, étape 2°: formation de la bande macroscopique, étape 3°: formation des petites bandes situées à l'intérieur de la bande macroscopique et étape 4°: formation des bandes étroites qui traversent la matrice et la bande macroscopique;
- Hypothèse II – étape 1°: déformation homogène, étape 2°: formation des bandes étroites, étape 3°: formation de la bande macroscopique et étape 4°: formation des petites bandes situées à l'intérieur de la bande macroscopique.



**Figure VI.9: Résultats de l'analyse EBSD faite dans la zone centrale de la coupe transverse: cartographie d'orientations a) et les figures de pôles b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32).**

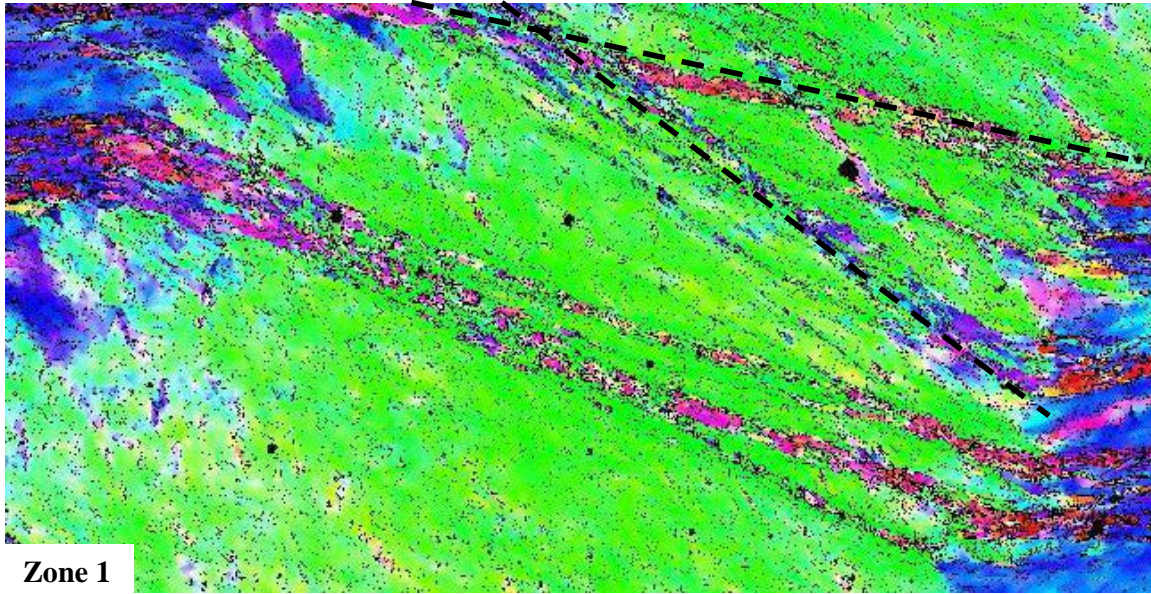
**Arguments microstructuraux.**

Si on fait abstraction des petites bandes formées à l'intérieur de la bande macroscopique présentée dans la figure VI.9, les quatre étapes peuvent bien décrire l'évolution des structures présentes dans les deux cartographies. Dans les deux situations présentées avant, la première étape est la même et elle représente le début de la déformation quand le monocristal se déforme de façon assez homogène. La différence entre les deux hypothèses commence après cette première étape.

Après une courte analyse des deux cartographies on pourrait conclure que les bandes étroites (qui se propagent à travers la cartographie) ont été formées avant les bandes macroscopiques car leur direction de propagation est déviée par la présence des grandes bandes macroscopiques dans chacun des cas présentés dans les figures VI.8 et VI.9. Celle-ci est une information importante mais la seule qui peut incliner la balance vers l'hypothèse II. Par contre, il existe plusieurs informations qui imposent l'hypothèse I comme la plus probable. Une analyse plus détaillée sur un groupe de bandes étroites qui traversent parallèlement la bande macroscopique (zone 1 indiquée sur la figure VI.8) montre que ces bandes sont déviées différemment au passage dans la bande macroscopique (voir Fig.VI.10). Ceci n'est possible que si les bandes étroites sont apparues après la bande macroscopique.

Une autre information qui impose la première hypothèse comme celle réelle est que dans la figure VI.9 la bande macroscopique est déviée par le passage des bandes étroites, ce qui indique la formation ultérieure des bandes étroites par rapport à la bande macroscopique.

De plus, la figure VI.9 présente des petites bandes à l'intérieur de la grande bande macroscopique, donc formées après celle-ci.

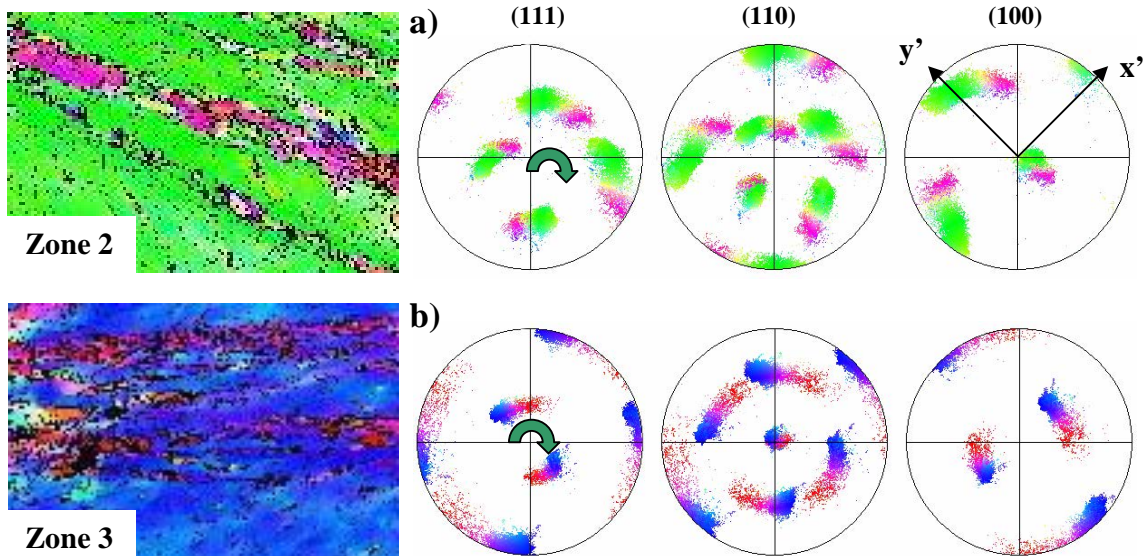


**Figure VI.10:** Vue de plus près de la zone 1 dans la [figure VI.8](#) qui présente des bandes étroites ayant des inclinaisons différentes à l'intérieur de la bande macroscopique.

Ces petites bandes sont "détruites" ou bien distordues par le passage d'un groupe compact de bandes étroites à travers la bande macroscopique (voir zone indiquée schématiquement par une ellipse dans la partie inférieure de la cartographie EBSD – [Fig.VI.9](#)). Cette information impose aussi la formation ultérieure des bandes étroites qui traversent la bande macroscopique et la matrice.

Arguments amenés par la texture.

Deux petites zones ont été sélectionnées sur la cartographie présentée dans la [figure VI.8](#) (zone 2 - voir [Fig.VI.11.a](#)) et zone 3 - voir [Fig.VI.11.b](#)) afin de mettre en évidence la cinétique de la formation des structures.



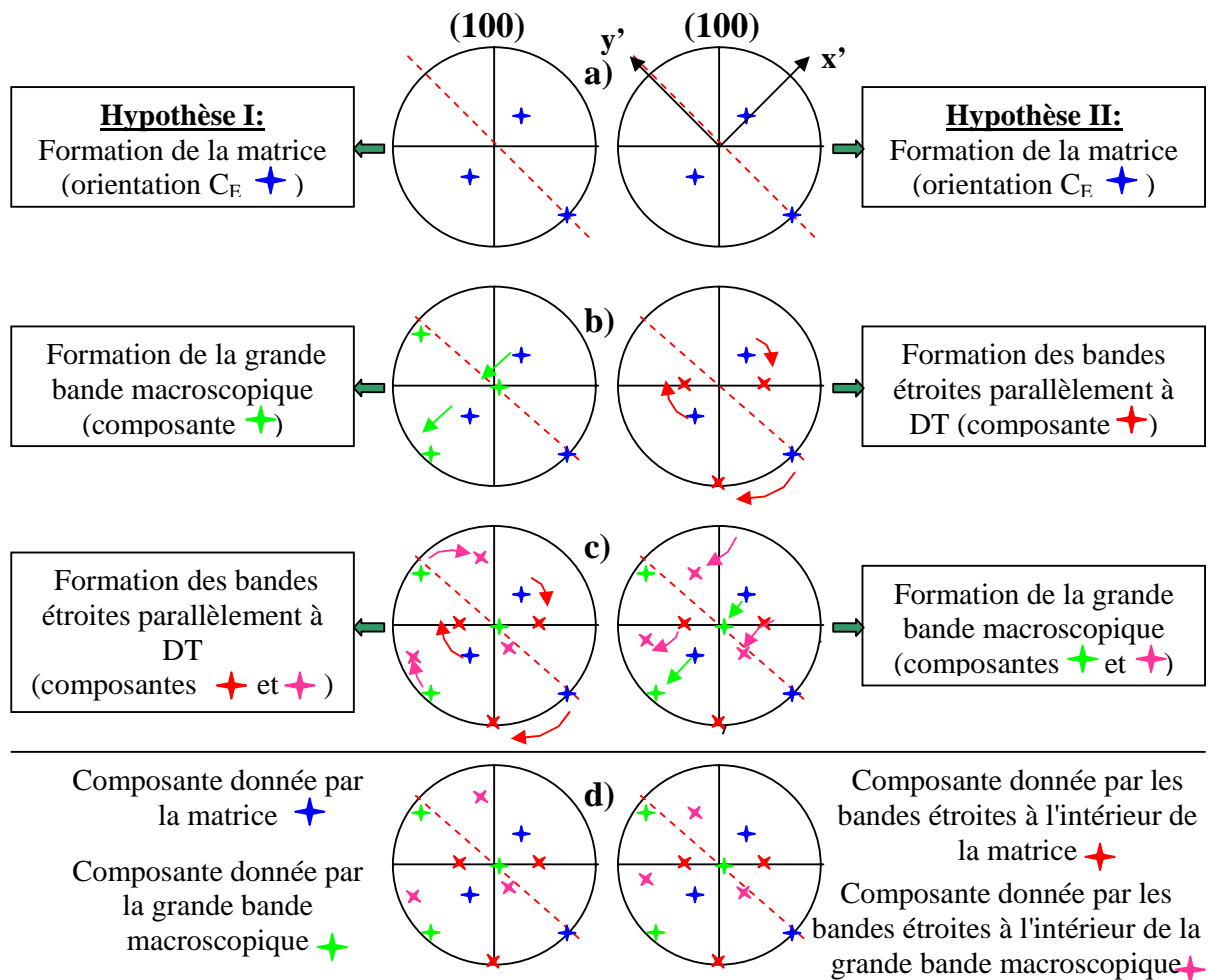
**Figure VI.11:** Changement d'orientation entre la bande étroite et la bande macroscopique a) et entre la bande étroite et la matrice b); zones 2 et 3 dans la [figure VI.8](#).

Ces analyses détaillées nous permettent d'identifier l'origine de la texture des bandes étroites à l'intérieur de la matrice ainsi qu'à l'intérieur de la grande bande macroscopique. Cette identification est très importante car elle peut indiquer la cinétique de l'apparition de ces structures.

La figure VI.12 présente schématiquement l'évolution des composantes de texture formées par les structures présentes dans la figure VI.8 prenant en compte les deux hypothèses énoncées avant. Ainsi, dans un premier temps (Fig.VI.12.a)) on observe pour les deux hypothèses la formation de la matrice ayant l'orientation  $C_E$ .

Ensuite (Fig.VI.12.b)), pour le cas de l'hypothèse I on observe la formation de la composante de texture donnée par la grande bande macroscopique (étoiles vertes) ayant une orientation tournée dans le sens anti-trigonométrique autour de la NPC (axe  $y'$ ) par rapport à l'orientation de la matrice. Dans le cas de l'hypothèse II on observe la formation d'une composante de texture donnée par les bandes étroites traversant la matrice (étoiles rouges). Cette composante est tournée dans le sens anti-trigonométrique autour de DT par rapport à l'orientation de la matrice.

Dans la dernière partie (Fig.VI.12.c)) on observe, pour le cas de l'hypothèse I, la formation de deux composantes de texture nouvelles correspondant à l'apparition des bandes étroites dans la matrice et dans la grande bande macroscopique.



**Figure VI.12: Figures de pôles (100) qui représentent schématiquement l'évolution des principales composantes de texture présentées dans la figure VI.8.b) pour les deux hypothèses énoncées avant.**

Ces bandes étroites correspondent à deux orientations différentes tournées dans le sens anti-trigonométrique autour de DT par rapport à l'orientation de la matrice (étoiles rouges) et respectivement par rapport à l'orientation de la grande bande macroscopique (étoiles roses).

Dans le deuxième cas (hypothèse II) la formation ultérieure de la grande bande macroscopique a amené à la formation d'une composante de texture (étoiles vertes) ayant une orientation tournée dans le sens anti-trigonométrique autour de la NPC (axe y') par rapport à la matrice ainsi qu'à la modification de la texture des bandes étroites en formant une composante (étoile roses) ayant une orientation tournée dans le sens anti-trigonométrique autour de la NPC (axe y') par rapport à l'orientation des bandes étroites existantes déjà dans la matrice.

Suivant les deux hypothèses on obtient des composantes de texture qui ne diffèrent pas beaucoup en termes de position mais qui ont été obtenues par des voies différentes. La comparaison des résultats expérimentaux (Fig.VI.11) avec le schéma présenté dans la figure VI.12 nous permet d'identifier les détails qui nous permet d'incliner la balance vers une des deux hypothèses. Ainsi, dans les figures de pôles présentées dans la figure VI.11 on observe que les deux composantes de texture caractérisant les bandes étroites ont été obtenues par des rotations autour de DT ou un axe très proche de DT par rapport à l'orientation du reste du métal entourant (matrice et respectivement bande macroscopique). C'est donc le cas de l'hypothèse I (voir Fig.VI.12.c) où on observe la formation de deux composantes de texture ayant des orientations obtenues par des rotations autour de DT à partir de l'orientation de la matrice et de la grande bande macroscopique. Dans la suite on va considérer que les bandes étroites sont apparues après la bande macroscopique mais il ne faut pas exclure la possibilité que les bandes étroites soient apparues avant la bande macroscopique.

En conclusion, la cinétique de la déformation dans la partie centrale (zone II) de l'échantillon A est:

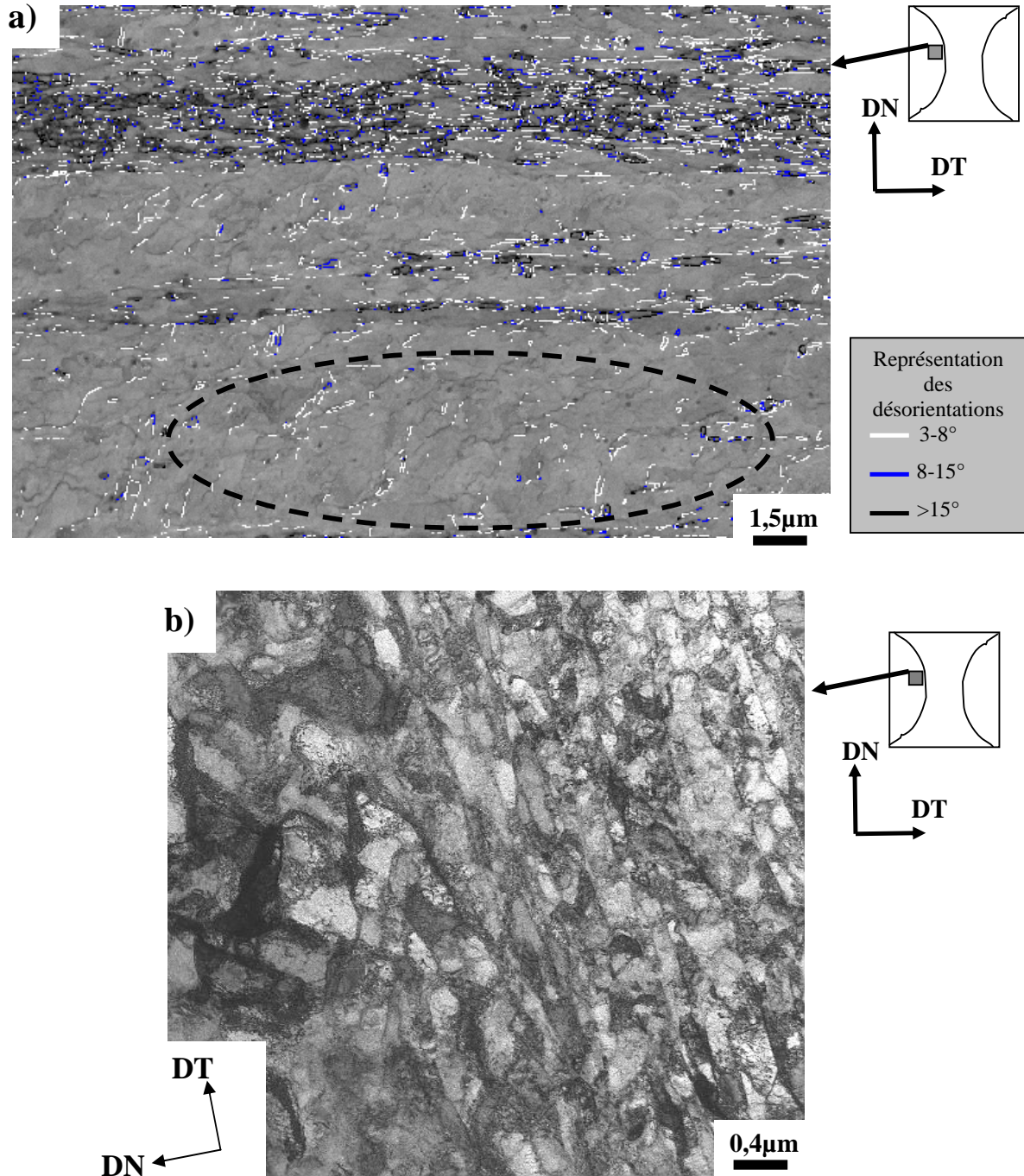
- une déformation assez uniforme pendant la première étape est suivie par l'apparition des grandes bandes macroscopiques au cours d'une deuxième étape. Au cours d'une étape intermédiaire dans certaines bandes macroscopiques la déformation est poursuivie par la formation de petites bandes parallèles limitées à l'intérieur des bandes macroscopiques. Au cours d'une troisième étape, des bandes étroites se sont propagées à l'échelle de l'échantillon parallèlement à DT.

Cette conclusion sera confirmée dans la section suivante où chacune des structures présentées dans les figures VI.8 et VI.9 seront identifiées en utilisant les résultats des analyses EBSD et l'information existante dans la littérature.

### VI.3.3.3 Identification des caractéristiques microstructurales.

Des analyses EBSD faites à haute résolution (pas de 50 nm) et l'imagerie MET (voir Fig.VI.13) indiquent que la matrice observée dans la partie centrale et correspondant à la composante de texture ayant une orientation proche de l'orientation  $C_E$ , est une structure cellulaire à très faible désorientations (inférieures à  $3^\circ$  - voir zone indiquée par une ellipse sur la figure.VI.13.a)). Cette matrice obtenue par une déformation assez homogène a été créée surtout dans la première partie de la déformation (étape 1).

Au cours du chapitre IV (§.IV.1.1.3 et §.IV.1.1.4) on a vu que les deux parties latérales  $\Pi^G$  et  $\Pi^D$  ont globalement une microstructure qui ne présente pas des hétérogénéités au niveau macroscopique. Dans ces deux zones les effets induits par les parois latérales ont amené à l'augmentation de l'étendue de l'étape 1 de déformation et à la disparition de l'étape 2. Autrement dit, la formation des bandes macroscopiques a été supprimée et la déformation s'est faite généralement de façon homogène jusqu'au passage dans l'étape 3.



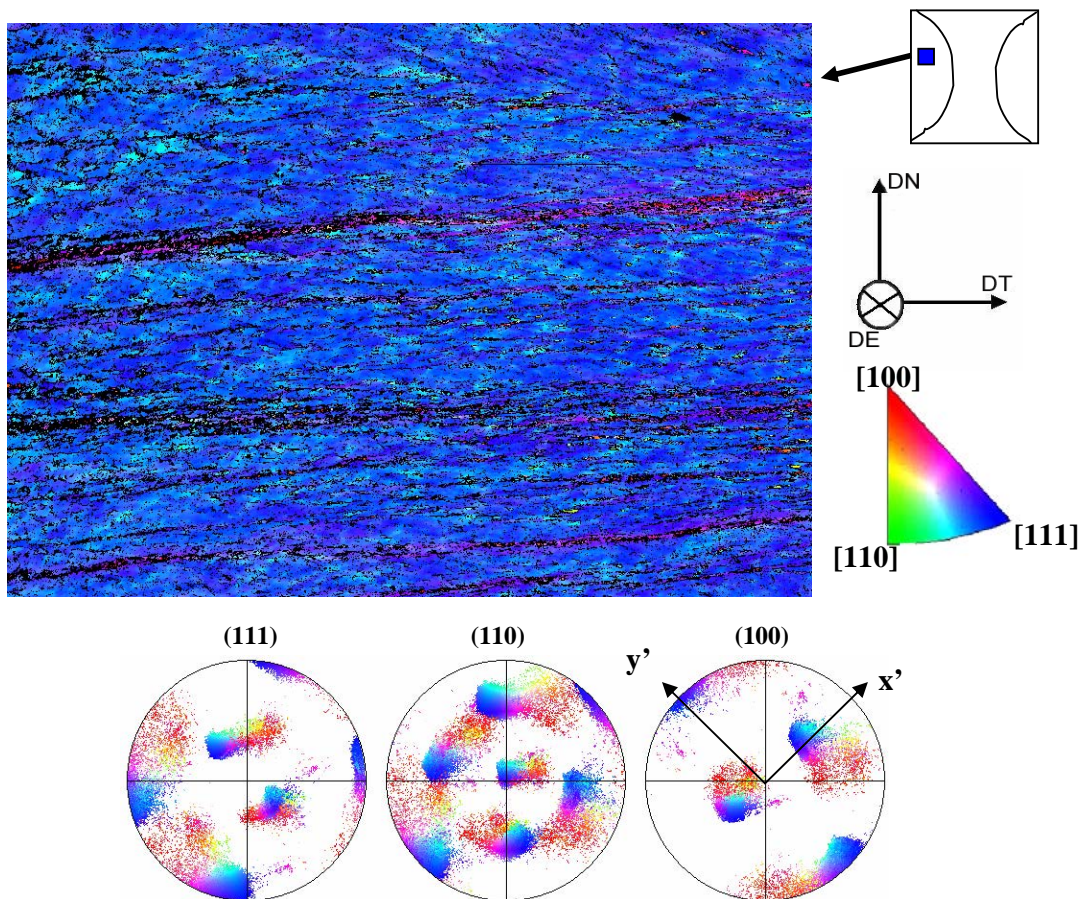
**Figure VI.13: Cartographie des désorientations superposée sur une cartographie en mode qualité des bandes de Kikuchi d'une analyse EBSD obtenue dans la partie centrale a); on observe des bandes de cisaillement entourées par une matrice cellulaire; micrographie MET b) obtenue dans la partie centrale de l'échantillon A indiquant la présence des cellules plus fines et allongées à l'intérieur d'une bande de cisaillement par rapport aux cellules constituant la matrice adjointe.**

Des analyses EBSD faites dans les deux zones latérales montrent localement la présence des bandes étroites formées pendant la dernière partie de la déformation (étape 3) (Fig.VI.14). Ces structures ont les mêmes caractéristiques que les bandes étroites qui traversent les cartographies présentées

dans les figures VI.8 et VI.9. Elles sont parallèles à DT et représentent des dispersions en orientation autour de DT. Ces résultats confirment le caractère macroscopique des bandes étroites qui traversent l'échantillon parallèlement à DT dans la partie du milieu de l'échantillon A. L'analyse EBSD à haute résolution (Fig.VI.13.a) indique le fait que ces hétérogénéités sont des zones à grande concentration en fortes désorientations. Aussi, la micrographie MET présentée ci-dessus (Fig.VI.13.b) montre que ces hétérogénéités sont des structures formées par des cellules allongées ayant une taille visiblement inférieure à la taille moyenne des cellules de la matrice adjointe. Ces caractéristiques traduisent une localisation de la déformation plastique et nous laissent à conclure que ces bandes étroites sont des *bandes de cisaillement*.

D'après Humphreys et ses collaborateurs, ces bandes correspondent à des régions étroites déformées fortement par un cisaillement qui se produit indépendamment de la structure des cristaux ainsi que indépendamment de considérations cristallographiques normales [Humphreys96]. C'est exactement le cas présent quand la déformation des deux échantillons, ayant des orientations initiales différentes, a amené à la formation du même type de bandes ayant les mêmes caractéristiques : elles traversent les échantillons parallèlement à DT et correspondent à une dispersion en orientations autour de DT dans le sens anti-trigonométrique par rapport à l'orientation de la matrice.

La formation des bandes de cisaillement se réfère à une division inégale du cristal et à une concentration de la majorité de la déformation dans le petit domaine qu'on appelle bande de cisaillement [Mahesh06].



**Figure VI.14: Cartographie d'orientations faite dans la zone latérale droite de la coupe transverse avec les figures de pôles correspondantes; les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard.**

Par exemple, des calculs ont montré qu'une bande de cisaillement est soumise à une déformation équivalente (von Mises) cinq fois plus grande que la déformation équivalente imposée à la matrice, pour une réduction en laminage de 27% [Mahesh06] (voir §.I.3.2.1. pour plus de détails).

La ***grande bande macroscopique*** représentée en vert dans la cartographie d'orientations (Fig.VI.8) est une autre caractéristique microstructurale dominante de la partie centrale de l'échantillon A. Cette bande ne présente pas une structure très différente par rapport à la matrice seulement la texture étant différente (tournée de  $\sim 45^\circ$  autour de NPC). L'interface bande-matrice est irrégulière indiquant une forte ambiguïté locale dans le choix des systèmes de glissement qui a amené à la formation de deux structures ayant des orientations finales différentes. Après l'analyse des résultats expérimentaux et des définitions existantes dans la littérature on peut conclure que cette hétérogénéité est une ***bande de déformation***.

Les bandes de déformation correspondent à la division du cristal dans deux ou plusieurs zones ayant des tailles comparables et qui subissent des taux de déformation relativement égaux [Lee93, Kulkarni98, Basson00, etc.]. Hansen et ses collaborateurs considèrent les bandes de déformation comme représentant des grands changements d'orientation qui séparent des volumes ayant des orientations communes et qui se déforment uniformément mais d'après différentes combinaisons de systèmes de glissement. Par conséquent, ces volumes vont tourner vers des différentes orientations finales [Hansen92].

Li et ses collaborateurs [Li00] ont trouvé que les bandes de déformation se développent plus ou moins au long des plans de glissement primaires  $\{111\}$  ce qui est le cas pour la bande en discussion. La seule ambiguïté est amenée par la taille macroscopique de la bande qui est normalement une caractéristique des bandes de cisaillement, mais, dans le cas présent c'est la particularité d'avoir déformé un monocristal qui fait que les bandes se sont propagé sur des millimètres grâce à la manque en obstacles s'opposant au déplacement des dislocations.

Une autre structure observée dans la figure VI.9 est représentée par les petites bandes parallèles (colorées en rouge – rose) formées à l'intérieur de la bande macroscopique de déformation. Le fait que ces bandes parallèles sont limitées à l'intérieur de la bande macroscopique est une forte indication que ces hétérogénéités sont des bandes de déformation. Ces hétérogénéités indiquent l'instabilité de la grande bande de déformation. Il est important de préciser que seulement certaines des grandes bandes de déformation présentent ce type de subdivision et que ce type de division a été observé des deux cotés de la zone II.

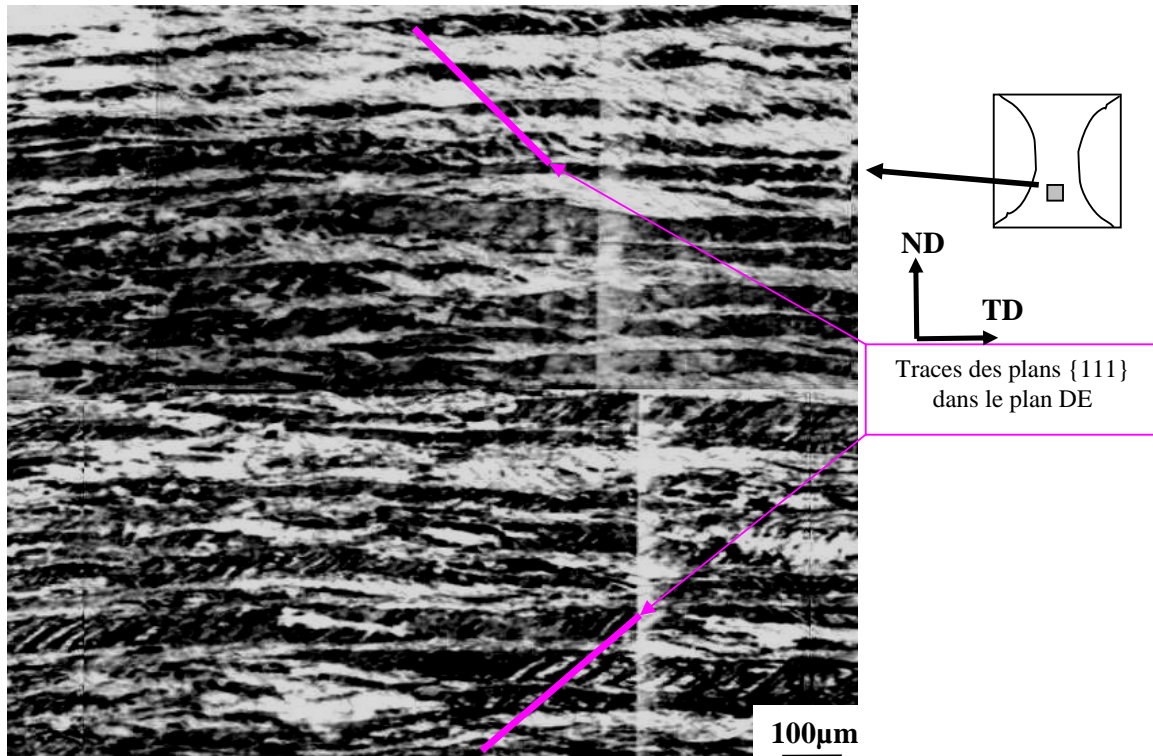
L'apparition des petites bandes de déformation à l'intérieur est un phénomène lié au champ des contraintes locales et à la stabilité de l'orientation de la bande macroscopique de déformation. Il est aussi possible que pendant leur formation les bandes macroscopiques de déformation ont été soumises aux différents taux de déformation à cause des variations locales de l'intensité du cisaillement. Cette différence locale a fait varier le taux de dislocations accumulées dans chaque bande de déformation et par conséquent la concentration en défauts. Comme l'apparition et la propagation des bandes de déformation sont sensibles à la présence des défauts microstructuraux, il est possible que dans certaines bandes macroscopiques l'accumulation des défauts a bloqué l'apparition des petites bandes de déformation.

En conclusion on peut dire que pour la partie centrale (zone II) de l'échantillon A la déformation homogène subie au cours de la première étape a été suivie par l'apparition des bandes de déformation. La formation des bandes de déformation est due à la symétrie de l'orientation initiale par rapport à la sollicitation imposée par le procédé ECAE, symétrie qui introduit une ambiguïté dans le choix des systèmes de glissement et qui amène à la formation des structures comme les bandes de déformation. Au moment où la formation des bandes de déformation n'a plus été énergétiquement possible, la déformation a été accommodée par la formation des bandes de cisaillement (étape 3).



### VI.3.4. Partie inférieure (zone III) – mécanismes différents.

La microstructure de la partie inférieure de l'échantillon A est caractérisée au niveau macroscopique par des bandes parallèles qui traversent l'échantillon parallèlement à DT, ayant des largeurs variables et inférieures à 100  $\mu\text{m}$  (Fig.VI.15). L'analyse au microscope optique dans le plan DT indique que ces bandes macroscopiques sont parallèles à DE. Ceci signifie que ces bandes sont contenues dans des plans horizontaux.



**Figure VI.15: Micrographie optique obtenue dans la partie inférieure de la coupe transverse de l'échantillon A.**

La micrographie optique présentée dans la figure VI.15 montre aussi que certaines bandes horizontales sont divisées par des paquets de petites bandes qui sont parallèles aux traces de deux plans  $\{111\}$  dans le plan DE (plan d'analyse).

Une analyse EBSD a été faite dans la partie inférieure de l'échantillon afin d'analyser plus en détail ce type de microstructure (Fig.VI.16). Cette analyse confirme l'hétérogénéité microstructurale observée au microscope optique.

Les orientations dominantes dans cette cartographie sont des orientations proches de l'orientation cube sur face (pixels rouges) ainsi que des orientations tournées d'approximativement  $45^\circ$  autour de DT par rapport à l'orientation initiale (pixels verts). Il est important de rappeler que des composantes de texture très proches de l'orientation initiale ainsi que des orientations tournées autour de DT par rapport à l'orientation initiale ont été aussi observées dans la partie inférieure de l'échantillon B. Ceci montre que globalement les mêmes mécanismes de déformation sont suivis, indépendamment de l'orientation initiale.

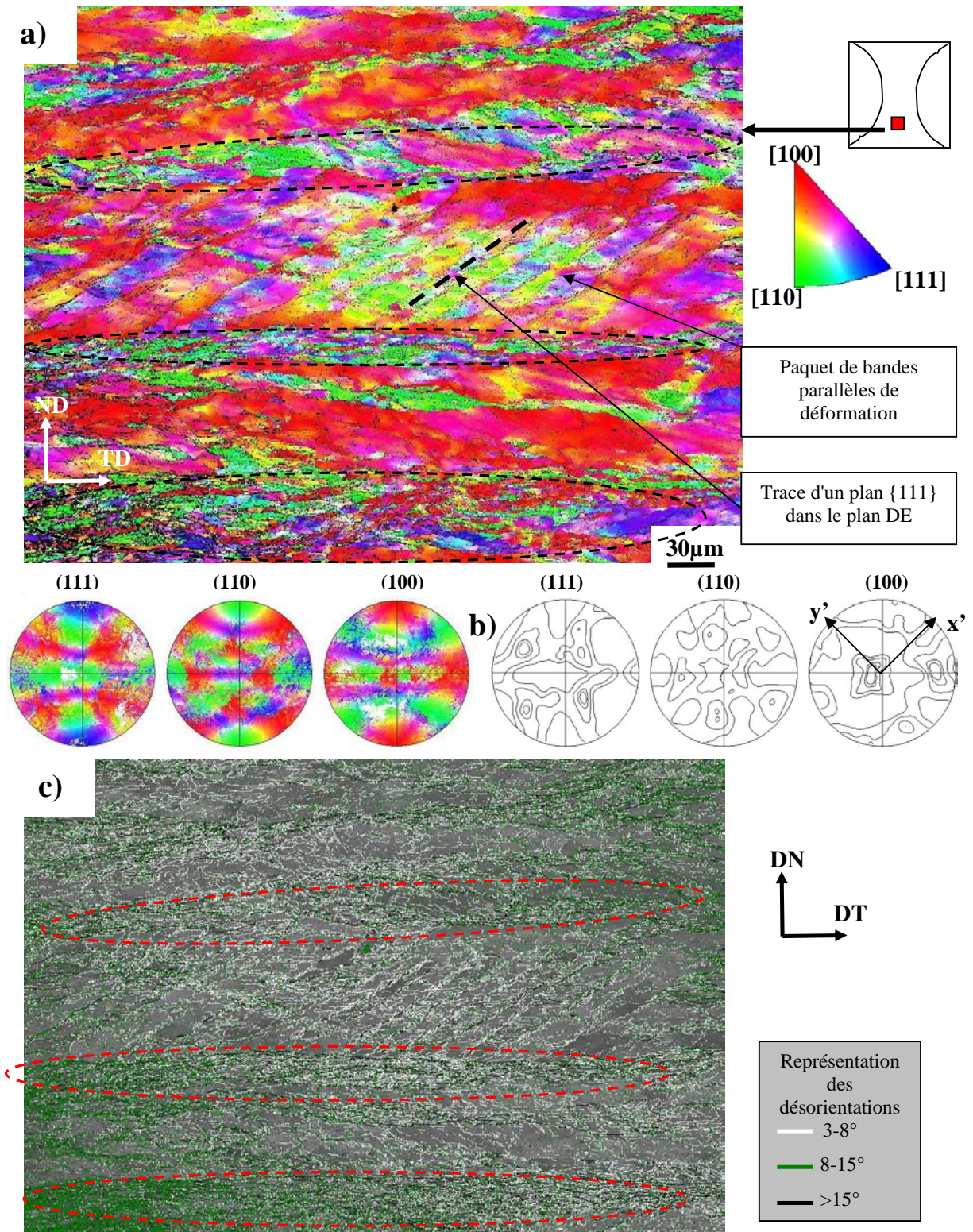


Figure VI.16: Représentation des résultats de l'analyse EBSD faite dans la partie inférieure de l'échantillon A: en mode cartographie d'orientations a) les figures de pôles correspondantes b); les couleurs indiquent la DN dans le triangle stéréographique standard; (iso valeurs 1, 2, 4, 8, 16, 32); en mode cartographie des désorientations superposée sur une cartographie en mode qualité des bandes de Kikuchi c)

Dans le cas de l'échantillon A on observe une alternance de bandes assez larges délimitées par des bandes étroites caractérisées par une concentration importante des parois de dislocations à désorientations moyennes et grandes (voir zones indiquées par des ellipses Fig.VI.16.a) et c)). Comparées aux définitions existantes dans la littérature, ces bandes étroites ont les caractéristiques des ***bandes de cisaillement***.

Les autres structures importantes présentées dans cette cartographie sont les petites bandes formées à l'intérieur des zones délimitées par les bandes de cisaillement. L'alignement de ces petites bandes le long des traces des plans {111} ainsi que leur propagation limitée à l'intérieur des grandes zones sont des caractéristiques des ***bandes de déformation***.

Il est difficile à trouver une réponse exacte pour la cinétique d'apparition de ces structures de déformation. Le seul indice qu'on a c'est la formation des petites bandes de déformation à l'intérieur des grandes zones horizontales délimitées par des bandes de cisaillement. Cette information nous indique la formation ultérieure de ces petites bandes de déformation. Comme les bandes de cisaillement ne peuvent pas apparaître dès le début de la déformation, il en résulte qu'après une importante déformation homogène (première étape de la déformation) l'apparition des bandes de cisaillement a amené à une subdivision de la partie inférieure de l'échantillon A dans des zones qui traversent l'échantillon ayant des largeurs inférieures à 100  $\mu\text{m}$ .

Comme déjà présenté au chapitre V (§.V.5.2.2), au cours d'une dernière partie de la déformation, la partie inférieure d'un échantillon est soumise à un cisaillement intense juste avant de quitter la zone située à l'intersection des deux canaux du coude ECAE. Ceci est très probablement la cause pour le changement de comportement du métal et l'apparition des petites bandes parallèles à l'intérieur des grandes zones délimitées par des bandes de cisaillement.

En conclusion, la microstructure et la texture dans la partie inférieure de l'échantillon A sont le résultat d'une déformation assez homogène suivie de l'apparition des bandes de cisaillement au cours d'une deuxième étape de déformation. Finalement, au cours d'une troisième étape les zones assez homogènes délimitées par les bandes de cisaillement ont été fragmentées par la formation des petites bandes de déformation.

En termes de texture la caractéristique principale de cette partie de l'échantillon est la formation d'une composante ayant une orientation très proche de l'orientation initiale ainsi que la formation d'une composante minoritaire ayant une orientation tournée de  $45^\circ$  autour de DT par rapport à l'orientation initiale.

#### **VI.4. Récapitulation des idées principales.**

L'étude des deux échantillon monocristallins à l'aide de la microscopie électronique (MEB et MET) nous a permis d'analyser l'évolution de la texture et de la microstructure au niveau microscopique pendant la déformation plastique imposée en ECAE. Cette étude complémentaire aux analyses présentées aux chapitres précédents, a confirmé l'existence de l'hétérogénéité de la déformation aussi au niveau microscopique et a amené des informations supplémentaires et nécessaires dans la compréhension des mécanismes de déformation suivis au cours de l'extrusion ECAE.

Ainsi, au cours de ce chapitre, l'existence de plusieurs étapes de la déformation (observée sur l'échantillon B au chapitre V) a été confirmée pour les deux échantillons et attribuée principalement à la variation de l'activité des systèmes de glissement pendant la déformation ainsi qu'à la géométrie du coude ECAE.

L'étude au niveau microscopique à l'aide de la microscopie électronique est très importante car grâce à cette étude on a pu identifier les différentes caractéristiques microstructurales, de faire le lien entre ces caractéristiques et les différentes composantes de texture et de comprendre "la

cinétique" de leur apparition ou autrement dit de situer dans le temps leur apparition au cours des différentes étapes de la déformation.

Il est difficile de proposer une description simplifiée et générale du comportement de chaque échantillon pendant l'extrusion ECAE car ce comportement change d'une zone à l'autre sur la hauteur des échantillons, mais globalement on peut considérer que:

1. Trois étapes principales caractérisent l'évolution de la microstructure et de la texture pendant la déformation à froid par ECAE de ***l'échantillon A***:
  - *la première étape* est caractérisée par une déformation assez homogène et se traduit par une rotation assez homogène autour de DT dans le sens trigonométrique de la composante majoritaire par rapport à l'orientation initiale;
  - pendant *la deuxième étape* la déformation devient hétérogène par la formation des bandes de déformation macroscopiques; cette transformation du type de déformation est une fonction de plusieurs paramètres dont les plus importants sont: le changement de l'activité des systèmes de glissement avec l'avancement de la déformation, les variations locales du type et de l'intensité du cisaillement ainsi que les contraintes imposées par les parois du coude. La formation des bandes de déformation est responsable pour la formation d'une fibre partielle autour de la NPC;
  - *la dernière étape* correspond à l'apparition des bandes de cisaillement qui se propagent au niveau macroscopique à travers l'échantillon; la formation des bandes de cisaillement a été considérée comme la réponse du cristal à la continuation de la déformation et son incapacité à l'accommoder par la formation des bandes de déformation due à l'accumulation des obstacles empêchant la propagation des dislocations. Ces bandes de cisaillement correspondent à des dispersions en orientation autour de DT dans le sens anti-trigonométrique.
2. Par contre, dans le cas de ***l'échantillon B*** l'évolution de la texture et de la microstructure pendant l'extrusion ECAE est caractérisée par deux étapes principales car l'étape de formation des bandes de déformation est disparue:
  - au cours d'*une première étape* la déformation est assez homogène ayant comme résultat la formation d'une structure cellulaire qui correspond à une composante de texture ayant une faible dispersion en orientations (composante  $C_E$ );
  - *la deuxième étape* de la déformation est caractérisée par l'apparition des hétérogénéités qui sont principalement des bandes de cisaillement macroscopiques ressemblant aux celles observées sur l'échantillon A et qui correspondent à des dispersions en orientation autour de DT dans le sens anti-trigonométrique par rapport à l'orientation de la matrice.

Les résultats obtenus sur les deux échantillons au niveau microscopique indiquent que l'orientation initiale est un paramètre extrêmement important dans le processus d'affinage de la microstructure car ce processus est très sensible à la formation des hétérogénéités (e.g. bandes de déformation, bandes de cisaillement) et les deux échantillons ont montré deux comportements très différents vis-à-vis ce phénomène de formation d'hétérogénéités.

**Bibliographie:**

[Aernoudt70]	E. Aernoudt, H.P. Stüwe, Z. Metallkunde, 1970, 61, 128.
[Akef91]	A. Akef, et J. H. Driver, Materials Science and Engineering, A132, 245, 1991.
[Arruffat-Massion04]	Thèse de Doctorat, « Modélisation des textures et de l'écroissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante », Université Paul Verlaine de Metz.
[Basson00]	F. Basson et J. H. Driver, Acta Materialia, 48, 2101-2115, 2000.
[Dillamore64]	I. L. Dillamore et W.T. Roberts, Acta Metall. 12, 281 (1964).
[Hansen92]	N. Hansen, Scripta Metallurgica et Materialia, 27, 1447-1452, 1992;
[Humphreys96]	F.G. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 1996.
[Kulkarni98]	S.S. Kulkarni, E.A.S. Starke, D. Kuhlmann-Wilsdorf, Acta Mater, 46, 5283, 1998;
[Lee93]	C.S. Lee, B.J. Duggan, R.E. Smallman, Acta Metall Mater, 41, 2265, 1993;
[Li00]	X.W. Li, G. Wang, S.X. Li, Phil. Mag., A 80, 1901-1912, 2000;
[Mahesh06]	S. Mahesh, Acta Materialia, 54, 4565-4574, 2006;
[Tóth04]	Tóth L.S., Arruffat-Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., <i>Acta Materialia</i> , 52,1885, 2004.
[Wert97]	J.A. Wert, Q. Liu et N. Hansen, Acta Mater, Vol.45, No.6, pp. 2565-2576, 1997.

## Ch. VII. Conclusions finales

### VII.1. Introduction.

Le procédé ECAE est une technique de déformation plastique sévère qui permet d'obtenir des matériaux métalliques massifs à grains très fins. Des centaines d'articles ont été publiés dans des journaux scientifiques à partir des années '90 sur l'influence des paramètres du procédé ECAE (e.g. angle du coude, nombre de passes, route suivie, etc.) sur la texture et la microstructure des différents métaux et alliages métalliques.

Par contre, peu de travaux ont été dédiés à l'étude de l'hétérogénéité de la déformation plastique pendant l'extrusion ECAE. Au niveau microscopique cette hétérogénéité est un paramètre extrêmement important dans le processus d'affinage de la microstructure des métaux et alliages métalliques. De plus, l'hétérogénéité de la déformation plastique au niveau macroscopique peut influencer l'homogénéité des microstructures au niveau de l'échantillon, ceci étant un paramètre important à être considéré avant d'essayer de trouver des applications industrielles pour le procédé ECAE.

Par conséquent, la compréhension des phénomènes liés à cette hétérogénéité, au niveau macroscopique ainsi qu'au niveau microscopique, est nécessaire afin d'utiliser au maximum ses avantages et de pouvoir minimiser ses influences négatives sur les microstructures des métaux et alliages métalliques.

C'est dans ce contexte, que le sujet de cette thèse a été proposé afin d'essayer de comprendre les mécanismes de déformation plastique lors de l'extrusion ECAE. Des approches particulières ont été utilisées dans le travail présent pour mettre en évidence et étudier l'hétérogénéité de la déformation plastique:

- L'utilisation de monocristaux d'orientations différentes afin d'étudier l'influence de l'orientation initiale sur l'évolution de la texture et de la microstructure;
- La comparaison des résultats expérimentaux de texture locale avec des résultats de simulations numériques d'évolution de la texture afin de préciser les différents modes de déformation dans les échantillons;

Globalement, l'analyse détaillée des deux échantillons monocristallins, extrudés d'une passe dans un coude ECAE à angle droit et section transverse carrée, a révélé deux conclusions capitales:

1. **Une importante hétérogénéité** dans les modes de déformation suivis sur la hauteur (DN) ainsi que le long de DT, a été observée au niveau macroscopique sur chaque échantillon.
2. La **déformation plastique** se fait pendant **plusieurs étapes** et, en fonction de l'orientation initiale de l'échantillon, ces étapes se caractérisent par:
  - une déformation homogène suivie par l'apparition des bandes de déformation et finalement par la formation des bandes de cisaillement – pour une orientation initiale qui tend à se déformer par la formation des hétérogénéités de déformation (échantillon A);
  - une étape très longue de déformation homogène au niveau macroscopique et une étape finale lors de laquelle la localisation de la déformation amène à la formation des bandes de cisaillement – pour une orientation initiale qui tend à se déformer de façon plutôt homogène au niveau macroscopique (échantillon B).

### VII.2. Différents modes de déformation suivant DN et DT - influence du procédé

L'hétérogénéité de la texture et de la microstructure observée sur la coupe transverse des deux échantillons a été attribuée à la géométrie du coude car elle se traduit par:

- une *hétérogénéité* des modes de déformation suivis *sur la hauteur* des deux échantillons, causée par la variation de l'intensité et de la distribution du cisaillement le long de DN, variation qui est une caractéristique du procédé ECAE;
- une *hétérogénéité* microstructurale et de texture *selon DT* donnée par la géométrie du coude ECAE auquel on peut ajouter l'apport de la nature monocristalline des échantillons qui fait que les effets induits par les parois latérales se propagent à grande distance (millimètres) vers le centre des barreaux;

Concernant l'hétérogénéité observée selon DN, les résultats de texture locale présentés au chapitre IV ont indiqué l'existence de trois zones distinctes dans les deux échantillons indépendamment, donc, des considérations cristallographiques:

- *partie supérieure* – est soumise à un mode de déformation comparable au mode de déformation décrit par le modèle à lignes d'écoulement pour des petites valeurs du paramètre  $n$  (e.g.  $n=3$ );
- *partie centrale* – se déforme d'après un mode de déformation qui correspond à des valeurs plus grandes du paramètre  $n$  (e.g.  $n=5$  ou  $n=6$ ); ces valeurs indiquent le fait que la mode de déformation évolue vers le cisaillement simple;
- *partie inférieure* – zone soumise à un mélange complexe de deux types de déformation par cisaillement: un cisaillement qui ressemble à celui imposé dans la partie centrale et un cisaillement donné par les effets induits par le frottement avec la paroi du bas du coude ECAE; la complexité du type de déformation dans cette partie de l'échantillon est aussi donnée par la diminution de l'intensité du premier type de cisaillement ainsi que par la présence d'une importante rotation de corps rigide;

### VII.3. Plusieurs étapes de déformation – influence de l'orientation et du procédé

Une importante évolution de la texture a été observée beaucoup avant le plan théorique de cisaillement (PTC) ce qui traduit un élargissement de la zone de déformation située à l'intersection des deux canaux du coude. Cet élargissement a été considéré comme un des paramètres responsables pour l'apparition de plusieurs étapes de déformation. L'apparition des différentes étapes de déformation a été aussi attribuée au changement de l'activité des systèmes de glissement causé par l'évolution de la texture avec l'avancement de la déformation plastique. Le nombre et les caractéristiques de ces étapes sont différentes aux différents endroits sur la DN pour les deux échantillons.

L'évolution de la texture et de la microstructure dans la *partie du milieu de l'échantillon A* peut être décrite globalement par trois étapes de déformation:

- une première étape caractérisée par une déformation assez homogène au niveau macroscopique correspondant à la formation d'une matrice cellulaire;
- au cours d'une deuxième étape de déformation on observe la formation des bandes macroscopiques de déformation à l'intérieur de la matrice cellulaire. La composante de texture qui correspond à la matrice a une orientation très proche de l'orientation CE

tandis que les bandes de déformation forment une composante de texture ayant une orientation tournée autour de NPC par rapport à l'orientation de la matrice. A la fin de cette deuxième étape ou pendant une étape intermédiaire des petites bandes de déformation ont été formées à l'intérieur de certaines bandes macroscopiques de déformation.

- au cours de la dernière étape on observe la formation de bandes de cisaillement qui correspondent à des dispersions en orientation autour de DT dans le sens anti-trigonométrique.

En ce qui concerne le cas de ***l'échantillon B*** qui avait une orientation initiale favorisant une déformation plutôt homogène au niveau macroscopique, l'étape de formation des bandes de déformation est disparue.

La ***partie du milieu de l'échantillon B*** présente une texture et une microstructure obtenues pendant ***deux étapes de déformation***:

- une déformation homogène au cours de la première étape est associée à une rotation assez homogène de la composante dominante autour de DT dans le sens trigonométrique;
- le changement dans l'activité des systèmes de glissement à cause de l'évolution de la texture a été trouvé responsable pour l'apparition d'une deuxième étape de déformation au cours de laquelle l'apparition des hétérogénéités amène à la formation d'une composante de texture ayant une orientation proche de l'orientation idéale  $A_{IE}$ .

Les résultats présentés aux chapitres précédents ont montré que le paramètre le plus important influant l'hétérogénéité au niveau macroscopique c'est la géométrie du procédé tandis qu'au niveau microscopique c'est plutôt l'orientation initiale de l'échantillon qui a une forte influence sur l'hétérogénéité de la déformation.



## *Annexe I: Calcul du coefficient d'orientation "A" pour les systèmes {111}<110>*

La déformation plastique commence quand un système de glissement ou une macule devienne actif. Parce que dans notre cas on n'a pas observé expérimentalement la formation des macles de déformation, seulement l'activation des systèmes de glissement sera traitée. Pour avoir une idée de l'activité des systèmes de glissement on s'est proposé de déterminer le facteur d'orientation pour chaque système.

Le critère utilisé pour la détermination du facteur d'orientation est donné par l'équation suivante:

$$A = [M^S] \cdot [E_{x,y,z}] = \max \quad (1)$$

où  $[M^S]$  est la matrice d'orientation du système de glissement respectif dans les coordonnées de l'échantillon et  $[E_{x,y,z}]$  est la déformation imposée en ECAE dans le repère de l'échantillon ou le système de référence x,y,z.

$[M^S]$  peut être obtenue à partir de la matrice d'orientation du système de glissement dans le repère du cristal  $[M^C]$ , en utilisant l'équation (2):

$$[M^S] = [R] \cdot [M^C] \cdot [R^{-1}] \quad (2)$$

où  $[R]$  c'est la matrice de rotation du repère du cristal au repère de l'échantillon et  $[M^C]$  peut être calculée facilement avec les coordonnées cristallographiques du système de glissement.

La déformation imposée  $[E_{x,y,z}]$  est calculée comme décrit dans l'équation (3):

$$[E_{x,y,z}] = [r] \cdot [E_{x',y',z}] \cdot [r^{-1}] \quad (3)$$

où  $[E_{x',y',z}]$  représente le tenseur du cisaillement simple dans les coordonnées du plan de cisaillement et  $[r]$  c'est la matrice de rotation à partir des coordonnées du plan de cisaillement (x',y',z) vers le repère de l'échantillon (x,y,z). Parce que :

$$r = \begin{bmatrix} \cos \alpha & -\sin \alpha & 0 \\ \sin \alpha & \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (4)$$

et dans notre cas  $\alpha=45^\circ$ , il résulte du (3) et (4) que:

$$E_{x,y,z} = \begin{bmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} & -\frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \Leftrightarrow$$

$$E_{x,y,z} = \begin{bmatrix} 0 & -\varepsilon \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & -\varepsilon \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ -\frac{\sqrt{2}}{2} & \frac{\sqrt{2}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} \varepsilon & -\varepsilon & 0 \\ \varepsilon & -\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (5)$$

Pour calculer le facteur d'orientation on a utilisé le tenseur de déformation représenté par la partie symétrique du  $E_{x,y,z}$  indiquée dans l'équation suivante:

$$E_{x,y,z} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & -\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} + \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & -\varepsilon & 0 \\ \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Une condition nécessaire mais pas suffisante qui doit être satisfaite pour qu'un certain système soit activé est que la valeur du coefficient A d'orientation correspondante soit maximale.

No.	Systèmes
1	(11 $\bar{1}$ )[011]
2	(11 $\bar{1}$ )[101]
3	(11 $\bar{1}$ )[1 $\bar{1}$ 0]
4	(1 $\bar{1}$ $\bar{1}$ )[011]
5	(1 $\bar{1}$ $\bar{1}$ )[101]
6	(1 $\bar{1}$ $\bar{1}$ )[110]
7	(1 $\bar{1}$ 1)[011]
8	(1 $\bar{1}$ 1)[10 $\bar{1}$ ]
9	(1 $\bar{1}$ 1)[110]
10	(111)[01 $\bar{1}$ ]
11	(111)[10 $\bar{1}$ ]
12	(111)[1 $\bar{1}$ 0]

Tableau 1 : Notation utilisée pour décrire les systèmes de glissement {111}<110>.

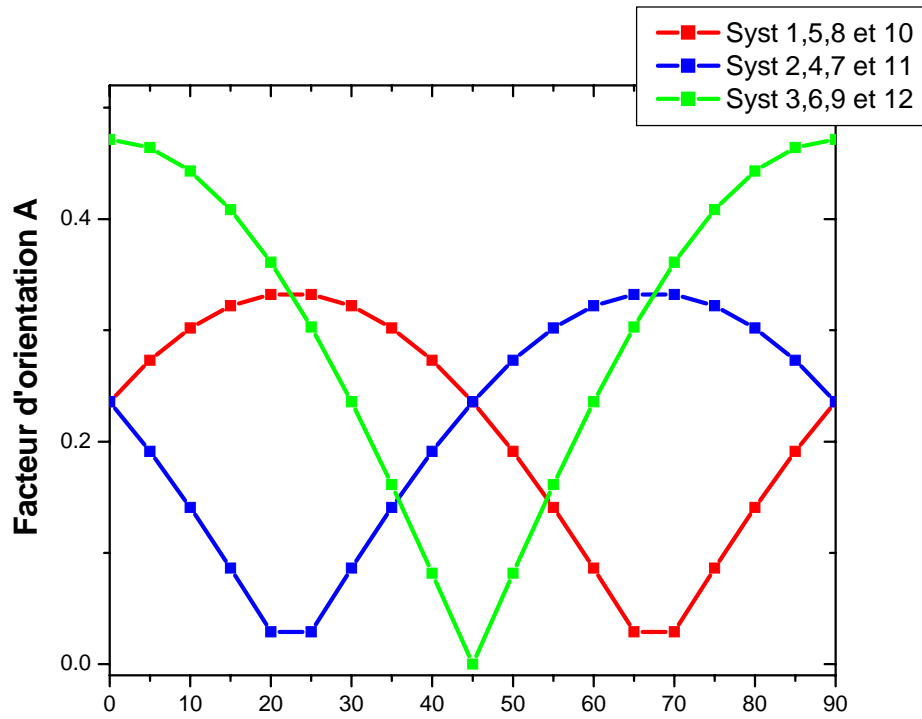


Figure 1: Evolution du facteur d'orientation "A" des systèmes de glissement {111}<110> avec la variation de l'angle  $\phi_1$  et à  $\Phi$  et  $\phi_2$  constants pour l'échantillon A.

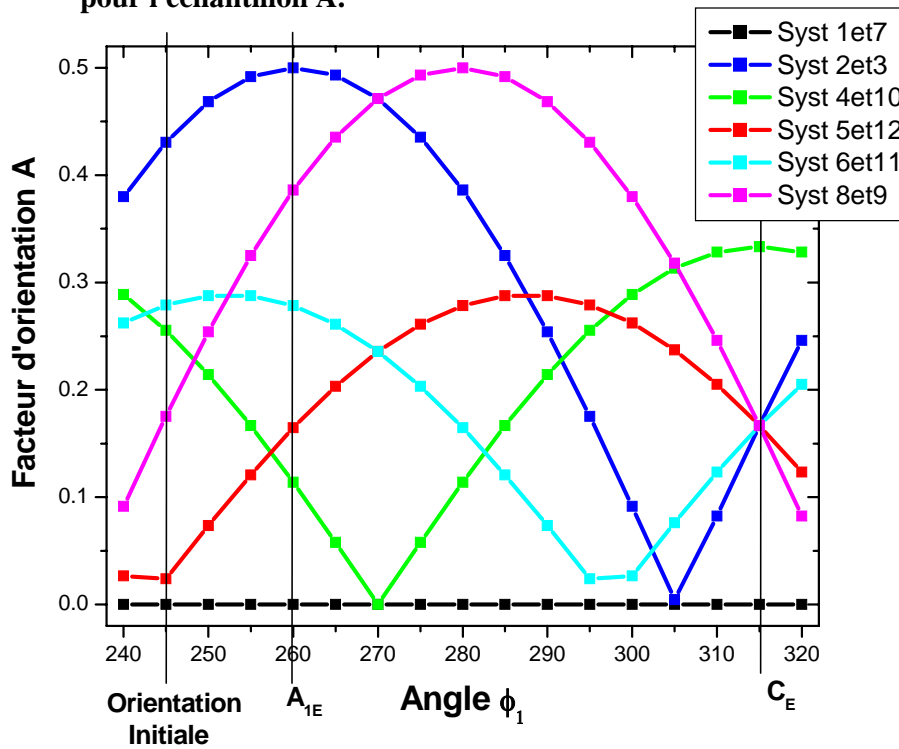


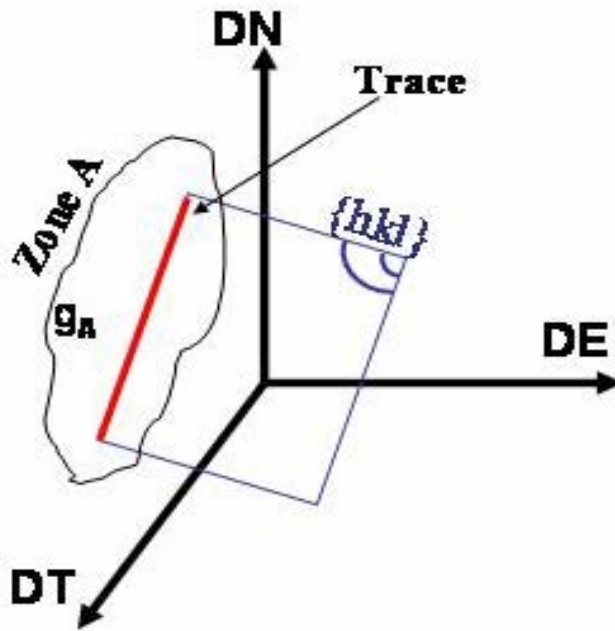
Figure 2: Evolution du facteur d'orientation des systèmes de glissement {111}<110> avec la variation de l'angle  $\phi_1$  et à  $\Phi$  et  $\phi_2$  constants pour l'échantillon B.

**Annexe II: Calcul de la trace d'un plan cristallographique {hkl} dans un plan de référence de l'échantillon (e.g. plan-DE).**

Pour étudier la nature et l'origine des différentes hétérogénéités de déformation, des calculs de traces ont été faits pour identifier les traces des différents plans cristallographiques dans un plan de référence de l'échantillon. En ce qui suit est présentée la méthode utilisée pour ces calculs dont les résultats seront utilisés surtout au chapitre V. Le problème était de trouver la trace d'un plan cristallographique dans un plan de référence de l'échantillon en connaissant l'orientation  $g_A$  de la zone étudiée de l'échantillon. Ainsi, des fichiers Excel ont été créés dans lesquels on introduit l'orientation  $g_A$  (les trois angles d'Euler) et les valeurs des indices de Miller du plan {hkl} et on obtient les valeurs des deux angles  $\varphi$  et  $\psi$  qui représentent les angles faits par la trace du plan {hkl} avec les deux axes caractérisant le plan de référence, DT et DN par exemple.

En ce qui suit est présenté le raisonnement utilisé dans la création de ces fichiers Excel pour le cas de la trace du plan cristallographique {hkl} dans le plan macroscopique formé par les directions normale et transverse (plan-DE).

La [figure I](#) présente schématiquement la trace d'un plan cristallographique {hkl} dans le plan macroscopique créé par les deux axes macroscopiques, normale et transverse respectivement.



**Figure I: Représentation schématique de la trace du plan {hkl} dans le plan-DE.**

Parce que:

- la trace du plan {hkl} est contenue dans le plan DN-DT il résulte qu'elle est perpendiculaire à l'axe DE:

$$\text{Trace}^{(hkl)} \perp \text{DE} \quad (1)$$

- la trace du plan {hkl} est contenue dans le plan {hkl} il résulte qu'elle est perpendiculaire à la normale à ce plan:

$$\text{Trace}^{(hkl)} \perp \vec{n}_{(hkl)} \quad (2)$$

Des équations (1) et (2) il résulte que :

$$\text{Trace}^{(hkl)} = \overline{DE} \wedge \vec{n}_{(hkl)} \quad (3)$$

Vu le fait que:

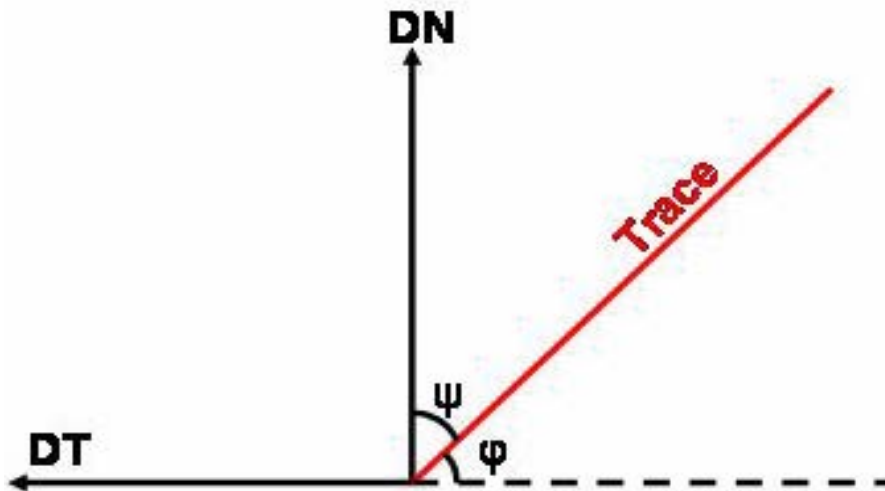
$$\overline{DE} = M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4)$$

où:  $M(g_A)$  – c'est la matrice de changement de base présentée au (§II.2.1);

il résulte que:

$$\text{Trace}^{(hkl)} = M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \quad (5)$$

Dans la [figure II](#) sont représentés les deux angles  $\varphi$  et  $\psi$  faits par la trace du plan cristallographique {hkl} avec les deux directions macroscopiques transverse et normale respectivement.



**Figure II: Représentation (dans le plan DE) des angles  $\varphi$  et  $\psi$  faits par la trace du plan {hkl} avec la direction transverse et la direction normale respectivement.**

Il résulte de la [figure II](#) et de l'équation (5) que :

$$\varphi = \frac{\text{Arcos} \left[ \left( M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \right) \bullet M(g_A) \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix} \right]}{\left\| M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \right\| \times \left\| M(g_A) \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix} \right\|}} \quad (6)$$

$$\psi = \frac{\text{Arcos} \left[ \left( M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \right) \bullet M(g_A) \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \right]}{\left\| M(g_A) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \right\| \times \left\| M(g_A) \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \right\|}} \quad (7)$$