



HAL
open science

Mécanismes d'évolution de texture au cours du recuit d'alliages de zirconium et de titane

François Gerspach

► **To cite this version:**

François Gerspach. Mécanismes d'évolution de texture au cours du recuit d'alliages de zirconium et de titane. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2007. Français. NNT : 2007METZ032S . tel-01749004

HAL Id: tel-01749004

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749004v1>

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

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.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THESE

Présentée à



L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE - METZ

Par

François GERSPACH

Pour la délivrance du diplôme de :

Docteur de l'Université Paul Verlaine - Metz

SPECIALITE : Sciences des Matériaux - Physique

Mécanismes d'évolution de texture au cours du recuit d'alliages de Zirconium et de Titane

Soutenue le 17 Décembre 2007 à Metz, devant le jury composé de :

Mme Hélène RÉGLÉ	Arcelor Research Center, Arcelor-Mittal	Rapporteur
M. Julian DRIVER	École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne	Rapporteur
M. Dmitri MOLODOV	Université RWTH, Aachen (Allemagne)	Examineur
M. Alain VASSEL	Office National d'Études et Recherches Aéronautiques	Examineur
M. Laurent LEGRAS	EDF Recherche & Développement	Examineur
M. Pierre BARBERIS	Compagnie Européenne du Zirconium	Examineur
M. Francis WAGNER	Université Paul Verlaine - Metz	Directeur de thèse
Mlle. Nathalie BOZZOLO	Université Paul Verlaine - Metz	Co-encadrant

Mécanismes d'évolution de texture au cours du recuit d'alliages de Zirconium et de Titane

Le Zirconium et de Titane sont des métaux de structure hexagonale. Ils présentent donc une plus faible symétrie cristalline que les métaux usuels (Fer, Aluminium,...), et par conséquent une anisotropie de propriété très marquée.

Malgré cette forte anisotropie et les applications exigeantes dans lesquelles sont employés leurs alliages, les mécanismes de recristallisation et de changement de texture dans ces métaux ont été peu étudiés en comparaison de leurs homologues cubiques.

Récemment, la thèse de Nathanael Dewobroto, dans la continuité de laquelle s'inscrivent les travaux présentés ici, a permis de décrire plus précisément les mécanismes de recristallisation dans le Zirconium et le Titane faiblement allié, laminé à 80%. À l'aide d'une description détaillée de l'évolution de texture et de microstructure au cours du recuit, Dewobroto a établi que la texture globale était peu modifiée au cours de la recristallisation primaire. La texture de fin de recristallisation présente les mêmes caractéristiques que la texture de déformation avec une intensité de la composante de déformation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ affaiblie, au profit de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Une analyse des cartographies d'orientation des microstructures au début de la germination a permis d'établir que la germination se produisait principalement dans les zones les plus déformées de la microstructure, et qu'elle n'instaurait pas de sélection d'orientation. En fin de recristallisation, l'examen des textures partielles des plus gros et plus petits grains recristallisés a indiqué que l'affaiblissement de texture résultait d'une croissance faiblement orientée de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Cette sélection de croissance confère un avantage de taille aux grains de cette composante en fin de recristallisation, ce qui va leur permettre d'imposer le changement de texture pendant la phase de croissance de grains, en faisant progressivement disparaître les grains de taille plus faible.

L'étude de l'évolution de texture au cours du recuit après différents chargement initiaux nous a permis d'établir que ce comportement n'est pas général au Zirconium. Nous avons notamment montré que:

- pour des faibles taux de déformation en laminage croisé, la texture de recristallisation évolue très vite, en raison de la distribution d'orientation spécifique des germes dans la microstructure initiale,
- après laminage transverse, la texture évolue également rapidement en raison d'une corrélation entre énergie de déformation et orientation, qui accroît l'effet de la croissance orientée,

de plus, les mécanismes de changement de texture au cours de la croissance normale des grains ont été étudiés par le biais de modélisations numériques, et les mécanismes de croissance anormale ont été élucidés.

Mechanisms of texture evolution during annealing of Zr and Ti alloys

Zirconium and Titanium are hexagonal metals. Thus, they have a weaker symmetry than cubic metals, and a stronger crystalline anisotropy. Despite this strong anisotropy, the fundamental mechanisms of the texture evolution of these metals have not been deeply investigated yet.

We studied here the texture and microstructure evolution during annealing after several conditions of deformation, and showed that :

- slow texture change is expected in grain growth after severe rolling, because of oriented growth
- rapid texture change after low reductions is due to oriented nucleation
- transverse rolling gives rise to a correlation between orientation and stored energy in the deformed material, which also induces fast texture changes

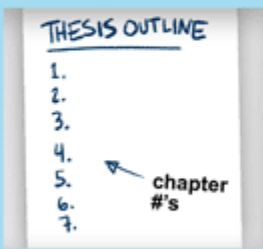
These mechanisms have been explained on the basis of microstructure specificities.

In addition, texture evolution during normal grain growth was studied and the use of modeling allowed to confirm some hypotheses made on boundary mobility anisotropy. The mechanisms of appearance of abnormal grain growth have also been clarified.

WRITING YOUR THESIS OUTLINE

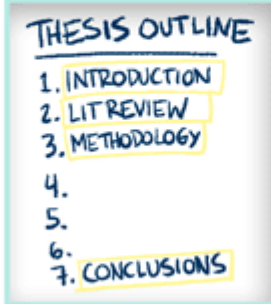
NOTHING SAYS "I'M ALMOST DONE" TO YOUR ADVISOR/ SPOUSE/PARENTS LIKE PRETENDING YOU HAVE A PLAN

STEP 1 Aim for a respectable number of chapters:



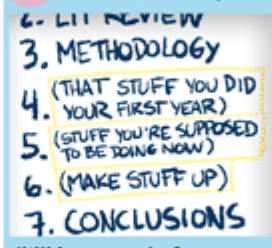
5 = "That's IT??"
6-7 = "Not bad"
8+ = "Are you crazy??"

STEP 2 Fill in the "freebies":



You're half way done!

STEP 3 Make up titles for the "meat" chapters:



(It'll be years before you actually have to work on that later chapter, and by then your thesis topic will have changed anyway)

STEP 4 Voilà! You just bought yourself another two years



JORGE CHAM © 2006

Remerciements

Le travail présenté ici s'est déroulé au Laboratoire d'étude des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM) à Metz, sous la direction vigilante de Francis Wagner et l'encadrement méticuleux de Nathalie Bozzolo. Je les remercie chaleureusement tous deux de m'avoir encadré durant ces 3 années, d'avoir été disponibles pour satisfaire ma curiosité, et d'avoir alimenté nos farouches débats de leurs opinions respectives,

Je remercie également Hélène Réglé et Julian Driver d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail, ainsi que les autres membres du jury, Messieurs Barberis, Legras, Molodov, et Vassel. J'espère sincèrement qu'ils trouveront un intérêt à la lecture de mon travail,

(d'une manière générale, je tiens à remercier profondément chaque personne qui tient cette thèse -fruit d'une réflexion poussée et d'un effort de rédaction soutenu- entre ces mains, avec l'intention de la lire)

La très bonne ambiance générale au sein du LETAM a beaucoup contribué au plaisir que j'ai eu à faire ce travail, et je tiens à en remercier tous les membres sans exceptions, mais puisqu'il est d'usage de "citer", alors je souhaite remercier Ananthi pour ses délicieux chocolats, Alain Albert et Thierry pour les discussions collégiales, Bertrand pour ne jamais rater les tâches sur mes vêtements, Daniel pour les meuglements du deuxième étage, David pour les heures de commérages, Ji Gang pour ses conseils nutritionnels, Juan pour m'avoir héberger quand j'en avais vraiment besoin, Lionel pour son innocence "profonde", Manu pour ses arrêts périodiques du tabac, Suhashi pour avoir assimilé les variétés françaises les plus médiocres, Yudong pour sa présence indispensable, les autres, pardonnez moi... je vous remercie tous pour tous les bons moments, et les bons repas partagés.

Je remercie particulièrement Grzegorz, avec qui j'ai eu le plaisir de partager mon bureau, et bien plus, pendant près de trois ans. J'espère me souvenir longtemps de nos discussions, souvent constructives....

J'exprime également ma gratitude envers Armand, Jean-Jacques, Christian et Bernard pour l'aide qu'ils m'ont apporté sur les mesures de texture,

Un grand merci à Joseph Gilgert, et tout le personnel technique en charge des traitements thermiques à l'ENIM, sans lesquels je n'aurais pu réaliser nombre de mes expériences,

J'envoie également mes meilleurs sentiments à Kais, Lolo, Moumou, Audrey, Olivier et Sylvain. Je n'oublierais jamais nos réunions de soutien des thésards anonymes,

Merci également à toute ma famille pour leurs encouragements, et pour avoir réussi à s'abstenir autant que possible de me demander comment avançait ma thèse,

Merci à la communauté d'utilisateurs d'Open Office, à l'encyclopédie libre Wikipédia, aux couchsurfiere de tous les pays, et de manière générale à toutes les personnes désintéressées,

Merci à la vie,

Merci à Elena, et son soutien sans faille.

Table des Matières

Introduction	1
Chapitre 1: Méthodes expérimentales	7
<hr/>	
1.1 Matériaux étudiés	7
1.1.a. Matériau initial	7
1.1.b. Traitements thermomécaniques effectués	7
1.1.b.1. Déformation	7
1.1.b.2. Recuit	8
1.1.c. Préparation des échantillons	9
1.2. Caractérisation des matériaux	10
1.2.a. Caractérisation de la texture globale	10
1.2.a.1 Mesure par diffraction de Rayons X	10
1.2.a.2 Calcul des textures	10
1.2.b. Caractérisation de la microstructure	12
1.2.b.11 Traitement des cartographies d'orientation	12
1.2.b.2. Distributions des tailles de grains	14
1.2.b.3. Distributions des angles de désorientation	16
1.2.b.4. Obtention des fractions recristallisées	16
1.2.b.5. Textures basées sur les données d'EBSD	18
1.3. Modélisation de la croissance de grains	19
Chapitre 2: Étude bibliographique	23
<hr/>	
2.1. Mécanismes de déformation	23
2.1.a. Déformation plastique	23
2.1.b. Mécanismes de déformation dans les hexagonaux	25
2.1.b.1. Glissement principal	25
2.1.b.2. Autres systèmes de glissements	26
2.1.b.3 Maclage	27
2.1.b.4 Pliage en genou	28
2.1.c. Microstructures déformées	29
2.1.c.1. Influence des propriétés du polycristal	29
2.1.c.1.1. Tailles des grains	29

2.1.c.1.2. Texture	30
2.1.c.2. Interactions entre grains	30
2.1.c.3. Hétérogénéités de microstructure	31
2.2. Recristallisation	33
2.2.a. Mécanismes de recuit	33
2.2.b. Croissance de grains	34
2.2.b.1. Force motrice pour la croissance des grains	35
2.2.b.2. Mécanismes de la croissance des grains	36
2.2.b.3. Structure des joints de grains	37
2.2.b.4. Migration des joints de grains	41
2.2.b.5. Cinétique de la croissance de grain	42
2.2.b.6. Croissance anormale	44
2.2.c. Germination	45
2.2.c.1. Croissance des sous-grains par rotation et coalescence	45
2.2.c.2. Croissance des sous-grains par migration des joints	46
2.2.c.3. Sites Préférentiels	47
2.2.d. Recristallisation continue	48
2.2.e. Mécanismes de changement de texture au cours du recuit	49
2.2.e.1. Recristallisation primaire	50
2.2.e.2. Croissance de grains: application aux alliages de structure hexagonale	52
Chapitre 3: Évolution de texture globale du Zr702	55
<hr/>	
3.1. Textures de déformation	56
3.1.a. Évolution de texture en laminage simple	56
3.1.b. Évolution de texture en laminage transverse:	57
3.1.c. Évolution de texture en laminage croisé:	58
3.2. Évolutions de textures au cours du recuit	59
3.2.a. Évolutions de texture globale	59
3.2.a.1. 40% de réduction (taux de réduction faible)	60
3.2.a.2. 50% et 60% de réduction (taux intermédiaires)	62
3.2.a.3. 80% de réduction	64
3.2.b. Textures partielles en fin de recristallisation	66
3.2.b.1. Cas avec changement de texture en croissance de grains.	66
3.2.b.2. Cas avec très peu de changement de texture	68
3.2.b.3. Cas de changement de texture progressif	69
3.2.c. Croissance de grains prolongée	70

3.3. Discussion	73
3.3.a. Texture de déformation	73
3.3.b. Évolutions de texture au cours du recuit	76
3.3.b.1. Recuits après des taux de réduction importants.	76
3.3.b.2. Recuits après des taux de réductions moins importants.	77
3.3.b.3. Influence du mode de laminage.	79
3.3.c. Croissance de grains prolongée	80
3.4. Conclusion	82

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation **85**

4.1. Analyse des microstructures déformées	85
4.1.a. Évolution de la microstructure au cours du laminage	87
4.1.a.1. Faibles taux de laminage croisé	87
4.1.a.2. Laminage unidirectionnel à 50%	88
4.1.a.3. Laminage à 80%	91
4.1.c. Textures partielles dans les microstructures déformées	93
4.2. Germination	95
4.2.a. Évolution microstructurale	95
4.2.a.1. Premiers stades de germination	95
4.2.a.1. Évolution du nombre de grains	96
4.2.b. Taille des nouveaux grains	98
4.2.c. Orientations des nouveaux grains	100
4.2.c.1. Cas sans changement de texture en recristallisation	100
4.2.c.2. Cas avec changement de texture en recristallisation	103
4.2.c.2.1. Faibles taux de réductions	104
4.2.c.2.2. Laminage transverse	105
4.3. Discussion	107
4.3.a. Sélections d'orientations aux premiers stades de la recristallisation	107
4.3.a.1. Après 40% de laminage croisé	107
4.3.a.2. Après laminage transverse	110
4.3.b. Formation des microstructures déformées	113
4.3.b.1. Faibles taux de réduction	113
4.3.b.2. Influence du mode de laminage	115
4.4. Conclusions	116

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation	119
<hr/>	
5.1. Évolution de microstructure et de texture au cours de la recristallisation	119
5.1.a. Cinétiques de recristallisation	119
5.1.b. Orientations des grains recristallisés	120
5.1.b.1. Laminage simple	120
5.1.b.2. Laminage croisé	122
5.1.b.3. Laminage transverse	123
5.1.c. Microstructures en fin de recristallisation	124
5.1.c.1. Distributions de tailles des grains	124
5.1.c.2. Caractéristiques des joints de grains	125
5.2. Observation expérimentale des mécanismes de recristallisation	128
5.2.a. Recristallisation continue	128
5.2.b. Restauration poussée	129
5.2.c. Croissance des grains dans la matrice déformée	132
5.2.d. Compétition de croissance entre grains recristallisés	133
5.3. Discussion: mécanismes jouant un rôle dans l'obtention de l'avantage de taille	135
5.3.a. Synthèse des mécanismes de recristallisation observés	135
5.3.a.1. Mécanismes aidant à la rétention de texture	135
5.3.a.2. Mécanismes induisant une sélection d'orientation	137
5.3.a.3. Importance de la compétition de croissance de grains	139
5.3.b. Origine de l'avantage de taille dans les matériaux fortement laminés	139
5.4. Conclusions	143

Chapitre 6: Croissance de grains	145
<hr/>	
6.1. Observations expérimentales	145
6.1.a. Évolutions de textures et microstructure en croissance de grains	145
6.1.a.1. Cas du titane commercialement pur	146
6.1.a.2. Recuits prolongés du Zr702	149
6.1.a.2.1. Laminage simple à 80%	149
6.1.a.2.2. Laminage croisé	151
6.1.a.2.3. Laminage transverse	154
6.1.b. Caractérisation des microstructures	155
6.1.b.1. Distributions de tailles de grains	155
6.1.b.2. Hétérogénéités de texture	158
6.1.b.3. Distribution des désorientations	159
6.2. Modélisation de la croissance de grains	161

6.2.a. Mise en oeuvre de la simulation	161
6.2.b. Prise en compte de spécificités du Zirconium et du Titane	163
6.2.b.1. Corrélacion taille/orientation	164
6.2.b.2. Distribution de taille de grains	165
6.2.b.3. Anisotropie des propriétés des joints de grains	166
6.2.b.4. Hétérogénéités de texture	168
6.3. Résultats de la simulation d'évolution de texture du Zirconium	170
6.3.a. Zr702 laminé simple à 80%	170
6.3.b. Laminage croisé à 80%	172
6.4. Discussions	173
6.4.a. Anisotropie des propriétés des joints de grains	173
6.4.b. Influence de la croissance symétrique	175
6.4.c. Croissance anormale	180
6.5. Conclusions	182
Conclusions générales	185

Introduction: évolutions de texture au cours de la recristallisation des alliages de Titane et de Zirconium

1 État de l'art

Le Zirconium et le Titane sont des métaux de structure hexagonale (cf. Fig. 1-1). Ils présentent donc une plus faible symétrie cristalline que les métaux usuels (Fer, Aluminium,...), et par conséquent une anisotropie des propriétés plus marquée.

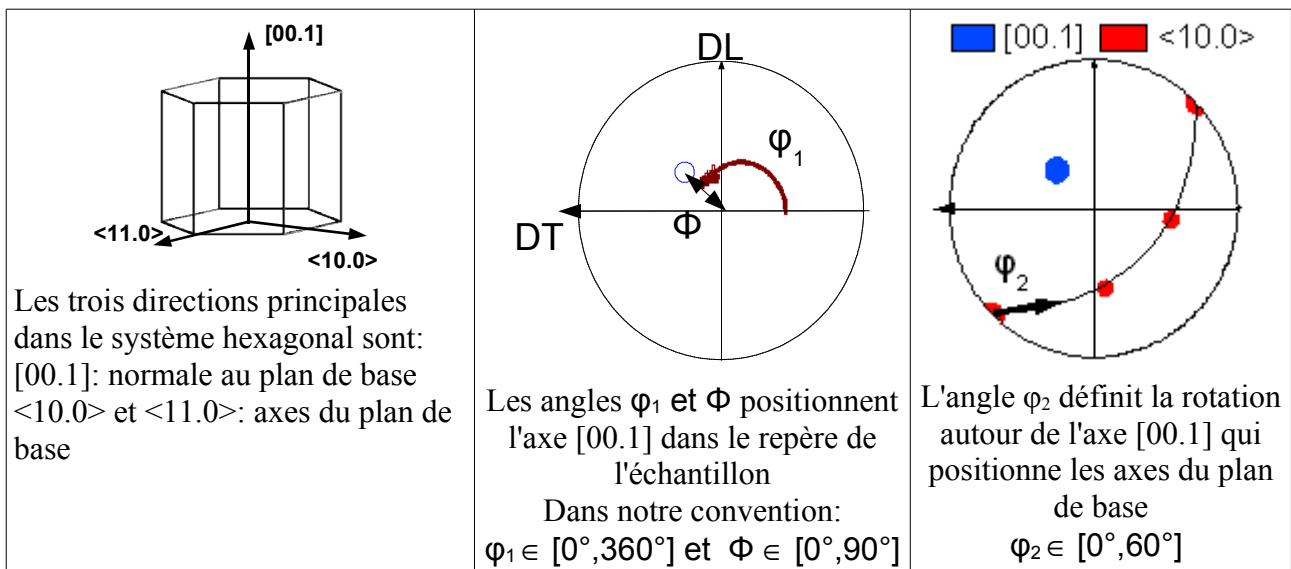


Figure 1-1: Définition du cristal hexagonal et lecture des angles d'Euler sur les figures de pôles (une définition complète des orientations est donnée en figure 1-5)

Malgré cette forte anisotropie et les applications exigeantes dans lesquelles sont employés leurs alliages (aéronautique, industrie nucléaire,...), les mécanismes de recristallisation et de changement de texture dans ces métaux ont été peu étudiés en comparaison de leurs homologues cubiques. Pour le cas de l'évolution de texture dans les métaux CFC par exemple, les deux théories de germination orientée et croissance orientée ont été ardemment disputées pendant plusieurs décennies, et donné lieu à de très nombreuses études. Pendant cette période, on peut constater que les métaux hexagonaux sont restés largement « oubliés », et que seuls quelques travaux ont donné lieu à des caractérisations microstructurales détaillées.

La plupart des revues ont alors décrit les évolutions de textures observées, et leur influence pour les applications auxquelles les alliages concernés étaient destinés [Gre73, Ten80, Kah72, Phi83]. Cependant, les mécanismes fondamentaux gouvernant ces

Introduction: évolutions de texture au cours de la recristallisation des alliages de Titane et de Zirconium

évolutions de texture, en déformation aussi bien qu'au cours du recuit restaient incompris.

Une des premières études de la recristallisation du Zirconium se trouve dans les travaux de McGeary et Lustman [McG51, McG53]. Ces auteurs ont constaté une recristallisation résultant de la croissance normale de sous-grains, qui s'accompagne d'une rotation de la texture autour de $[00.1]$ dont l'amplitude augmente graduellement avec l'avancement de la fraction recristallisée. Ces conclusions indiquaient que les mécanismes de recristallisation dans le Zirconium étaient différents de ceux des autres métaux, qui impliquent plutôt la migration de joints de fortes désorientations. Dans une tentative de clarification de cette question, Hu et Cline [Hu68] ont tenté de définir les mécanismes de réorientation au cours du recuit de Titane, dont la cristallographie est très proche. Leur étude sur du Titane iodé a laissé alors entendre que la recristallisation se produit dans ce métal comme dans tous les autres métaux.

Une des premières études détaillées de la recristallisation du Titane, mêlant à la fois texture globale et mécanismes fins, se trouve dans la thèse de Shigehisa Naka [Nak78], qui offre une description assez complète des mécanismes se produisant après différents taux de réduction par laminage et températures de recuits. Les conclusions de Naka étaient alors que les cas de rétention de la texture pouvaient s'expliquer par des mécanismes de recristallisation continue, alors que les évolutions de texture au cours du recuit résultaient d'une combinaison de germination et croissance orientée.

Récemment, la thèse de Nathanael Dewobroto [Dew04], dans la continuité de laquelle s'inscrivent les travaux présentés ici, a permis de décrire plus précisément les mécanismes de recristallisation dans le Zirconium et le Titane faiblement alliés, laminés à 80%. À l'aide d'une description détaillée de l'évolution de texture et de microstructure au cours du recuit, Dewobroto a établi que la texture globale était peu modifiée au cours de la recristallisation primaire. La texture de fin de recristallisation présente les mêmes caractéristiques que la texture de déformation avec une intensité de la « composante de déformation » $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ affaiblie, au profit de la « composante de croissance de grains » $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ (cf. Fig 1-2). Une analyse des cartographies d'orientation des microstructures en début de recuit a permis d'établir que la recristallisation se produisait très rapidement dans les zones les plus déformées de la microstructure, et qu'elle n'instaurait pas de sélection d'orientation. En fin de

recristallisation, l'examen des textures partielles des plus gros et plus petits grains recristallisés a indiqué que l'affaiblissement de texture résultait d'une croissance « faiblement orientée » de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Cette croissance sélective confère un avantage de taille aux grains de cette composante en fin de recristallisation, ce qui va leur permettre d'imposer le changement de texture pendant la phase de croissance de grains, en faisant progressivement disparaître les grains de taille plus faible.

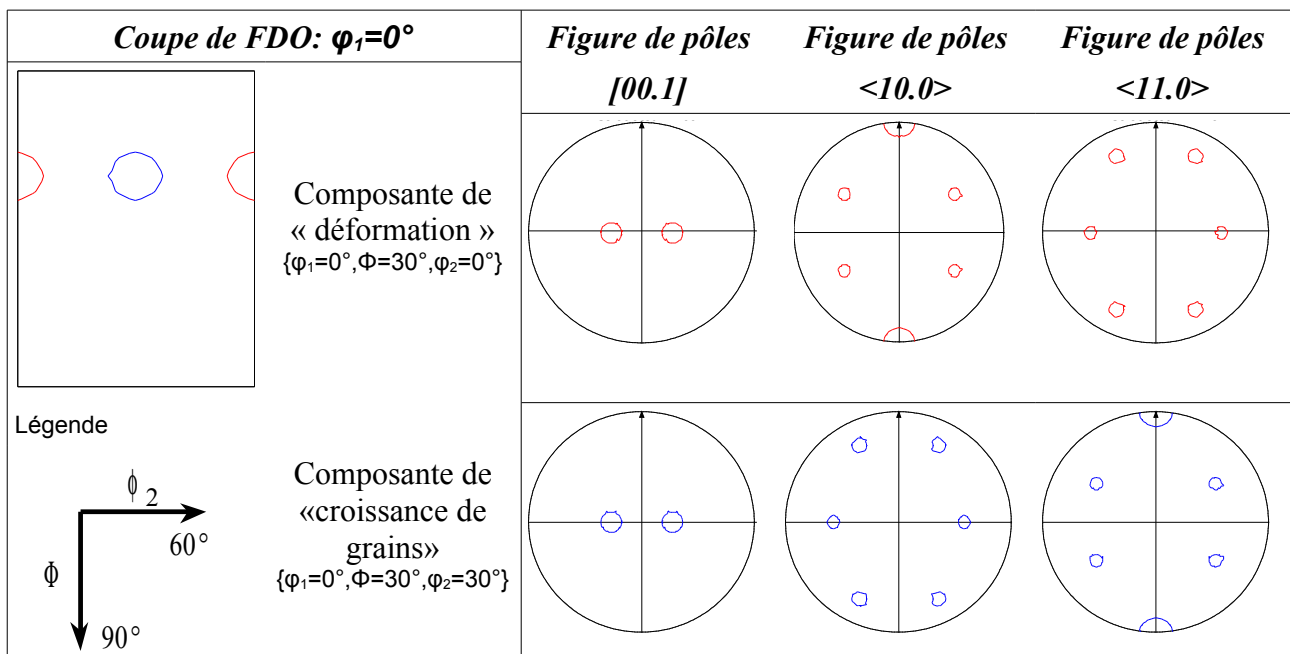


Figure 1-2: Composantes idéales dans le Zirconium et le Titane laminé simple à 80%, et correspondance entre FDO et figure de pôles: les composantes sont sur la coupe $\varphi_1=0^\circ$ (les composantes symétriques sont sur la coupe $\varphi_1=180^\circ$), en rouge, la « composante de déformation » $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ caractérisée par des axes $[00.1]$ inclinés de 30° de DN vers $\pm DT$, et une direction $\langle 10.0 \rangle$ alignée avec la direction de laminage, en bleu, « la composante de croissance de grains » $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ qui est caractérisée par une direction $\langle 11.0 \rangle$ alignée avec la direction de laminage,

Plus récemment encore, la thèse de Kangyin Zhu [Zhu06] a fourni une étude détaillée des mécanismes de déformation et de recristallisation dans un autre alliage de Zirconium (Zr-2Hf). Cette étude n'a globalement pas contredit les conclusions de Dewobroto, bien que l'évolution de texture observée aie été plus rapide que celle décrite dans le Zr702. Des hypothèses supplémentaires ont été apportées pour expliquer la sélection d'orientation au cours de la croissance des nouveaux grains, notamment:

Introduction: évolutions de texture au cours de la recristallisation des alliages de Titane et de Zirconium

- une corrélation entre l'énergie de déformation et l'orientation des grains, permettant aux grains recristallisés dont l'orientation appartient à la « composante de déformation » d'apparaître dans les zones les plus densément peuplées, ce qui limiterait leur croissance,
- une contribution particulière de certains joints spéciaux de type CSL (Coïncidence Site Lattice) susceptibles d'avoir une mobilité importante, comme le joint $\Sigma 13$ (27° autour de $[00.1]$), pour favoriser la croissance des grains de la « composante de croissance de grains », favorablement désorientés de la composante majoritaire (cf. Fig. 1-3).

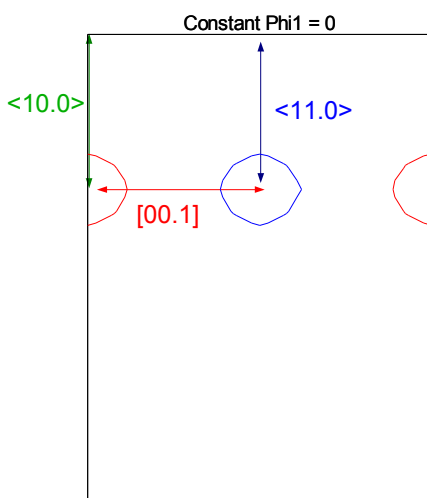


Figure 1-3: désorientations entre les composantes de texture sur la coupe de FDO à $\varphi_1=0^\circ$:

- la désorientation entre les composantes « de déformation » et « de croissance de grains » est une rotation d'axe $[00.1]$, de même que $\{\varphi_1, \Phi, \Delta\varphi_2\}$
- la désorientation entre les composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ et $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ est une rotation d'axe $\langle 10.0 \rangle$
- la désorientation entre les composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ et $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ est une rotation d'axe $\langle 11.0 \rangle$

2 Démarche suivie pour cette étude

L'objectif général de cette thèse est de vérifier si les conclusions de Dewobroto émises dans le cas du laminage simple à 80% peuvent être généralisées dans d'autres cas de déformation, et d'établir les mécanismes responsables de la corrélation taille orientation dans les microstructures recristallisées. À cet effet, une étude systématique des évolutions de texture globales est présentée pour des échantillons laminés à froid dans différentes directions et à différents taux de réduction:

- les différents taux de réduction appliqués, en particulier l'utilisation de déformations plus faibles, va permettre de mieux comprendre la formation des microstructures déformées, et l'influence des différentes sous-structures sur les mécanismes de recristallisation activés dans le Zirconium,
- l'étude des matériaux laminés dans différentes directions va quand à elle permettre d'observer des évolutions de texture basées sur différentes textures initiales,

- en comparant ces différentes évolutions, on pense alors pouvoir identifier des caractéristiques communes qui vont nous permettre une meilleure compréhension des mécanismes fondamentaux d'évolution de texture.

Au long de ce manuscrit, nous allons dans un premier temps montrer ces évolutions de texture globale mesurées par diffraction des rayons X au cours du recuit des différents matériaux produits. Cette description sera faite au chapitre 3.

Au cours du chapitre 4, on présentera les différentes microstructures déformées ainsi que les mécanismes opérant au début de recristallisation, qui sont par ailleurs les mécanismes actifs dans les parties les plus déformées des microstructures. À cette occasion, on tentera d'identifier les mécanismes d'évolutions de texture actifs aux premiers stades du recuit.

On décrira dans le chapitre 5 les mécanismes opérant dans la suite du processus de recristallisation (dans les zones moins déformées), et les raisons de l'établissement de la corrélation taille/orientation seront inspectées en profondeur.

Pour finir, les mécanismes de croissance de grains seront étudiés au cours du chapitre 6. La comparaison des différentes évolutions observées pourra alors permettre d'établir les raisons de ces évolutions. L'utilisation de simulations numériques va également aider à valider certaines des hypothèses émises.

3 Annotations utilisées

Pour des raisons de clarté du manuscrit, il y sera fait un usage très limité des abréviations et annotations. Cependant, des contraintes d'espace et de lisibilité nous ont poussé à utiliser la nomenclature décrite dans le tableau 1-1, que le lecteur pourra rencontrer dans quelques figures.

LS:	Laminage simple	Def:	État déformé
LC:	Laminage croisé	Rex:	État recristallisé
LT:	Laminage transverse	GG:	Croissance de grains
DL:	Direction de laminage	DRX:	Diffraction des Rayons X
DT:	Direction transverse	EBSD:	diffraction des électrons rétrodiffusés
DN:	Direction Normale		

Tableau 1-1: différentes abréviations utilisées dans le manuscrit

Chapitre 1: Méthodes expérimentales

1.1. Matériaux étudiés

1.a) Matériau initial

Au cours de cette étude, nous avons principalement utilisé un alliage de Zirconium (Zr702). Ce matériau est monophasé α (structure hexagonale de rapport $c/a= 1,593$) et comporte quelques précipités (environ 0,3%), principalement intermétalliques, en raison des impuretés qu'il contient [Bar02, Dew04]. Du Titane commercialement pur (T40) a été également utilisé pour l'étude de la croissance des grains. Le T40 est également monophasé α ($c/a=1,587$) et sa teneur en précipités est plus faible, de fait la croissance y est plus rapide. Ces matériaux ont été fournis par la société CEZUS sous la forme de tôles laminées à chaud et recristallisées de 3mm d'épaisseur. Leurs microstructures sont équiaxes, et leurs compositions chimiques sont données dans le tableau 1-2:

	<i>Al</i>	<i>C</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>H</i>	<i>Hf</i>	<i>N</i>	<i>Ni</i>	<i>O</i>	<i>Si</i>	<i>Sn</i>	<i>Ti</i>	<i>Balance</i>
Zr702	25	54	206	802	<3	127	55	60	1308	21	2769	175	Zr
T40	-	52	-	237	3	-	41	-	1062	<100	-	-	Ti

Tableau 1-2: compositions chimiques des alliages étudiés (en ppm massique)

Le tableau 1-3 résume quelques unes des caractéristiques de ces alliages.

	Zr702	T40
<i>c/a</i>	1,593	1,587
<i>Température de fusion</i>	1852°C	1668°C
<i>Température alpha/beta</i>	865°C	882°C
<i>Taille de grains</i>	7 μm	30 μm

Tableau 1-3: caractéristiques des alliages utilisés

1.b) Traitements thermomécaniques effectués

1.b.1 Déformation

La déformation à froid de ces tôles a été réalisée au LETAM à l'aide d'un laminoir de laboratoire. Plusieurs taux de laminage ont été réalisés: 40%, 50%, 60% et 80%. Le taux de laminage étant défini comme le taux de réduction appliqué en épaisseur:

$$\text{Réduction} = \frac{e_i - e_f}{e_i} \cdot 100$$

e_i et e_f étant respectivement l'épaisseur initiale et finale de la tôle (3mm).

Ces réductions ont été opérées à température ambiante, en présence de lubrifiant, et par passes successives ne réduisant jamais l'épaisseur de plus de 3%.

Trois modes de laminage différents ont été utilisés, que nous définirons par rapport au système de coordonnées de la tôle laminée à chaud $\{DL_0; DT_0; DN_0\}$:

- laminage simple: laminage dans la direction de laminage à chaud DL_0 ,
- laminage transverse: laminage dans le plan de la tôle, selon la direction transverse DT_0 ,
- laminage croisé (alterné): applications successives de passes de laminage simple et transverse selon DL_0 et DT_0 ,

Pour préserver une symétrie d'échantillon orthorhombique, les deux sens de chaque direction de laminage ont été utilisés; de même les deux faces de la tôle ont été permutées. Il est à noter que la direction normale des tôles peut être notée DN_0 ou DN .

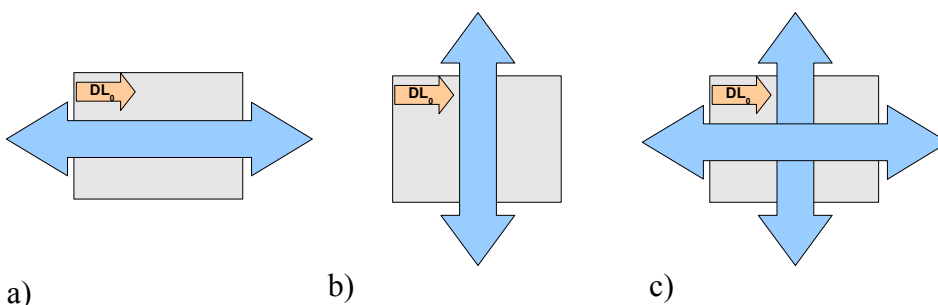


Figure 1-4:
explication schématique
des différents modes de
laminage utilisés
a) laminage simple
b) laminage transverse
c) laminage croisé

1.b.2 Recuit

Deux types de fours ont été utilisés pour effectuer les recuits sur les échantillons:

- pour produire des échantillons aux différentes étapes de la recristallisation primaire, un four à bain de sel a été mis à disposition par l'École Nationale d'Ingénieurs de Metz (ENIM). Ce four a permis d'effectuer des traitements thermiques très courts, à des températures de 600°C à 650°C. Après ces traitements les échantillons ont été immédiatement refroidis par bain d'huile,
- les états de croissance de grains nécessitant des durées plus longues ou des

températures plus élevées ont été produits au LETAM, dans un four à atmosphère contrôlée (vide primaire + gaz Argon). Ces échantillons ont été refroidis par trempe à l'eau.

Des traitements plus spécifiques (traitements séquentiels) ont été effectués sur des échantillons de Zirconium pour permettre l'observation de zones identiques avant et après le recuit.

En raison de la forte affinité de ce matériau pour l'oxygène, une protection très efficace de la surface analysée est nécessaire afin de permettre une observation ultérieure (sans polissage intermédiaire).

Pour protéger cette surface, nous avons utilisé un deuxième échantillon de Zirconium, dont une surface polie (miroir) était plaquée mécaniquement contre la surface à observer. L'utilisation de surface larges (de l'ordre du cm^2), et de traitements dans le four à bain de sel a permis une bonne protection de ces surfaces:

- ces traitements permettent alors d'observer l'évolution d'une microstructure, et d'en tirer des informations de manière directe,
- des essais préliminaires ont montré que le mouvement des joints de grains à la surface de l'échantillon était possible,
- cependant, nous suspectons que cette surface freine les dislocations de manière plus importante, ce qui biaise l'observation des mécanismes de recristallisation.

1.c) Préparation des échantillons

Les échantillons prélevés dans les tôles pour la mesure de texture globale par DRX mesurent au minimum 2*2 centimètres de côté, dans le plan DL-DT. Ils ont été polis mécaniquement jusqu'à mi-épaisseur environ en utilisant du papier abrasif de 320 à 4000 grains/ mm^2 .

Ce polissage mécanique est suivi d'un polissage de finition effectué au moyen d'un disque feutré et d'une solution à base de gel de silice (OPS), jusqu'à obtenir un poli miroir.

Pour la caractérisation microstructurale, le début de la préparation est similaire, cependant les échantillons sont plus petits et la préparation de la section transverse est favorisée. Une dernière étape est également nécessaire pour supprimer l'écrouissage de surface:

- pour le Zr702, un polissage électrolytique à l'aide d'une solution contenant 80% d'acide

acétique glacial, et 20% d'acide perchlorique (70% pureté). Ce polissage est effectué sous une tension de 17V pendant 10s et à une température proche de 5°C,

- pour le T40, l'emploi de peroxyde d'hydrogène mélangé à la solution d'OPS permet de s'affranchir de l'étape de polissage électrolytique.

1.2. Caractérisation des matériaux

2.a) Caractérisation de la texture globale

2.a.1 Mesure par diffraction de Rayons X

Les échantillons ainsi dénués d'écaillage de surface sont mesurés à l'aide d'un goniomètre de texture, muni d'une anticathode de Cobalt. Le faisceau est canalisé par un collimateur de 0,8mm de diamètre, et le détecteur est placé à 250mm de l'échantillon, avec une ouverture des fentes verticales de 6mm.

Les 5 figures de pôles mesurées sont données dans le tableau 1-4. La mesure de ces figures a été effectuée avec un pas de 2,5° en déclinaison, 5° en azimut et un temps de comptage de 6s par pas.

Plan cristallographique	{00.2}	{10.1}	{10.2}	{11.0}	{10.3}
2 θ (anticathode de Co)	40,6°	42,5°	56,3°	67,10°	75,33°

Tableau 1-4: plans cristallographiques mesurés par DRX

2.a.2 Calcul des textures

Pour déterminer la **Fonction de Distribution des Orientations**, $f(g)$, on doit résoudre l'équation fondamentale:

$$P_{hi}(y) = N_i \cdot I_{hi}(y) = \oint_{h_i // y} f(g) dg$$

où $P_{hi}(y)$ est la densité de pôles dans la direction $\langle y \rangle$ de l'échantillon, équivalente au produit des intensités expérimentales des plans cristallins de normale $\langle hi \rangle$ par le coefficient de normalisation N_i .

Cette détermination est réalisée par la méthode harmonique [Bun65], qui utilise des développements en séries de $P_{hi}(y)$ et $f(g)$ sur la base de fonctions harmoniques. Dans le cas de textures mesurées par DRX, ce calcul a été effectué à l'aide du logiciel TEXEVAL, initialement développé au LETAM [Wag96], avec les paramètres suivants:

- rang initial du développement: 22,
- nombre d'itérations maximum: 20,
- figures recalculées: {12.3} et {20.1},
- rang maximum du développement: 28

Comme trois paramètres suffisent à décrire l'orientation d'un cristal, on utilise les angles d'Euler, qui définissent la rotation nécessaire au repère macroscopique (repère d'échantillon) pour coïncider avec le repère cristallin. Plusieurs conventions existent pour décrire ces angles, on utilisera ici la notation de Bunge [Bun82].

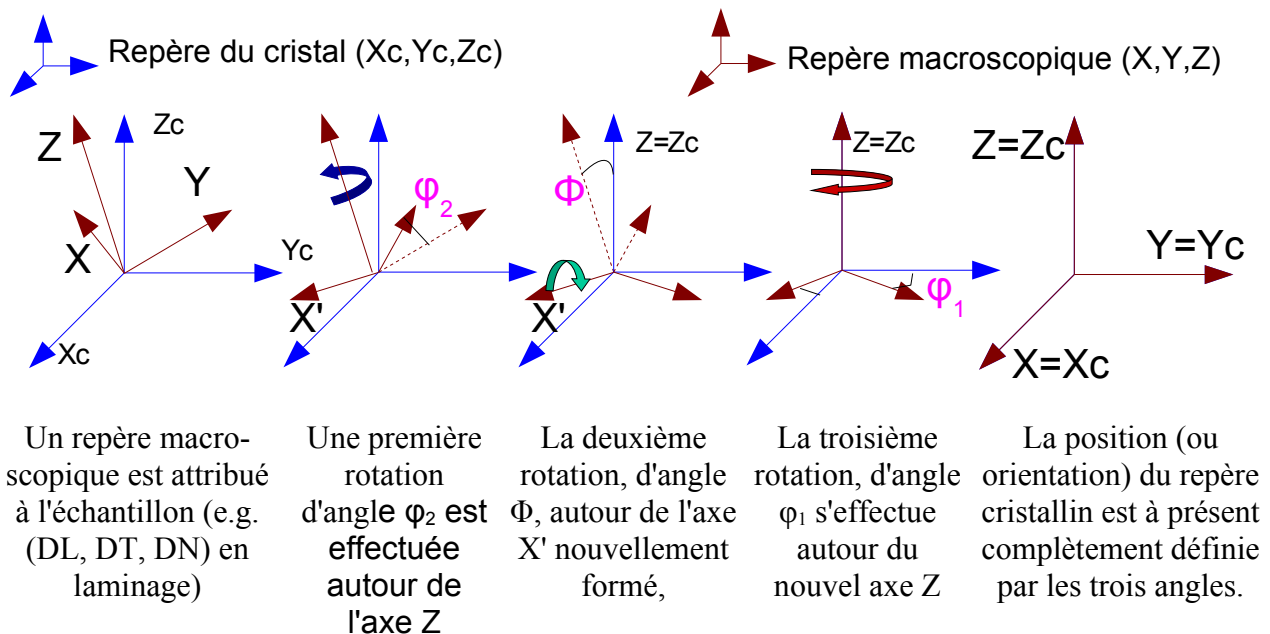


Figure 1-5: définition des angles d'Euler d'après Bunge (les axes cristallographique sont définis ci-dessous)

Selon notre convention, le repère cristallin (X_c , Y_c , Z_c) est défini comme suit:

- $X_c = [10-10]$,
- $Y_c = [-12-10]$,
- $Z_c = [0001]$.

Une fois la fonction de texture connue, on calcule l'**indice de texture**, qui est le paramètre utilisé pour quantifier l'acuité de la texture:

$$J = \oint [f(g)]^2 dg$$

Afin de comparer des textures de manière quantitative, nous avons quelquefois utilisé la **fonction de différence de texture** Δf , qui est définie comme la différence des intensités de deux fonctions en chaque point de l'espace des orientations:

$$\Delta f(g) = f_2(g) - f_1(g)$$

(en pratique, f_1 et f_2 sont discrétisées sur l'espace des orientations par pas de 5°)

L'**indice de différence de texture** peut alors être calculé sur cette fonction. La **fraction volumique réorientée** est également calculée comme l'intégrale des valeurs positives de la différence de texture:

$$V_{dif} = \oint_{\Delta f(g) > 0} \Delta f(g) dg = \frac{1}{2} \oint |\Delta f(g)| dg$$

2.b) Caractérisation de la microstructure

La caractérisation de la microstructure a été principalement faite en microscopie électronique à balayage sur un microscope JEOL JSM 6500-F muni d'un canon à effet de champ, sous une tension d'accélération de 15kV.

Le système EBSD Channel5 de HKL Technology nous a permis d'acquérir des cartographies d'orientation sur les différents échantillons, que nous avons pu analyser à l'aide des logiciels de post-traitement de Channel5.

L'utilisation de cartographies d'orientation permet notamment:

- de distinguer les différents grains des microstructures recristallisées, et d'obtenir des statistiques sur leurs attributs,
- de séparer, souvent de manière univoque, les grains déformés des grains recristallisés,
- de quantifier les gradients d'orientation dans les microstructures déformées,

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

2.b.1 Traitement des cartographies d'orientation

La cartographie d'orientation est constituée d'une liste de pixels de coordonnées (x;y)

auxquels sont attribués des valeurs relatives à la mesure d'orientation qui y a été entreprise, principalement:

- un indice de qualité du cliché de diffraction (appelé contraste de bandes) calculé à partir du contraste des bandes détectées sur le cliché (on peut noter que cet indice est défini en tout point de mesure),
- si le cliché de diffraction a pu être indexé: la phase reconnue, les angles d'Euler $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ qui définissent l'orientation, ainsi que l'écart angulaire moyen entre les bandes détectées et les bandes correspondant à la solution reconnue (dans notre cas l'indexation d'un cliché requiert au minimum la détection de 6 bandes)

Un filtrage des données est effectué en affectant aux pixels non-indexés l'orientation des pixels voisins. Ce filtrage est effectué avec précaution, en particulier dans les cas de microstructures déformées ou partiellement recristallisées, dans lesquels les pixels non-indexés peuvent être concentrés dans des zones plus ou moins importantes.

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

La connaissance de l'orientation pour chaque pixel indexé permet de détecter les grains, qui sont définis comme des regroupements de pixels contigus dont l'orientation est similaire.

La détection automatique de grains se fait alors sur un **critère de désorientation**: les pixels voisins dont la désorientation n'excède pas 5° appartiennent au même grain, une désorientation de plus de 5° entre deux pixels voisins définit donc un joint de grain.

Un complément a été apporté à cette définition pour mieux prendre en compte les structures de faibles désorientations. Si la zone considérée n'est pas entièrement entourée d'une désorientation de 5° , mais si cette dernière peut être **complétée par un joint de désorientation supérieure à 3°** , alors le grain est tout de même défini.

Ceci permet également de s'affranchir des problèmes dûs aux variations d'orientation locales.

Une fois les grains définis, une **orientation moyenne** est assignée à chacun d'eux. Pour calculer cette moyenne, les orientations de chaque pixel du grain sont converties sous la forme de quaternions, qui sont une description à 4 paramètres de l'orientation sous la

forme de vecteurs [Fra88]. Cette représentation permet alors de calculer l'orientation moyenne comme la somme vectorielle des orientations du grain, normalisée [Hum01].

Une **désorientation moyenne** au sein des grains est calculée également. Cette désorientation moyenne est égale à la moyenne des désorientations entre chaque pixel du grain et son orientation moyenne. Elle représente la **dispersion de l'orientation cristalline au sein du grain** qui a été défini.

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

$$S = n.p^2$$

on en déduit le diamètre du disque équivalent, qui sera utilisé pour quantifier les tailles de grains:

$$D_{eq} = \sqrt{\frac{4S}{\pi}}$$

Après la détection de ces grains, un deuxième filtrage des données est réalisé. Il consiste à supprimer tous les grains dont la taille est inférieure à 3 pixels, ainsi que les paquets de pixels isolés résultant des erreurs d'indexations [Sch97, Wag02]

2.b.2 Distributions des tailles de grains

Pour comparer les différentes distributions de tailles de grains, on utilisera préférentiellement les **courbes de distributions cumulées**. Elles ont pour avantages:

- d'être normalisées en taille et en quantité,
- de ne pas nécessiter le choix d'une taille de classe -comme les histogrammes conventionnels- qui peut changer l'interprétation que l'on a des données.

Les courbes de distributions cumulées sont construites comme suit:

- on constitue une liste de N grains ayant chacun une surface S_i ,
- la liste des grains est triée par surface croissante et chaque grain se voit assigné un numéro de 1 à N,
- la surface cumulée est calculée pour chaque grain comme la somme de sa surface ajoutée à la surface cumulée des grains précédents dans la liste

- cette surface cumulée est normalisée par la surface totale et multipliée par 100,
- la même opération de cumul et de normalisation est réalisée sur les numéros des grains.

Ainsi, on obtient pour chaque grain un couple de valeurs {cumul nombre; cumul surface} comprises dans l'intervalle [0,100], que l'on peut tracer dans un graphique comme celui de la figure 1-6.

Sur ces graphiques, une distribution uniforme de tailles apparaît comme la première bissectrice du repère, et plus les distributions présentent de fortes dispersions, plus elles apparaissent courbées et distante de cette droite.

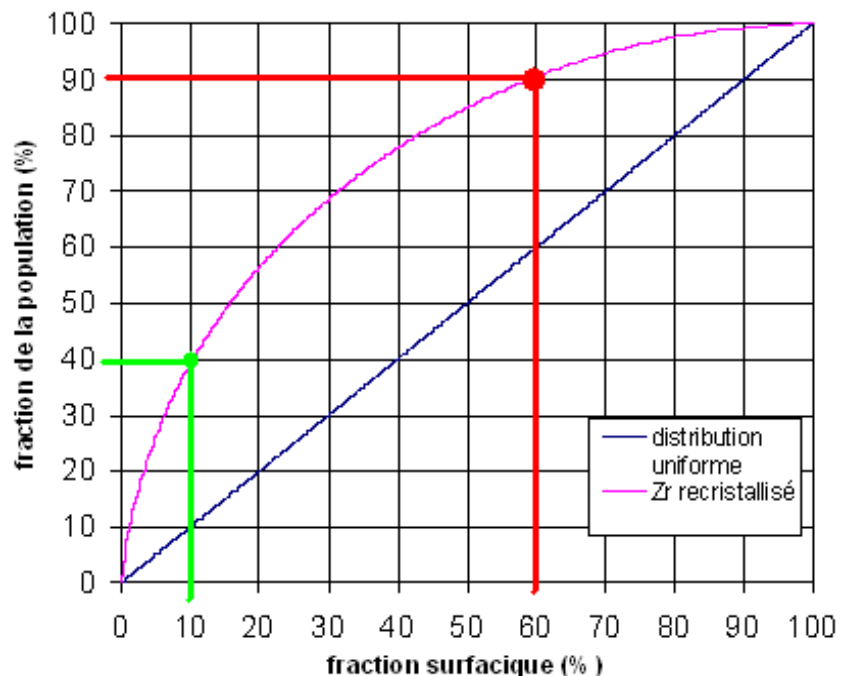


Figure 1-6: exemple de courbe de distribution de tailles cumulées dans une microstructure de Zirconium recristallisé, et comparée avec une distribution totalement uniforme.

Les populations de gros grains apparaissent en haut à droite, tandis que les populations de petits grains apparaissent en bas à gauche, en raison du triage des données par taille croissante. La figure 1-6 montre un exemple de l'information lisible sur ces graphes:

- le point rouge sépare les 10% plus gros grains (en nombre), à droite, des 90% restant à gauche. L'abscisse de ce point nous informe que la fraction occupée par ces 10% de grains est égale à 40% de la surface analysée (les 90% restant occupent 60% de la surface)
- le point vert nous informe qu'en revanche, 10% de la surface est occupée par 40% de la population de grains, correspondant aux plus petits.

Ces courbes sont très sensibles aux variations de largeur des distributions. Et sont donc appropriées pour la comparaison de différentes distributions de tailles.

2.b.3 Distributions des angles de désorientation

L'analyse de la cartographie d'orientation permet également d'obtenir les distributions de désorientations associées à la microstructure. On distingue deux types pour ces distributions:

- les distributions corrélées, qui concernent la distributions des désorientations entre pixels voisins et donnent ainsi une image de la structure des joints de grains dans la microstructures,
- les distributions décorrélées, qui sont calculées à partir de couples de pixels choisis de manière aléatoire dans la cartographie. Ces distributions dépendent uniquement de la distribution des orientations (texture) de la zone analysée, et non de leur répartition. Leur confrontation avec les distributions corrélées peut faire apparaître si des spécificités existent dans la distribution spatiale des orientations.

2.b.4 Obtention des fractions recristallisées

Afin de quantifier l'avancement du processus de recristallisation dans les échantillons analysés, nous avons besoin de connaître la fraction volumique recristallisée de la microstructure (la fraction surfacique est assimilée à la fraction volumique lors du dépouillement de données 2D).

L'estimation de cette fraction nécessite la reconnaissance des zones recristallisées et déformées, qui n'est pas simple à implémenter de manière automatique [Wri99].

Il existe principalement deux critères pour séparer ces populations de grains:

- l'utilisation de la qualité des clichés de diffraction qui est globalement meilleure dans les zones recristallisées,
- la désorientation interne au grain, qui est un indicateur de la quantité de défauts dans le cristal.

Certaines méthodes ont été mises en place sur la base de la qualité des clichés [Tar02, Tao05, Rol02], mais la qualité des clichés de diffraction dépend également de l'orientation du cristal [Wri06], comme nous pouvons le constater à la lecture de la figure 1-7.

Nous utiliserons donc un critère basé sur les variations d'orientation du cristal, qui semble avoir une signification physique moins discutable.

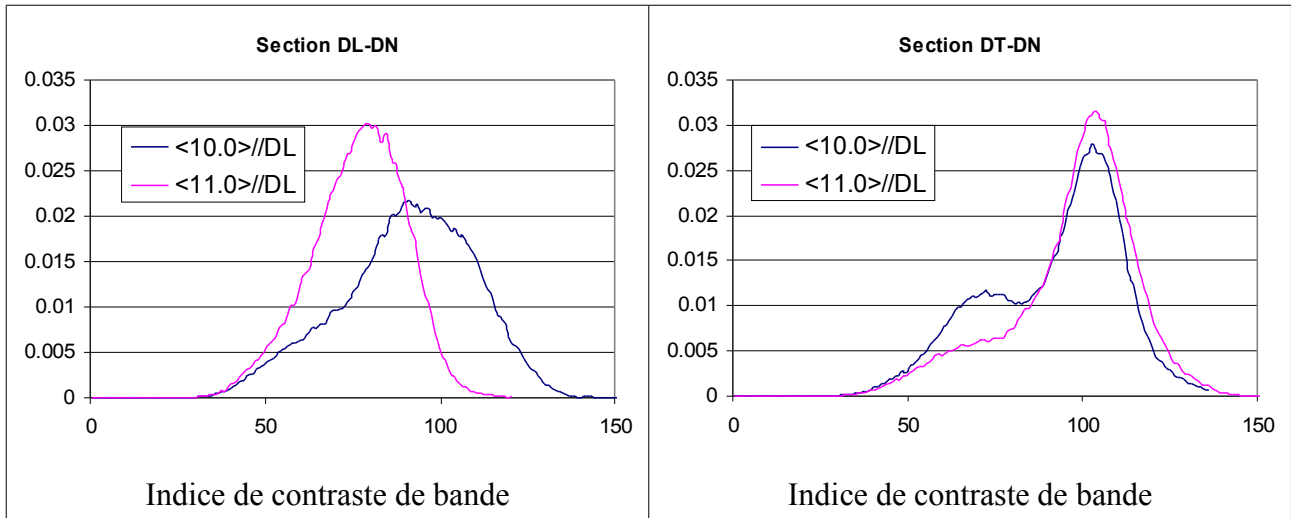


Figure 1-7: distributions du contraste de bandes pour deux composantes de textures (<10.0> et <11.0> parallèles à DL_0), mesurées sur deux sections orthogonales d'un même échantillon (LS60% recristallisé)

Le critère simple de désorientation moyenne peut ainsi être utilisé pour discriminer les zones recristallisées. Cette désorientation interne moyenne pouvant augmenter avec la taille de grains, certaines précautions sont nécessaires:

- un critère de désorientation interne de 2° est approprié dans la plupart des cas, sauf pour les états de début de recristallisation où un critère plus restrictif de 1° permet d'éviter la prise en compte de petites cellules restaurées dans la fraction recristallisée,
- en fin de recristallisation il est nécessaire de vérifier manuellement les plus gros grains apparaissant déformés, afin d'établir si ils montrent un profil de désorientation continu

L'utilisation d'un critère tel que 1° ou 2° semble raisonnable. Des tentatives de discrimination des populations de grains de désorientation inférieure à 1° ont montré que l'orientation du grain pouvait influencer légèrement cette désorientation. En effet, nous avons vu que l'orientation du cristal influe sur la qualité du cliché de diffraction. Pour les grains au sein desquels les désorientations internes sont inférieures à 1° (fig. 1-8), la variation d'orientation est principalement due à l'imprécision du dispositif EBSD (1° est l'incertitude généralement admise pour la détection d'orientation avec de tels dispositifs). Cette imprécision dépend fortement de la qualité des clichés de diffraction, et donc de l'orientation.

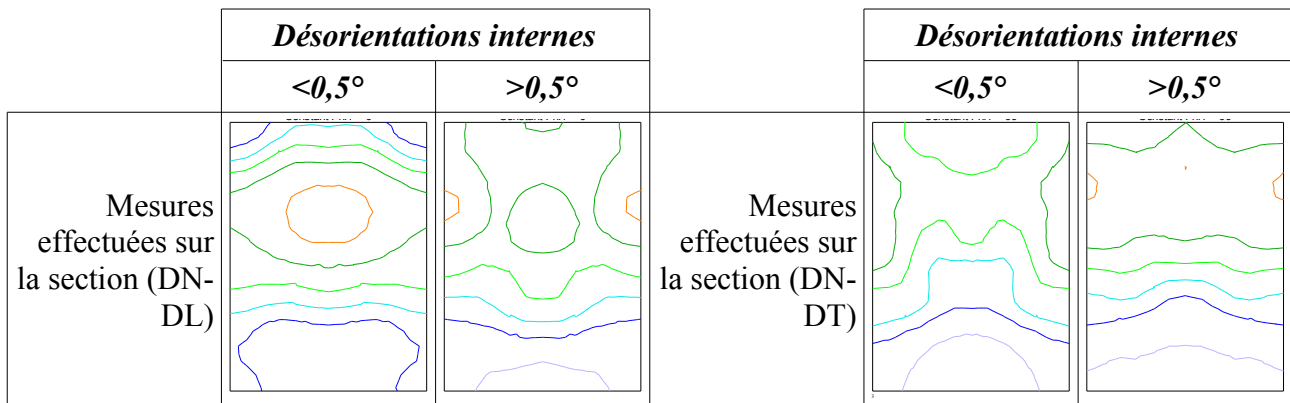


Figure 1-8: exemple de textures de populations de grains discriminées sur un critère de désorientations internes de $0,5^\circ$, mesurées sur un même échantillon, dans deux sections différentes

En résumé, le passage d'une cellule déformée à une cellule restaurée libre de défauts s'effectue de manière continue, et la frontière entre les deux n'est pas vraiment accessible par EBSD. On sait que la taille, la morphologie peuvent aider à reconnaître un grain recristallisé, mais il faut appliquer un critère objectif et fiable pour effectuer des analyses comparables dans tous les états.

Nous avons choisi d'utiliser le critère de désorientation moyenne avec les problèmes de:

- surévaluation des fractions recristallisées en début de recristallisation,
- sous-évaluation de ces fractions en fin de recristallisation.

L'état recristallisé est défini par: le matériau contient plus de 90% (surface mesurée) de grains équiaxes, dont la désorientation interne (mesurée à l'EBS) n'excède pas 2° .

2.b.5 Textures basées sur les données d'EBS

Pour obtenir les textures à partir de populations de grains, on utilise les listes de grains (orientations moyennes, pondérées par la surface). Pour passer de ces valeurs discrètes à une fonction continue, une gaussienne de 8° de largeur à mi-hauteur est appliquée sur chaque orientation, et les coefficients de la fonction de texture sont calculés à l'aide d'un programme développé au LETAM par J.J. Funderberger et Francis Wagner.

Afin d'examiner les corrélations entre taille et orientation, on peut donc construire des listes de grains correspondant à différentes classes de tailles (textures partielles), ou dans certains cas utiliser la **texture en nombre** des grains. La texture en nombre est calculée de la même manière que la texture volumique, mais la taille des grains n'est pas prise en

compte. Elle équivaut alors à la texture de la même population de grains, dans un cas où tous les grains auraient la même taille.

En raison des incertitudes de la mesure par EBSD, et de l'importance donnée aux grains les plus petits (qui peuvent résulter d'erreurs) dans la fonction de texture en nombre, un filtrage plus important est appliqué à la liste de grains pour calculer cette texture: les grains de moins de 10 pixels de surface ne sont pas pris en considération.

De par la nature bidimensionnelle de l'analyse EBSD, il est possible que la texture de recristallisation mesurée en MEB soit différente de la texture mesurée en DRX dans certains cas, en particulier ceux pour lesquels la taille de grain est corrélée avec les orientations. En effet, ces textures sont calculées à partir des orientations individuelles des grains pondérées par leurs surfaces, et non leur volume, ce qui peut induire un biais dans la quantification de la texture par rapport aux mesures par DRX (qui sont également statistiquement plus fiable).

1.3. Modélisation de la croissance de grains

Nous avons été amenés à modéliser le phénomène de croissance de grains dans le Zirconium et le Titane (cf. chapitre 6). Le modèle utilisé fonctionne selon des méthodes probabilistes, appelées méthodes de « Monte-Carlo » en référence aux jeux de hasard.

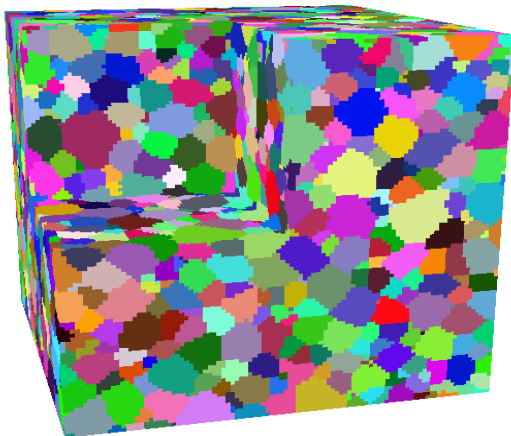


Figure 1-9: microstructure tridimensionnelle utilisée pour la simulation de croissance de grain

Ce modèle nous a été fourni par A.D. Rollett de la CMU Pittsburgh. Il a été initialement développé par E. Holm, puis modifié par A.D. Rollett [And84, Rol04].

Le fonctionnement du modèle consiste en l'évolution d'une microstructure tridimensionnelle composée de grains. Comme dans un matériau réel, les grains grossissent au cours de la simulation et de fait, leur nombre diminue.

Une coupe partielle de cette microstructure est représentée dans la figure 1-9. Elle consiste en un cube de 100 voxels de côté. À chaque voxel est assigné l'indice du grain auquel il appartient. Il est à noter que cette microstructure est périodique suivant les trois axes. Pour procéder à la migration des joints de grains, et ainsi permettre la croissance, il

faut donc changer les index des voxels adjacents aux joints. À l'interface entre deux grains 1 et 2, assigner l'indice 2 aux voxels appartenant au grain 1 permet la croissance du grain 2 au détriment du grain 1, et vice-versa. La simulation de croissance consiste donc en un changement des index des voxels se trouvant aux joints de grains de la microstructure.

La figure 1-10 montre le fonctionnement du modèle, dont la procédure pour une étape est expliqué ci-dessous:

- le programme choisit un voxel i dans la microstructure, de manière aléatoire,
- un voxel j est choisi aléatoirement dans le voisinage du voxel i ,
- on change l'index de i pour l'index de j selon une probabilité p .

Au cours de la croissance, la probabilité de changer l'index de i dépend du gain d'énergie provoqué par ce changement. La probabilité est grande si ce changement ne fait pas augmenter l'énergie du système. Plus précisément, cette probabilité est égale au produit de l'énergie et de la mobilité du joint, normalisés par l'énergie et la mobilité maximum envisageables, soit:

$$p = \frac{\gamma(S_i, S_j)}{\gamma_{\max}} \frac{m(S_i, S_j)}{m_{\max}}$$

$\gamma(S_i, S_j)$ et $m(S_i, S_j)$ étant respectivement l'énergie et la mobilité entre un voxel d'indice i et un voxel d'indice j . Ces fonctions seront décrites par la suite.

Dans le cas où ce changement d'index fait augmenter l'énergie globale du système, la probabilité de changement est faible:

$$p = \frac{\gamma(S_i, S_j)}{\gamma_{\max}} \frac{m(S_i, S_j)}{m_{\max}} \exp\left(\frac{-\Delta E}{T \gamma(S_i, S_j)}\right)$$

le terme exponentiel étant calculé comme le rapport à la variation d'énergie du système sur le produit de la température par l'énergie du joint considéré. Cette probabilité permet la prise en compte de la température dans le phénomène, qui laisse une chance aux événements locaux de se produire, même si ils n'induisent pas une perte d'énergie globale immédiate. Il est à noter que plus le gain d'énergie (ΔE) est grand, et plus cet événement devient improbable.

L'énergie du système est calculé comme la somme sur chaque voxel de la microstructure, de la somme des énergies associées aux désorientations avec tous ses premiers et

seconds voisins, soit:

$$E = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^n \gamma(S_i, S_j)(1 - \delta_{S_i, S_j})$$

n étant le nombre de voxels voisins (124), et N le nombre total de voxels de la microstructure. Cette énergie résultant de la somme des énergies de joints de grains, sa réduction implique la réduction de la surface totale des joints; d'où la croissance des grains.

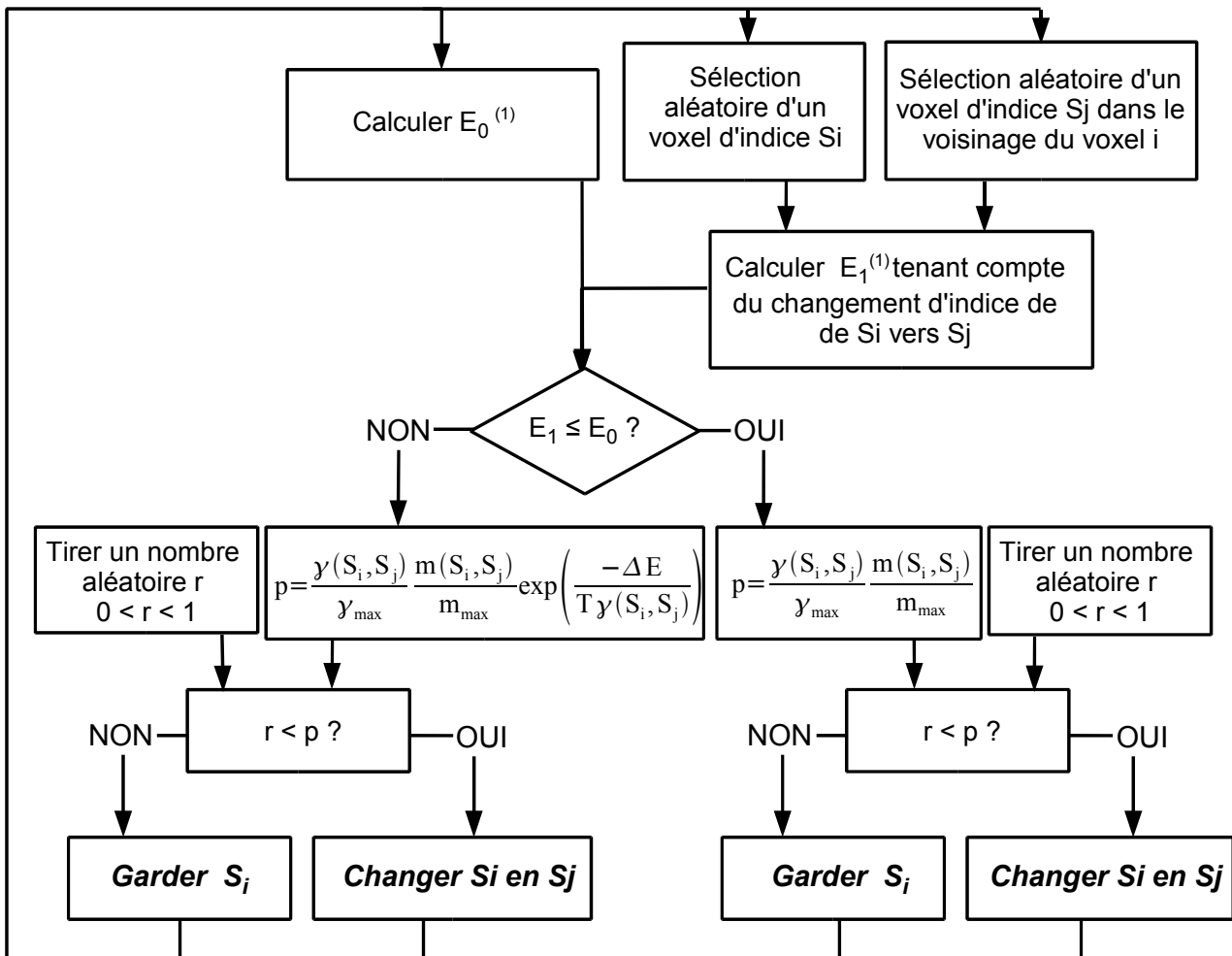


Figure 1-10: schéma complet du processus de simulation de croissance (d'après [Boz07])
 (1) E_0 et E_1 calculés selon la formule de l'énergie totale du système donnée plus haut

Au début de la simulation, une orientation cristallographique est assignée à chaque grain et, si des efforts suffisants sont produits pour recréer la texture cristallographique du matériau au début de la croissance de grains, le modèle peut nous permettre de simuler l'évolution de texture au cours de ce phénomène.

Chapitre 2: Étude bibliographique

Dans cette étude bibliographique, nous présentons premièrement une brève revue des mécanismes de déformation dans les métaux de structure hexagonale.

Nous nous intéresserons ensuite aux phénomènes survenant au cours du recuit des métaux, et pour finir, les mécanismes de changement de texture pendant ce recuit, en insistant sur les connaissances actuelles dans le cadre des métaux hexagonaux.

2.1. Mécanismes de déformation

1.a) Déformation plastique

La **déformation plastique** des solides cristallins résulte du déplacement de défauts du réseau: les **dislocations**. La direction dans laquelle les dislocations se propagent n'est pas quelconque, il s'agit généralement de la direction dense d'un plan dense.

Un système de glissement est donc défini par le plan de glissement et la direction de glissement. Le tableau 2-1 donne les systèmes de glissement dans les métaux hexagonaux.

Plan de glissement		Vecteur de Burgers		Nombre de systèmes
<i>Nom</i>	<i>Indice</i>	<i>Nom</i>	<i>Indice</i>	
Prismatique	[10-10]	<a>	<11-20>	3
Basal	(0001)	<a>	<11-20>	3
Pyramidal 1 ^{ère} espèce	[10-11]	<a>	<11-20>	6
Pyramidal 1 ^{ère} espèce	[10-11]	<c+a>	<11-23>	12
Pyramidal 2 ^{ème} espèce	[11-22]	<c+a>	<11-23>	6

Tableau 2-1: systèmes de glissements de la structure hexagonale [Par67]

Ces systèmes se différencient par des **facilités relatives de glissement**. Les systèmes les plus faciles étant logiquement les plus actifs.

Les métaux hexagonaux, ayant une plus faible symétrie que leurs homologues cubiques, possèdent un plus faible nombre de systèmes de glissement. Pour pallier cette possibilité limitée de glissement, le **maclage** s'active dans des proportions plus ou moins importantes. Le maclage est un mode de déformation plastique qui correspond au niveau du cristal à une **translation** de plans parallèles les uns aux autres d'une quantité proportionnelle à la distance au plan de macle, de telle sorte que le cristal déformé

Chapitre 2: Étude bibliographique

devienne **symétrique** du cristal non déformé par rapport au plan de macle, également appelé plan miroir. Les systèmes de maclage dans le Titane et le Zirconium sont schématisés dans la figure 2-2.

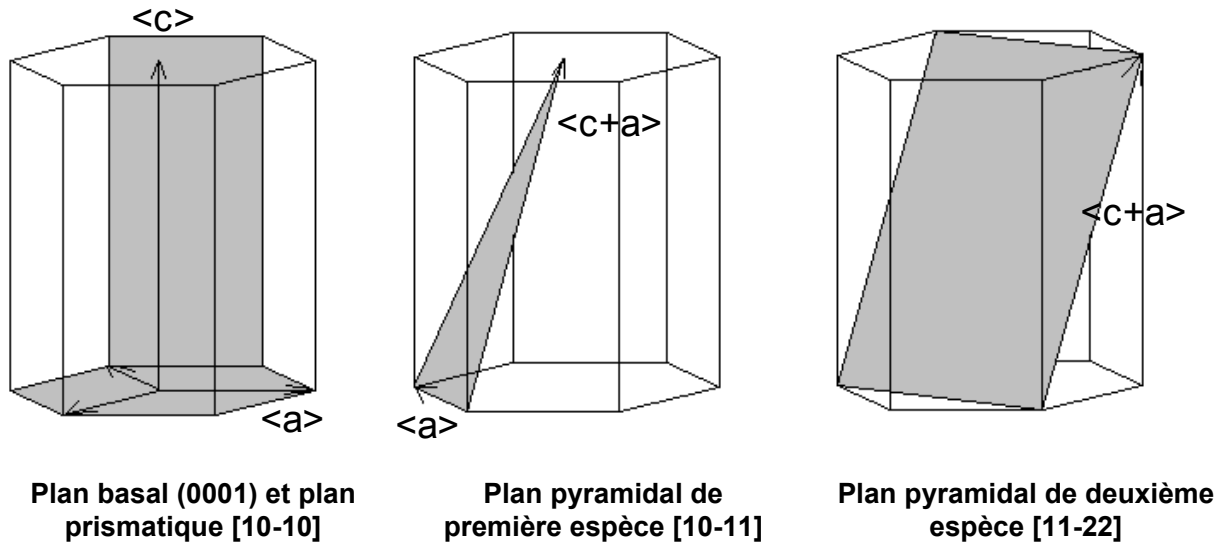


Figure 2-1: Plans de glissement de la structure hexagonale et directions de glissement associées

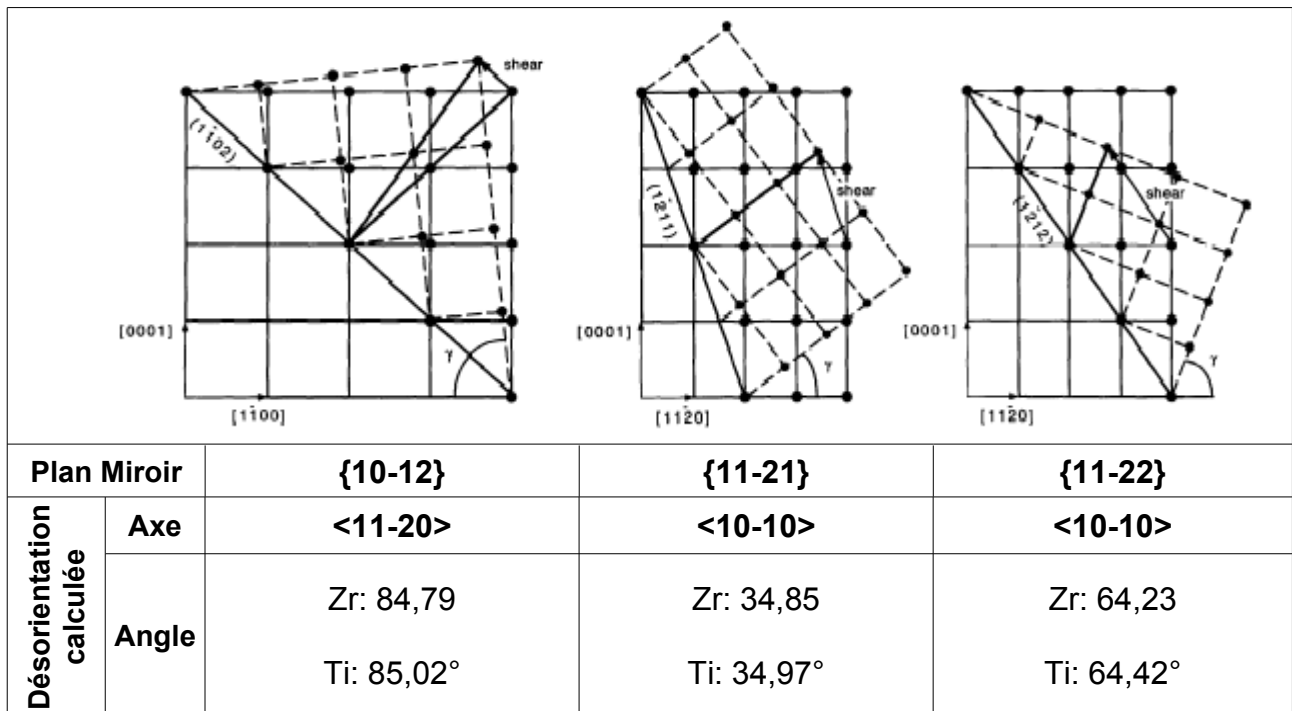


Figure 2-2: Représentation schématique de cristal maclé, et relation de désorientation dans le Zirconium et le Titane (calculées par [Son95])

Pour savoir si un système peut être activé, la valeur de la contrainte dans le plan de glissement et dans la direction de glissement doit être calculée, cette contrainte est la **cission réduite**. La loi de Schmid (1924) nous dit que le glissement se produit lorsque la

cission réduite atteint une valeur critique (**CRSS**: Critical Resolved Shear Stress).

L'aptitude des systèmes à glisser s'exprime donc par la valeur de leur CRSS, et comme la facilité relative de chaque système est suffisante à établir le choix du système, seule la détermination des **rapports** de ces CRSS est nécessaire à déterminer le glissement facile. La connaissance de ces rapports et de l'interaction des systèmes entre eux permet de déterminer leurs activités, et ainsi le comportement en déformation. Malheureusement les CRSS sont très difficiles à déterminer expérimentalement, et l'interaction des différents systèmes reste un domaine incompris des métaux hexagonaux.

La transformation du matériau induite par la déformation ne se limite pas à l'augmentation de l'énergie stockée dans le matériau par la création de défauts et de nouvelles interfaces. Par les différents mécanismes de glissement et de maclage, les **orientations** des cristaux par rapport à la direction de la contrainte appliquée sont modifiées, et ces changements ne sont pas aléatoires puisque la **rotation du réseau** est directement liée à la cristallographie de la déformation.

L'activité des différents mécanismes joue donc un rôle prépondérant dans la rotation des différents grains vers une (ou des) orientation(s) préférentielle(s), créant ainsi une **texture de déformation**. Il est donc essentiel de caractériser au mieux ces mécanismes, d'autant que les hétérogénéités de comportement entre les grains au cours de la déformation expliquent généralement la corrélation entre orientation et énergie stockée qui est un des principaux acteurs dans les mécanismes de changement de texture au cours de la recristallisation.

1.b) Mécanismes de déformation dans les hexagonaux

Les métaux hexagonaux se déforment par glissement, maclage, et pliage en genou.

1.b.1 Glissement principal

Les métaux hexagonaux possèdent généralement un système de glissement principal caractérisé par le CRSS le plus faible.

Dans les métaux en général, le glissement facile intervient dans la direction dense du cristal. Les métaux hexagonaux n'échappent pas à cette règle et le glissement principal se produit presque exclusivement dans la direction dense $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Cependant, deux plans de glissements sont envisageables sur cette direction:

Chapitre 2: Étude bibliographique

- le plan prismatique {10-10},
- le plan basal (0001).

Le plan de glissement facile doit être le plan dense (donc le plus espacé). En fonction du rapport c/a du matériau le plan dense peut être l'un ou l'autre. Le tableau 2-2 classe les métaux hexagonaux selon leur rapport c/a et montre le plan de glissement associé à leur système principal, on note l'exception du Béryllium, qui se déforme sur le plan basal alors que son rapport c/a est plus petit que l'Yttrium [Tys67].

<i>Metal</i>	<i>Cd</i>	<i>Zn</i>	<i>Co</i>	<i>Mg</i>	<i>Re</i>	<i>Tl</i>	<i>Zr</i>	<i>Ti</i>	<i>Hf</i>	<i>Y</i>	<i>Be</i>
<i>c/a</i>	1,886	1,856	1,628	1,624	1,615	1,598	1,593	1,587	1,581	1,571	1,568
<i>PG</i>	(00.1)	(00.1)	(00.1)	(00.1)	(00.1)	---	(10.0)	(10.0)	(10.0)	(10.0)	(00.1)

Tableau 2-2: Rapport c/a et plans de glissements principaux dans les métaux hexagonaux, à température ambiante [Tys67]

Comme le montre ce tableau, le Zirconium et le Titane se déforment principalement par glissement prismatique. Dans une étude précoce de la déformation de monocristaux de Zirconium, Rapperport [Rap55] avait pu observer les différents types de macles, mais uniquement ce système de glissement.

Cette prédominance du glissement prismatique semble en outre être renforcée avec le degré de pureté du cristal [Rap59]

1.b.2 Autres systèmes de glissements

Le glissement prismatique ne peut, à lui seul, accommoder la déformation des cristaux, et Tenkhoff [Ten72] a étudié les plans de glissements possibles pour des dislocations de type $\langle c+a \rangle$, nécessaires selon lui à expliquer la formation de texture du zirconium laminé et sa stabilité en grandes déformations.

Dans cette étude il a été montré que le glissement $\langle c+a \rangle$ peut se faire sur des plans {11-21}, {10-11} et {11-22} en théorie, mais que le dernier est peu probable en regard de la formation de texture en laminage (les axes $\langle c \rangle$ s'étaleraient dans ce cas vers la direction de laminage et non la direction transverse).

Plus tard Akhtar [Akh73a] a observé les systèmes de glissements activés lors de la compression suivant l'axe $\langle c \rangle$ de monocristaux de Zirconium. Cette configuration est très défavorable au glissement dans la direction $\langle 11-20 \rangle$ car la valeur de la contrainte en projection dans cette direction est nulle (théoriquement), par conséquent les glissements

prismatique et basal sont inactifs.

Akhtar a établi que le glissement pyramidal dans une direction $\langle c+a \rangle$ s'opère sur :

- le plan $\{10-11\}$ pour les métaux se déformant facilement par glissement prismatique et,
- le plan $\{11-22\}$ pour les métaux se déformant facilement par glissement basal.

Le système pyramidal actif pour le Titane et le Zirconium est donc $\{10-11\}\langle 11-23 \rangle$. Il requiert une contrainte d'activation environ 10 à 20 fois plus importante que le glissement prismatique.

Le glissement basal a été observé pour la première fois par Martin et Reed-Hill [Mar64] dans des échantillons polycristallins de Zirconium, sous la forme de traces de glissement. Plus tard, Akhtar [Akh73b] a montré que, malgré la prédominance du glissement prismatique à toutes les températures, le glissement basal est actif au dessus de 850°K si le cristal est mal orienté pour le glissement prismatique. À cette température, le rapport de CRSS ne serait que de 1,5 entre ces deux modes de glissements.

Il a proposé que ce glissement se produirait par recombinaison de dislocations partielles suivie de glissement dévié.

Le glissement basal a été observé de manière similaire dans des monocristaux de Titane [Akh75], où il est actif à partir de 500°K (avec une contrainte critique 2,5 fois plus importante que le glissement prismatique).

1.b.3 Maclage

Le maclage permet d'expliquer l'abaissement de la contrainte d'écoulement pour certaines orientations favorables. Il a été montré [Akh71] que l'écoulement plastique en traction s'effectue par maclage plutôt que glissement prismatique lorsque l'axe de traction est éloigné du plan basal. Les modes de maclage dans le Zirconium ont d'abord été identifiés expérimentalement par Rapperport [Rap55]. Tenkhoff a ensuite étudié d'une manière systématique les modes de déformation du Zirconium et de ses alliages [Ten80], et donne quatre modes de maclage: deux dits « en traction », et deux « en compression » (car ils sont activés principalement lors de la traction, respectivement la compression, suivant l'axe $\langle c \rangle$).

D'après Reed-Hill, l'activation de ces différents modes de maclage dépend fortement de la température: à température ambiante le seul maclage en traction actif est: $\{10-12\}$ [Ree65].

Chapitre 2: Étude bibliographique

Pour le maillage de compression, le maillage de type $\{11-22\}$ est plus actif que celui de type $\{10-11\}$ jusqu'à 800°K dans le cas de compression suivant l'axe $\langle c \rangle$ [Akh73a].

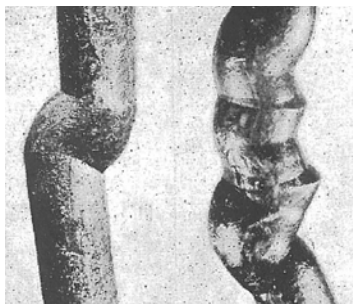
Système	Traction		Compression	
	$\{10-12\}\langle -1011 \rangle$	$\{11-21\}\langle -1-126 \rangle$	$\{11-22\}\langle -1-123 \rangle$	$\{10-11\}\langle -1012 \rangle$
angle	$94,78^\circ$	$34,84^\circ$	$64,22^\circ$	$57,05^\circ$
déformation	0,167	0,630	0,225	0,104

Tableau 2-3: caractéristiques des systèmes de maillage de traction et compression, d'après Tenckhof [Ten72b]

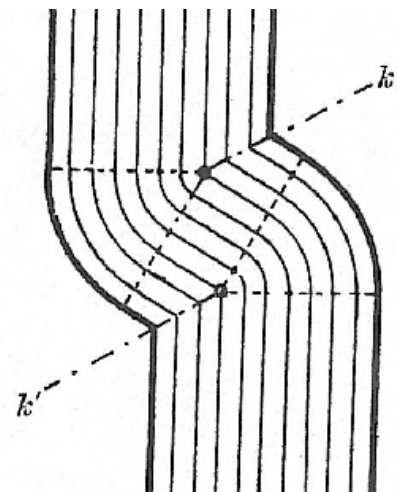
L'activité du maillage dépend également de la teneur en impuretés du matériau [Phi83, Con81] et les mécanismes de formation des macles, qui ne semblent pas obéir à la loi de Schmid [Bin02], ne sont pour l'heure pas tout à fait compris.

Song et Gray ont proposé un modèle pour les mécanismes de germination et croissance des macles [Son95] basé sur la théorie des coïncidences de réseaux (CSL, voir paragraphe b-3). Ce modèle décrit une propagation des macles par paliers, qui relève d'un mouvement coopératif d'atomes, similaire à celui observé pour les transformations martensitiques. D'après ce modèle, la vitesse de propagation des macles serait sensible au champ de contraintes local, et donc à la densité de dislocations, au type de macle et à la taille de grain.

1.b.4 Pliage en genou



a)



b)

Figure 2-3: a) photographies de bandes de pliage apparues sur un monocristal initialement cylindrique, b) structure de la bande de pliage (les lignes parallèles sont des plans de glissement, les pointillés délimitent la région pliée par le glissement, les traits mixtes k et k' sont les plans du pliage [Oro42])

Le pliage en genou est un autre mode de déformation possible dans les métaux

hexagonaux, il a été observé pour la première fois par Orowan, dans le cas de fils monocristallins de Zinc et de Cadmium comprimés suivant leur axe [Oro42].

La structure résultante est constituée de bandes de pliage (cf. Fig 2-3) délimitées par des murs de dislocation coin, et des zones incurvées correspondant à des dislocations de même signe. Contrairement au maillage, le réseau déformé dans ce cas n'est pas le symétrique du réseau initial.

Ce mode de déformation a été observé dans des polycristaux de Zr déformé en traction par Martin et Reed-Hill [Mar64], préférentiellement dans les grains avec l'axe <c> très incliné par rapport à la direction de traction et, plus actifs avec l'élévation de la température, ils seraient dus à une activation du glissement basal.

1.c) Microstructures déformées

L'activation des différents mécanismes de déformation dans des proportions variées conduit à l'établissement de la microstructure déformée qui est le « lieu de naissance » des nouveaux grains qui vont constituer la microstructure recristallisée. Les microstructures produites par la laminage à froid des métaux présentent une caractéristique commune: les différentes structures qui les composent ont des formes plus ou moins planes qui tendent à s'allonger dans la direction de laminage lorsque le taux de réduction est important.

1.c.1 Influence des propriétés du polycristal

• Tailles des grains

La diminution de la taille de grains est connue pour augmenter les caractéristiques mécaniques des matériaux. La loi phénoménologique de Hall et Petch donne l'évolution de la limite d'élasticité σ en fonction de la taille moyenne des grains d :

$$\sigma = \sigma_i + Kd^{(-1/2)}$$

avec σ_i et K constantes caractéristiques du matériau.

Cette relation découle du fait que la diminution de la taille de grains augmente la proportion des interfaces dans le matériau, qui sont autant d'obstacles au déplacement des dislocations.

Pour les matériaux hexagonaux, la taille de grains influe également sur l'activité du

maclage. Il est dit dans la littérature que la compression suivant l'axe $\langle c \rangle$ du Zirconium s'effectue préférentiellement par glissement pyramidal dans les polycristaux à petits grains, alors que le maclage est prédominant dans les monocristaux [Fra97].

• **Texture**

Comme il a été mentionné précédemment, l'orientation du cristal par rapport à la sollicitation a une influence majeure sur le choix du mécanisme activé. Pour le Zirconium et le Titane, le comportement plastique dépend principalement de l'orientation de l'axe $\langle c \rangle$ par rapport à la contrainte.

À l'échelle du polycristal, ce sont les grains d'orientation favorable à la déformation qui accommodent la plus grande partie du changement de géométrie macroscopique. Dans le cas de la maille hexagonale, certains grains sont mal orientés pour le glissement et résistent donc à la déformation. Le laminage étant dans une certaine mesure assimilable à une compression suivant la direction normale de la tôle, il est attendu que les grains les plus résistants soient ceux dont la direction de glissement facile est orientée perpendiculairement, c'est à dire dans le plan de la tôle.

Francillette a montré, avec l'appui d'un modèle viscoplastique auto-cohérent [Fra01] que les grains dont l'axe $\langle c \rangle$ est proche de la direction normale de la tôle restent les moins déformés après laminage du Zr702. Ces grains moins déformés ont également été observés par la suite [Cha02, Dew04].

1.c.2 Interactions entre grains

En général les mécanismes de déformation activés dans un grain γ restent confinés, et peuvent donc être distingués des mécanismes présents dans les grains voisins, mais cela n'implique aucunement que la déformation au sein d'un même grain soit homogène.

En effet, alors que les monocristaux sont libres de changer de géométrie au cours de la déformation, cette liberté n'existe pas pour les grains d'un agrégat polycristallin qui sont contraints par chacun de leurs voisins.

Chaque grain d'orientation différente se déforme d'une manière spécifique, par conséquent le maintien de la contiguïté impose que les différentes parties d'un grain soient déformées de manière différente [Hum96].

Les premières théories de la plasticité des polycristaux prédisent deux comportements

extrêmes à ce sujet:

- selon le modèle de Sachs (1928), chaque grain se déforme, indépendamment de ses voisins, suivant le système de glissement facile,
- dans le modèle de Taylor(1938) (full constraints), le changement de géométrie de chacun des grains est identique au changement de géométrie du polycristal.

En pratique, ce sont les régions situés au centre du grain qui adoptent un comportement du type de celui donné par le modèle de Sachs, alors que l'influence des grains voisins est forte dans les zones situées aux abords des joints de grains [Koc81]. Ce phénomène est illustré sur la figure 2-4.

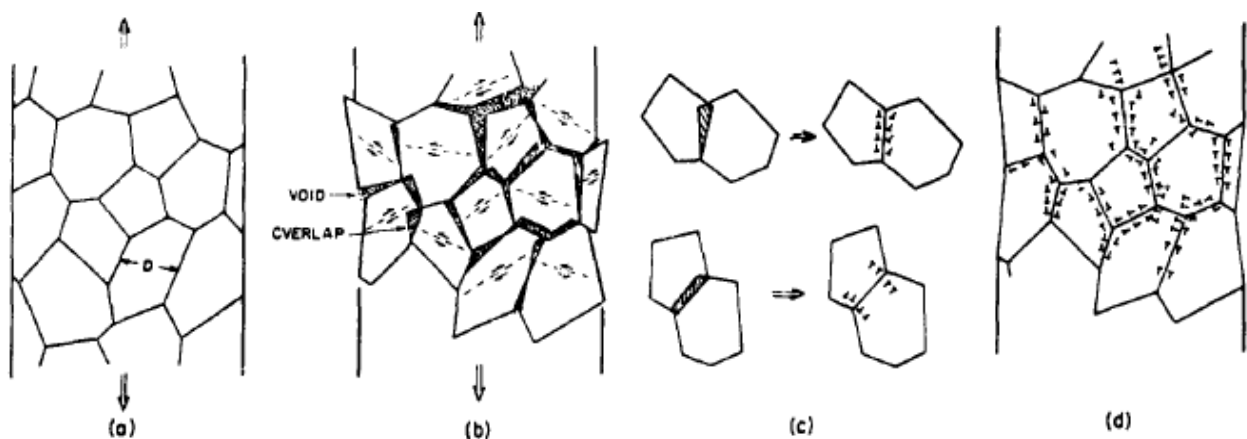


Figure 2-4: illustration de l'interaction entre grains au cours de la déformation: a) chaque grain se déforme de manière uniforme, b) des vides et des chevauchements apparaissent, c) et d) ceux-ci sont corrigés par l'introduction de Dislocations Géométriquement Nécessaires [Con81]

1.c.3 Hétérogénéités de microstructure

La terminologie relative aux hétérogénéités des microstructures déformées a été synthétisée par Humphreys [Hum96] et est présentée dans la figure 2-5.

Ces différentes caractéristiques sont présentées ci-contre dans un grain d'orientation initiale A:

- La région B d'orientation constante, mais différente de l'orientation A est appelée **Bande de Déformation**,
- La région T dans laquelle l'orientation passe de B à A n'est pas un joint de grain car elle a une épaisseur finie. On l'appelle **Bande de Transition** [Wal63] ou **microbande**,

La bande de déformation délimitée par des faces parallèles créant deux changements

d'orientation A-C et C-A est la **bande de pliage** en genou [Oro42], qui a été décrite comme un mécanisme de déformation à part entière du Zirconium [Mar64]

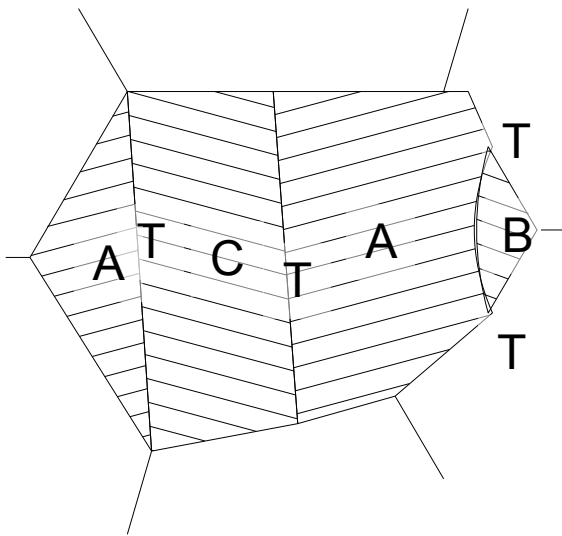


Figure 2-5: représentation schématique d'un grain comportant plusieurs hétérogénéités de déformation [Hum96]

D'après Hansen [Han01], l'évolution de microstructure durant le processus de déformation suit un schéma universel de subdivision de grains. Ceci est dû aux différences intracristallines du comportement plastique. En effet, lorsque certaines parties d'un grain sont réorientées différemment, elles deviennent désorientées les unes par rapport aux autres. Un sous-joint est donc créé à l'interface entre ces différentes parties que l'on appelle sous-grains [Hum96]. Cette fragmentation est fortement influencée par la taille du grain initial [Jaz04].

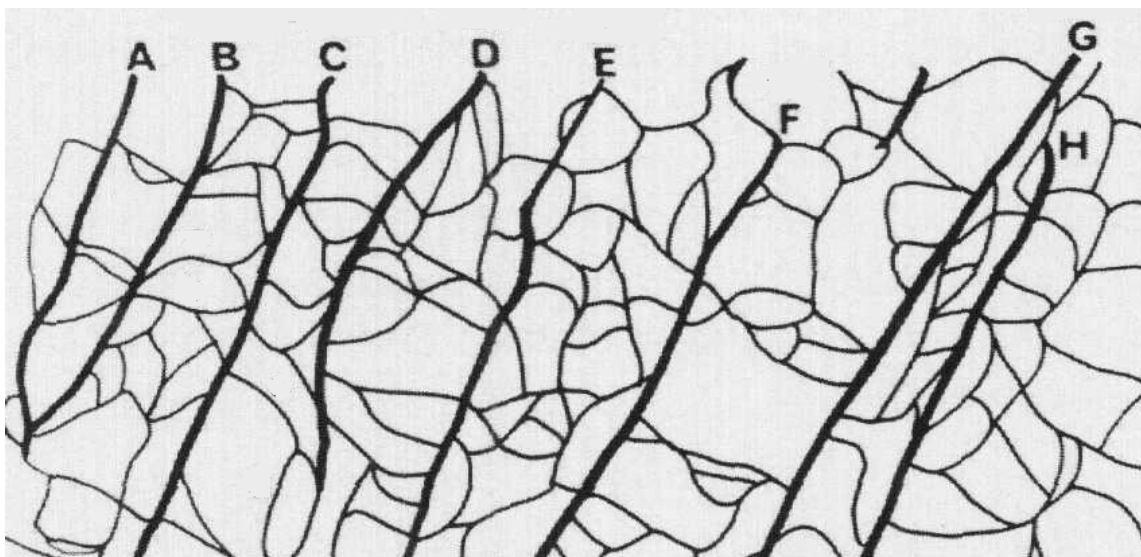


Figure 2-6: Schéma d'une microstructure déformée montrant des zones lamellaires délimitées par des joints géométriquement nécessaires, et formées de cellules, d'après Hansen [Han01]

Les parois formées par l'accumulation des dislocations stockées au cours de la déformation à froid sont des joints de dislocations [Han01] (Fig. 2-6). Elles peuvent:

- être planes et étendues (délimitant des lamelles), ces joints sont appelés « joints

géométriquement nécessaires » car ils sont formés lors de la fragmentation due à des activités de glissement différente de part et d'autre,

- former des cellules d'orientation quasi aléatoires. Les parois de ces cellules sont des « joints de dislocations accidentelles », car elles sont formées par le piégeage des dislocations issues du glissement, qui est un processus stochastique [Kuh91].

Typiquement, les deux types coexistent, et les joints étendus délimitent des régions dans lesquelles on trouve des structures en cellules (ou blocs)

Au cours du laminage à froid, la fragmentation progressive des grains implique le développement de joints de fortes désorientations [Hug97]. Les joints étendus décrits par Hansen s'alignent progressivement avec la direction de laminage et deviennent plus rapprochés, alors que la désorientation entre les lamelles augmente [Han01].

2.2. Recristallisation

2.a) Mécanismes de recuit

Lors du recuit des métaux, l'énergie stockée dans le cristal déformé diminue par **restauration**. La restauration désigne la diminution de la densité de défauts ponctuels et linéaires [Cah65] suivie de leur réorganisation spatiale en une structure de sous-joints [Cah49]. Ce processus est schématisé comme suit:

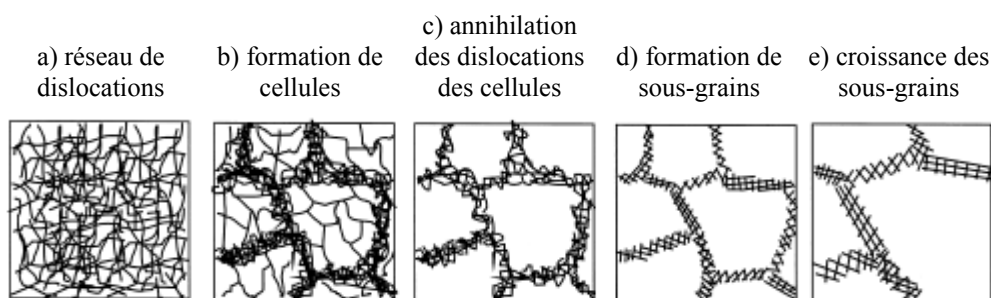


Figure 2-7: mécanismes de restauration décrits par Humphreys [Hum96]

Il est à noter que, selon le matériau et la déformation appliquée, la formation de cellules (Fig. 2-7b) peut se produire au cours de la déformation.

D'après Beck [Bec53], la phase de diminution de l'énergie stockée par restauration est bien distincte de la phase de croissance de ces sous grains qui lui succède (Fig. 2-7e). Durant la croissance des sous-grains, cette énergie continue de diminuer en raison de la diminution de la surface totale des sous-joints.

Chapitre 2: Étude bibliographique

Si la température et l'énergie stockée sont suffisamment élevées [Bur52], la **recristallisation** se produit. La température à laquelle s'initie la recristallisation se situe aux alentours du tiers de la température de fusion du matériau, mais cette valeur dépend du taux de déformation.

La recristallisation est le procédé de régénération de la microstructure par l'apparition et la croissance de nouveaux grains exempts de défauts. La distinction avec la croissance des sous-grains en fin de restauration réside essentiellement dans le caractère des joints mis en mouvements [Bec53]: la recristallisation s'effectue principalement par migration de joints à forte désorientations.

On distingue deux étapes dans le processus de recristallisation:

- la **germination**, qui est l'apparition des nouveaux grains dans la microstructure déformée (en fait, des sous grains ayant atteint une taille critique et une désorientation suffisante avec leur voisinage),
- la **croissance** des nouveaux grains qui vont remplacer la microstructure déformée.

Ces deux phénomènes déterminent respectivement l'orientation des grains qui vont apparaître, et celle des grains qui vont croître le plus. Ils sont donc responsables de l'établissement des textures de recristallisation. Il est à noter que, bien que la germination et la croissance d'un grain unique soient deux évènements consécutifs, les deux peuvent se produire en même temps à l'échelle du matériau

La recristallisation dite « primaire » s'opère jusqu'à la disparition de toute la matrice déformée/restaurée. À cet instant débute la **croissance de grains**, qui, bien que procédant en partie des mêmes mécanismes, ne doit être confondue avec la croissance des grains dans la matrice.

2.b) Croissance de grains

Bien que la croissance de grains soit postérieure à la recristallisation primaire dans la chronologie des évènements du recuit, il est intéressant d'expliquer son mécanisme, i.e. la migration des joints de grains, en premier lieu car cette migration intervient également en recristallisation (la croissance de grains étant un cas particulier de recristallisation dans lequel la force motrice se résume à la seule énergie résultant des interfaces).

2.b.1 Force motrice pour la croissance des grains

La figure 2-8 donne un ordre de grandeur des différentes forces motrices agissant sur les joints de grains. On peut remarquer en premier lieu que la force motrice pour la croissance de grains est de l'ordre de 10^4 fois inférieure à celle due à l'énergie stockée par la déformation.

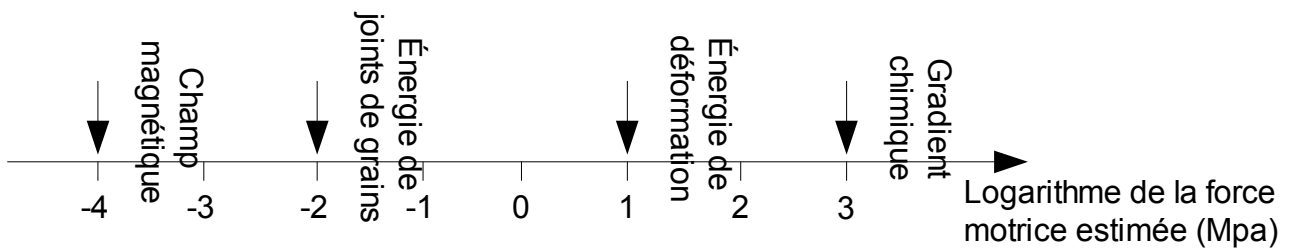


Figure 2-8: Ordre de grandeur de différentes forces motrices pour la migration des joints [Got01]

La force motrice pour la croissance de grains est évaluée comme suit [Got99]:

Le déplacement dx d'un joint de grain de surface S subissant une pression P , résulte en une diminution dG de l'énergie libre de Gibbs

$$P = \frac{dG}{Fdx} = \frac{-dG}{dV}$$

L'énergie libre de Gibbs du matériau correspond à l'énergie thermodynamique pouvant être convertie en travail, à pression et température constantes. En l'absence de champ extérieurs, la réduction d'énergie est due à la réduction de la surface du joint par la diminution de sa courbure (la géométrie du joint tendant vers la planéité). Le déplacement se produit à une vitesse v donnée par:

$$v = m_b \cdot P$$

où m_b est la mobilité du joint de grain. La mobilité, propriété importante du joint pour son déplacement, est sensible à la cristallographie et à la composition chimique du joint [Got01].

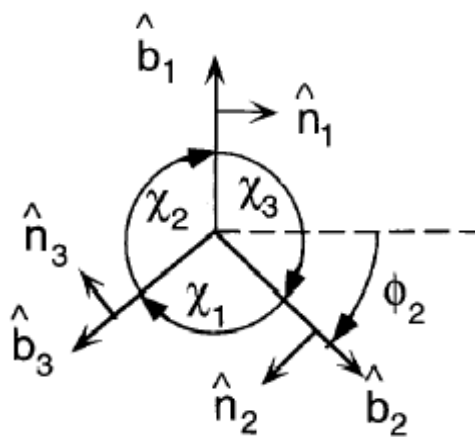
Il n'existe pas à l'heure actuelle d'études systématiques de l'influence du plan de joint sur la mobilité, mais par exemple Gottstein et al. ont montré que dans l'aluminium pur la mobilité des joints de torsion est plus faible que celle des joints de flexion pour une même désorientation autour de l'axe $\langle 111 \rangle$ [Got78]. De plus il a également été montré dans le cas de joints plans, des différences de comportement considérables entre les joints

symétriques et assymétriques [Mol97, Mol98]

2.b.2 Mécanismes de la croissance des grains

Une autre propriété importante pour la cinétique de croissance est l'énergie des joints de grains, créée par le désordre des atomes des joints qui sont en dehors de leurs positions d'équilibre.

L'énergie des joints de grain crée une tension de surface qui doit s'équilibrer aux jonctions triples de la microstructure, selon l'équation de Herring [Her52] (voir figure 2-9)



$$\sum_{j=1}^3 \sigma_j \cdot \hat{b}_j + \left(\frac{\partial \sigma_j}{\partial \Phi_j} \cdot \hat{n}_j \right) = \vec{0}$$

avec σ_j , énergie du joint j ,
 \hat{n}_j est le vecteur unitaire normal au plan du joint j ,
 \hat{b}_j est le vecteur unitaire compris dans le plan du joint j et perpendiculaire à la ligne triple
 Φ_j est l'angle direct entre une direction de référence et le plan du joint j

Figure 2-9: Schéma montrant l'équilibre des tensions de surface des joints de grain à un point triple dans une structure bidimensionnelle [Ada98]

Dans le cas où l'énergie ne dépend pas du plan de joint, la relation d'équilibre décrite ci-dessus peut s'écrire sous la forme simple [Ada98]:

$$\frac{\sigma_1}{\sin(\chi_1)} = \frac{\sigma_2}{\sin(\chi_2)} = \frac{\sigma_3}{\sin(\chi_3)}$$

En l'absence d'anisotropie d'énergie de joints, l'équilibre serait atteint pour des angles égaux de 120° entre chaque joint. Une telle configuration donnerait lieu, dans le cas de joints plans, à une structure composée d'hexagones (dans le cas bidimensionnel).

En pratique, l'énergie des joints de grains dépend de leur désorientation (voir « structure des joints de grains »), et quand bien même elle n'en dépendrait pas, il n'existe pas de forme tridimensionnelle à faces planes susceptible à la fois de remplir l'espace et de respecter l'équilibre de tensions de surfaces uniformes [Hum96].

La croissance de grains résulte de cette impossibilité de concilier la planéité des joints et le respect de l'équilibre aux points triples: la migration des joints vers leurs centres de

courbure provoque le déséquilibre des points triples, et le mouvement vers l'équilibre des points triples courbe les joints [Got99].

Par conséquent, les grains favorisés par cette migration vont croître tandis que les autres vont disparaître. La figure 2-10 montre un exemple de ce phénomène dans un modèle plan, où l'on peut observer le grain possédant moins de 6 voisins disparaître.

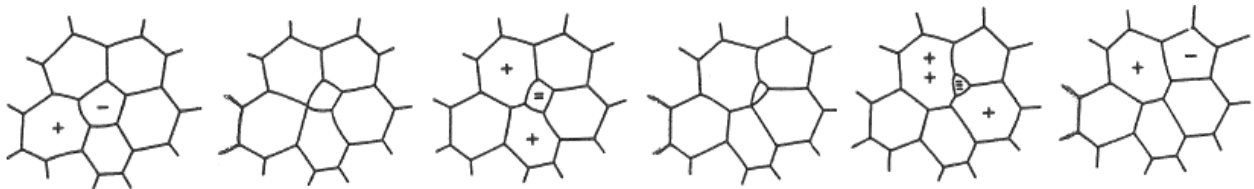


Figure 2-10: exemple de croissance de grains induite par la courbure des joints dans une structure bidimensionnelle. De gauche à droite: croissance des grains possédant plus de 6 voisins (marqués d'un signe plus), et disparition des grains à moins de 6 voisins (marqués d'un signe moins) [Hil65]

2.b.3 Structure des joints de grains

La description complète d'un joint de grains nécessite cinq paramètres:

- trois paramètres pour la **désorientation** induite par ce joint,
- deux pour caractériser l'orientation du **plan de joint**

En réalité, le fait d'observer des sections de microstructures interdit la mesure directe de l'orientation des plans de joints et, bien que ce soit insuffisant, la description d'un joint de grains se limite souvent à la description de la désorientation qui le caractérise, voire même simplement à l'angle de cette désorientation. Il est toutefois nécessaire de garder à l'esprit qu'une telle description est incomplète, et peut conduire à des erreurs dans l'interprétation du comportements des joints de grains [Hum96].

La désorientation entre deux cristaux peut être représentée par une matrice de rotation:

$$R = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix}$$

où les a_{ij} sont les cosinus directeurs des axes du repère du premier cristal dans le repère du deuxième cristal.

Il est certainement plus évident de se représenter cette rotation par un angle θ autour d'un axe de désorientation $[uvw]$ tels que:

$$2\cos(\theta) = a_{11} + a_{22} + a_{33} - 1$$

$$[uvw] = [(a_{32} - a_{23}); (a_{13} - a_{31}); (a_{21} - a_{12})]$$

Si l'axe de désorientation est compris dans le plan du joint, on parle d'un joint de flexion, si il est normal au plan du joint, c'est un joint de torsion. dans la plupart des cas les joints ne sont pas plans et ont un caractère mixte.

L'angle θ est le plus petit angle de rotation nécessaire à la coïncidence des deux réseaux. En raison de leurs symétries, il existe un angle θ maximum pour exprimer la désorientation entre les cristaux, par exemple [Hei91]:

- pour les cristaux cubiques, cette rotation est de 62.8° ,
- pour les cristaux hexagonaux: 93.8° .

On distingue généralement à l'aide de cet angle les joints de faibles, ou fortes désorientations.

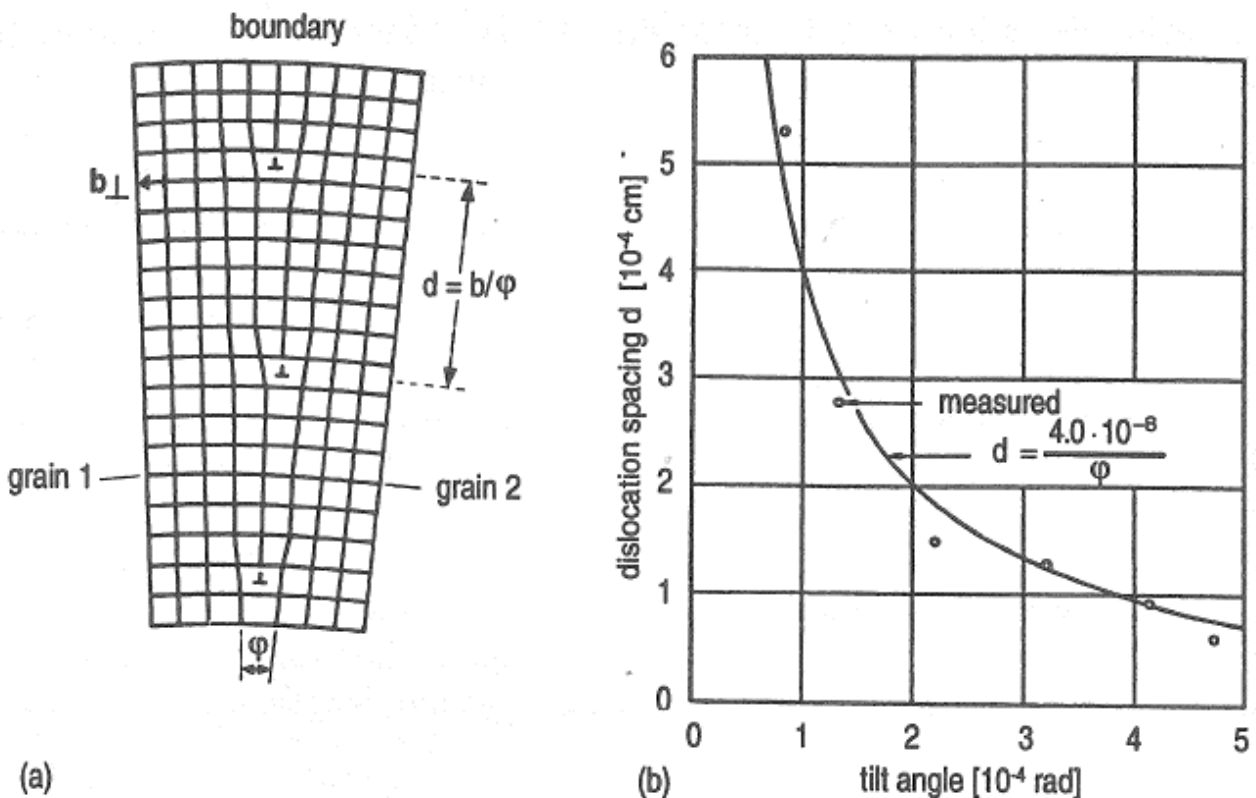


Figure 2-11: a) configuration des dislocations dans le cas d'un joint tilt $\langle 100 \rangle$ symétrique de faible désorientation, b) angle de désorientation en fonction de l'espacement entre les dislocations dans le même type de joint, mesuré dans le Germanium [Got01]

La structure et les propriétés des joints de faible désorientation sont assez bien connues

dans les métaux de structure cubique, dans lesquels ils peuvent être représentés par un arrangement de dislocations. On peut observer une telle structure sur la figure 2-11; il est à noter que la désorientation du joint augmente à mesure que les dislocations se rapprochent. L'énergie de ces joints est donc égale à l'énergie des dislocations, qui peut être calculée [Rea50] de différentes manières:

- l'intégrale volumique de la densité d'énergie de déformation sur tout le cristal entourant le joint,
- l'intégrale du travail fourni par les forces de surfaces pour produire l'état de déformation sur tout le joint,
- la détermination du travail nécessaire pour créer les dislocations, et les grouper ensemble à l'encontre de leurs forces d'attractions et répulsions mutuelles.

Read et Shockley ont montré que ces trois méthodes aboutissaient au même résultat [Rea50], et ont formulé une loi pour calculer l'énergie γ_s des joints tilts:

$$\gamma_s = \gamma_0 \theta (A - \ln(\theta))$$

où γ_0 dépend des propriétés élastiques du cristal, et A dépend principalement du rayon du coeur des dislocations.

Cette description a été montrée comme étant valide jusqu'à un angle limite. Lorsque cet angle est atteint, l'empilement de défauts est tel que les coeurs de dislocations se chevauchent. La structure cristalline du joint est alors généralement chaotique, et on parle de « forte désorientation ». Il est couramment admis que cet angle vaut 15° pour les métaux de structure cubique [Hum96], mais il n'existe malheureusement pas à l'heure actuelle de telle information pour les hexagonaux. De plus, eu égard à la plus forte anisotropie de la maille hexagonale, il serait justifié d'envisager l'existence d'une dépendance forte entre cet angle limite et l'axe de désorientation.

Le modèle de Read et Shockley, qui a bien été vérifié par l'expérience jusqu'à 15° dans les cubiques, prédit une décroissance de l'énergie au delà de cet angle qui n'est généralement pas mesurée. À l'inverse, Gottstein et Shvindlerman [Got01] rapportent que l'énergie du joint reste proche de sa valeur maximum pour les grandes désorientations.

La structure des joints de fortes désorientations est, pour des raisons de capacité d'observation, peu connue. Les premières théories supposaient que ces joints soient

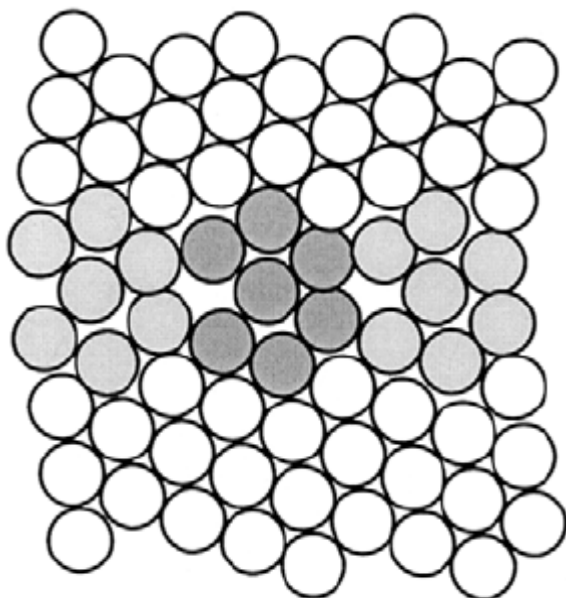
Chapitre 2: Étude bibliographique

constitués d'un état liquide sous-refroidi, ce qui a permis d'établir que leur épaisseur est de l'ordre de quelques diamètres atomiques, car l'énergie d'un tel amas d'atomes est:

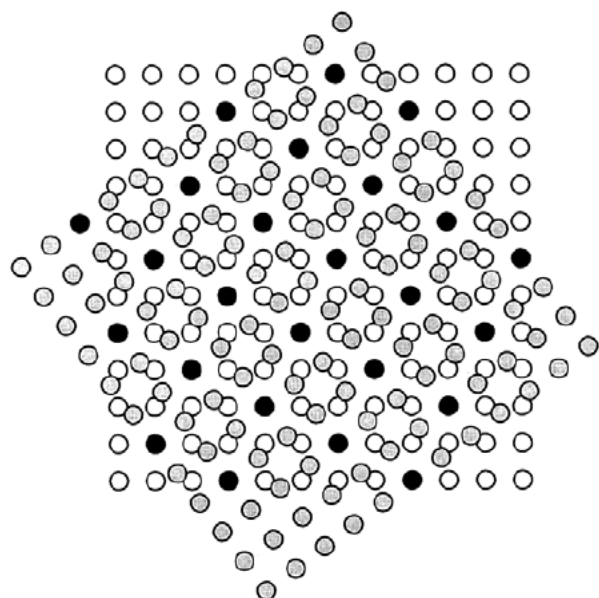
$$\sigma_b = \frac{nb}{b^3} \cdot kT$$

où b est le diamètre atomique, et nb est l'épaisseur du joint [Got01].

Il est maintenant admis que les joints de forte désorientation ont une structure atomique définie, qui est basée sur la minimisation de l'énergie par la relaxation des atomes [Gle71]. En effet, dans le cas d'un cristal parfait, les atomes ont des positions définies. Toute déviation de ces positions fait augmenter l'énergie libre, on peut donc s'attendre à ce que le cristal tente de garder ces atomes en position, également dans le joint de grain (voir figure 2-12).



a) exemple d'arrangement périodique de la structure d'un joint de forte désorientation [Gle71]



b) réseau de coïncidence $\Sigma 5$ dans la structure cubique (rotation de $39,6^\circ$ autour de $\langle 001 \rangle$) [Hum96]

Figure 2-12: exemples de joints de forte désorientations

Il existe des relations d'orientation pour lesquelles des plans cristallins continuent d'un grain à l'autre, c'est à dire que les positions de certains atomes coïncident avec les positions idéales des deux réseaux adjacents. Ces positions sont appelés « sites de coïncidence » (CSL). Un tel arrangement est montré en figure 2-19-b où l'on peut observer deux réseaux (gris et blanc) dont un atome sur 5 occupe la même position (en noir), ce type de joint est appelé $\Sigma 5$.

2.b.4 Migration des joints de grains

Les joints de grains sont des zones où se trouve un désordre dans l'arrangement des atomes, il est attendu que le mouvement d'atomes le long du joint et au travers du joint puisse se produire facilement. Ce transfert d'atomes d'un grain à l'autre donne lieu à la migration du joint.

La mobilité des joints dépend de leur désorientation, au même titre que leur structure et leur énergie. Pour les faibles désorientations, la montée des dislocations est principalement responsable de la migration du joint [Gle69a]

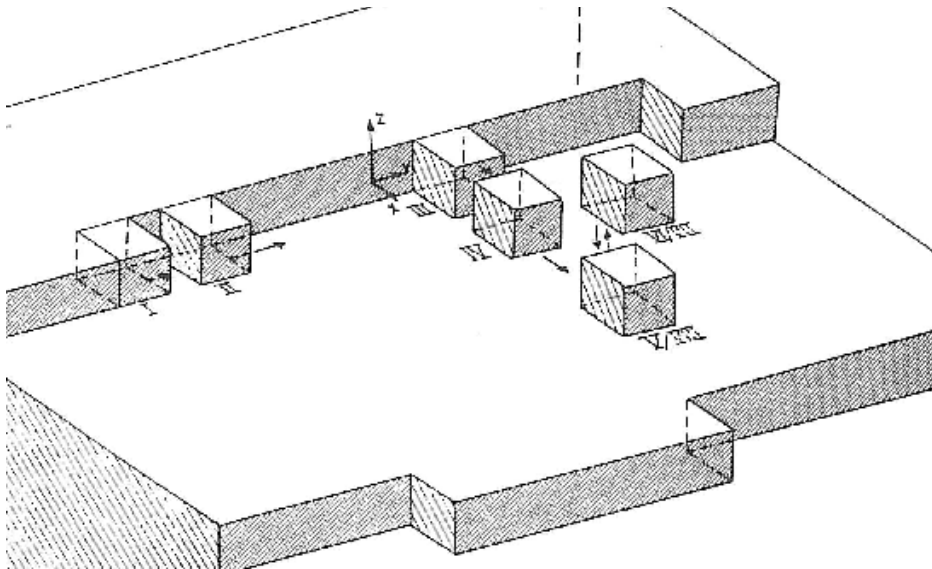
Pour les très faibles désorientations ($0-1^\circ$), les dislocations sont distantes les unes des autres, et la mobilité des dislocations prises individuellement détermine la mobilité du joint. De fait, la force nécessaire à la migration du joint augmente avec le nombre de dislocations, et par conséquent la mobilité est inversement proportionnelle à la désorientation.

Pour les fortes désorientations, dans le cas général des joints désordonnés, le processus de migration se fait par diffusion à travers le joint, et il est admis que la mobilité ne dépend pas de la désorientation.

Pour les cas intermédiaires, il est plus compliqué de déterminer quel est le mécanisme dominant pour la migration des joints. La mobilité étant influencée par deux mécanismes antagonistes:

- la mobilité doit diminuer avec la désorientation en raison de l'augmentation du nombre de défauts à faire migrer,
- comme la migration est plus facile lorsque les dislocations sont rapprochées, la mobilité doit augmenter avec la désorientation.

Ces cas sont d'importance pour l'étude de la recristallisation, car il est connu que les germes apparaissent dans des structures où les cellules sont faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. Le manque de données expérimentales reste cependant une barrière assez importante à la compréhension des variations de mobilité des joints de faibles désorientations [Hum96].



*Figure 2-13:
modèle atomique de
« marches » définissant
un plan de joint, avec
les différentes étapes de
détachement d'atomes
(ici sous forme de
cubes) en vue de leur
migration à travers le
joint, d'après la théorie
de Gleiter [Gle69b]*

Pour la mobilité des joints de fortes désorientations, plusieurs théories ont été proposées, basées sur le transfert d'atomes [Tur51] ou de groupe d'atomes [Gle72] à travers le joint. L'une des plus anciennes tentatives d'incorporation de la structure du joint de grain pour l'étude de la mobilité se trouve dans les travaux de Gleiter, et est illustrée en figure 2-13.

Après qu'une observation fine ait permis à Gleiter de caractériser une structure atomique spécifique dans des joints de fortes désorientations (dans Al et Cu), composée de marches et de spirales préférentiellement de plan atomique $\{111\}$ [Gle69a], il a pu développer une théorie permettant de calculer les vitesses de migrations des joints à partir des taux de séparation d'atomes des plans de joints [Gle69b]. Bien que précoce, cette théorie met en lumière l'influence du plan de joint sur les propriétés, et particulièrement que:

- pour une même désorientation, les vitesses de migrations peuvent varier fortement avec l'orientation du plan de joint
- des joints de désorientation différentes peuvent migrer à des vitesses similaires.

Bien que le mouvements de marches joue certainement un rôle dans le processus de migration, il est reconnu que le paramètre majeur pour déterminer le comportement des joints est la porosité, ou volume d'excès dû au joint de grains [Hum96].

2.b.5 Cinétique de la croissance de grain

Burke et Turnbull [Bur52] ont donné une formulation mathématique de l'évolution de taille

des grains dans le cas de la croissance conduite par la courbure des joints:

- en admettant d'une part que la force motrice P est inversement proportionnelle au rayon de courbure du joint r telle que $P=2\gamma/r$, où γ est l'énergie du joint,
- que la vitesse du joint v soit égale au produit de sa mobilité par P : $v=mP$
- que le diamètre des grains est proportionnel à la courbure de leur joints et que la croissance se fait vers le centre de courbure,

le diamètre moyen suit la loi d'évolution temporelle:

$$D^2 - D_0^2 = a \cdot t$$

avec a constante. Cette formulation est valable dans le cas où la seule force motrice est fournie par la courbure. Dans le cas réel, il existe des forces de freinage, principalement dues aux impuretés, qui ralentissent la migration des joints, et la valeur 2 de l'exposant n'est atteinte que dans les cas de matériaux de haute pureté proches de leur températures de fusion [Hum96]. La taille maximum atteinte par un grain dans de telles conditions est deux fois la taille moyenne [Hil65].

Il est bien naturel que, du moins dans un matériau réel, une limite existe à la croissance des grains. La croissance ralentit effectivement en raison de la diminution de sa force motrice (avec la disparition progressive des joints de grains), et elle ralentit substantiellement également lorsque la taille des grains approche la plus petite dimension de l'échantillon (e.g. l'épaisseur dans le cas de tôles) [Got99].

Dans le cas réel, les impuretés contenues dans le matériau ont tendance à s'accumuler aux joints de grains et peuvent former des précipités. Ces précipités exercent une force de freinage dite « force de Zener », qui est fonction de l'énergie du joint γ , de leur fraction

volumique f et de leur rayon r_p [Got99]: $F_z = \frac{3}{2} \frac{f \gamma}{r_p}$

cette force de freinage ralentit la migration des joints, et lorsque la force motrice n'est plus suffisante pour compenser cet effet, la croissance des grains est stoppée. On peut donc déduire la taille maximum atteinte au cours de la croissance de grains par

$$\frac{3}{2} \frac{f \gamma}{r_p} = 2 \frac{\gamma}{r} \quad \text{soit} \quad D_{\text{limite}} = \frac{4}{3\alpha} \frac{r_p}{f}$$

où α est la constante de proportionnalité entre le diamètre du grain et la courbure du joint considéré.

2.b.6 Croissance anormale

Suite à -ou en parallèle à- la croissance « normale » des grains décrite précédemment, peut se produire la croissance exagérée de quelques grains de la microstructure, ou croissance anormale. Comme elle ne concerne qu'une faible fraction de la population des grains, et que ces grains tendent à remplacer l'ancienne microstructure constituée d'éléments plus petits, on l'appelle également « recristallisation secondaire » (par analogie avec la recristallisation primaire).

D'après Hillert [Hil65], dans le cas de grains assimilés à des sphères, la croissance anormale s'amorce si les conditions suivantes sont satisfaites:

- la croissance normale stagne (par exemple, en raison de précipités),
- la taille limite n'est pas atteinte,
- il existe au moins un grain bien plus gros que la taille moyenne.

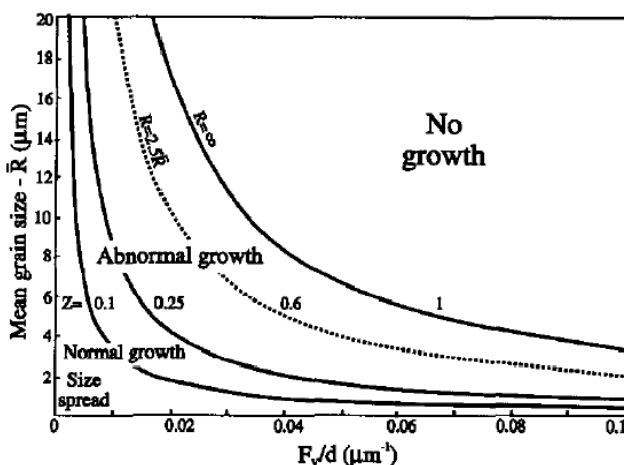


Figure 2-14: les différents régimes de croissance, en fonction de la taille moyenne des grains et du rapport Fraction volumique/diamètre des particules [Hum97]

- $Z=0$ croissance normale
- $0 < Z < 0,1$ la distribution de taille s'élargit
- $0,1 < Z < 0,25$ les croissances normale et anormale se produisent simultanément
- $0,25 < Z < 1$ seule la croissance anormale se produit
- $Z > 1$ la croissance de grains est impossible

Dans ce cas alors, la croissance anormale se produit et la taille moyenne finale des grains dépend du nombre de grains ayant grossi anormalement. Humphreys résume ces conditions [Hum97b] avec l'utilisation d'un nombre adimensionnel Z , prenant en compte le diamètre moyen des grains D_{moy} et la teneur en précipités:

$$Z = \frac{3 \cdot f \cdot D_{\text{moy}}}{2 \cdot r_p}$$

La définition du nombre Z permet de prédire plusieurs comportements pour la

microstructure, comme le montre la figure 2-14.

Dans le cas d'une anisotropie des propriétés des joints de grains, la croissance anormale peut entraîner une forte évolution de la texture, comme il sera discuté au §6.

2.c) Germination

On appelle germination le processus au cours duquel apparaissent les germes de recristallisation.

Une bonne définition du germe est [Hum96]: un **crystallite** contenant **peu d'énergie**, et croissant à l'intérieur d'un **matériau déformé** duquel il est séparé par un joint de **forte désorientation**. Ce n'est donc pas un germe au sens d'un élément nouvellement créé, mais plutôt un sous-grain possédant un avantage de croissance par rapport à ses voisins [Dri95]. Cet avantage résulte:

- d'un avantage de taille, induisant une plus faible courbure de ses joints, ce qui lui procure un avantage énergétique,
- d'un avantage de désorientation, qui rend ces joints plus mobiles.

En pratique, la frontière est très mince entre la fin de la restauration (croissance des sous grains) et la naissance du germe. De plus, sitôt sa croissance entamée, le germe devient un grain, la dite « germination » est donc terminée. C'est donc un processus fugitif qu'il est pratiquement impossible d'observer expérimentalement.

En pratique les mécanismes de la restauration, de la recristallisation et de la croissance de grains sont très similaires et ont fait l'objet d'une théorie unique [Hum97a,b], basée sur la stabilité de structures cellulaires.

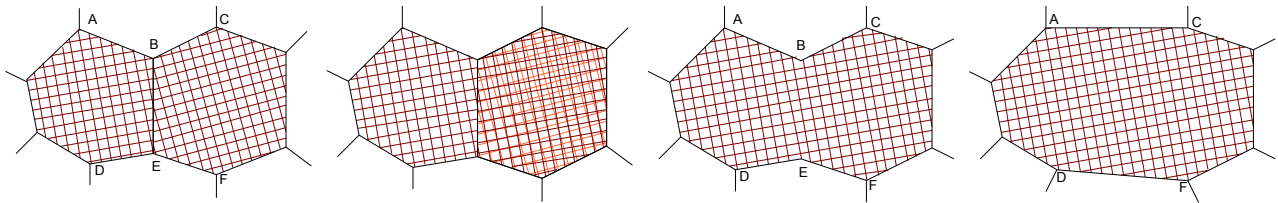
Toutefois, les mécanismes d'apparition des germes ont fait l'objet de nombreuses revues [Bur52, Mir00, Doh97a, Dri95] le but étant de savoir comment un sous-grain issu de la restauration atteint une taille suffisamment importante -et devient suffisamment désorienté de son entourage- pour devenir un grain.

2.c.1 Croissance des sous-grains par rotation et coalescence

Ce mécanisme a été proposé par Hu [Hu62], après avoir observé dans un alliage Fe-Si3% la formation de sous-grains par polygonisation suivie d'un accroissement de taille sans migration de joint observable.

Chapitre 2: Étude bibliographique

Comme le montre la figure 2-15, le mécanisme implique la rotation d'un des sous grains jusqu'à ce que son orientation soit similaire à celle de son voisin. Le sous joint disparaîtrait ainsi par un processus de montée des dislocations, qui a été initialement étudié par Li [Li62], puis revu ultérieurement par Szpunar et Doherty [Doh84].



a) Rotation du réseau du deuxième sous grain b) Coalescence par disparition du sous joint BE

Figure 2-15: représentation schématique de la coalescence de sous grains [Nak78]

Ce mécanisme peut être énergétiquement favorable si la baisse d'énergie provoquée par la disparition du joint BC n'est pas compensée par l'augmentation de la désorientation au travers des autres frontières du sous grain ayant subi la rotation. Cependant, il n'existe pas de preuve directe et univoque de sa réelle occurrence dans les métaux [Hum96].

2.c.2 Croissance des sous-grains par migration des joints

Dans un polycristal déformé et restauré, la structure des sous-grains peut présenter de fortes similitudes topologiques avec la structure des grains de l'état recristallisé. De fait, les mécanismes de croissance de ces sous-grains sont similaires à ceux discutés précédemment de la croissance de grains [Hum96], avec ces distinctions:

- l'énergie stockée dans le cristal n'est pas nulle, ce qui crée une force motrice additionnelle,
- la structure initiale est composée majoritairement de joints de faible désorientations,
- selon la déformation appliquée au matériau, l'agrégat de sous-grains peut présenter une géométrie différente de celle -évoquée précédemment- des microstructures équiaxes.

Le mécanisme de croissance du sous-grain par migration de sa paroi initialement proposé par Cahn [Cah50] permet d'expliquer l'augmentation de la désorientation à travers les parois du sous-grain, qui va lui permettre de devenir un germe. En effet, certains des sous-grains, après disparition de leurs plus proches voisins, peuvent rencontrer des zones plus fortement désorientées, ce qui va leur permettre d'augmenter leur vitesse de

croissance.

2.c.3 Sites Préférentiels

À l'échelle du polycristal déformé, les nouveaux grains apparaissent préférentiellement dans les zones présentant les plus grandes distortions de réseau [Cah70] en termes de distance interatomique ou d'orientation cristalline.

De plus, certaines zones de la microstructure déformée contiennent déjà les joints de forte désorientation nécessaires à l'établissement de nouveaux grains. On distingue notamment:

- les sites aux joints de grains ou aux jonctions triples,
- les sites à l'intérieur des grains (comme les bandes de transitions)

Les bandes de transition sont des sites très favorables à la germination en raison du fort gradient d'orientation qu'elles produisent, qui confère aux germes une importante force motrice de croissance. Dillamore [Dil72] a proposé un mécanisme de germination basé sur la topologie de ces bandes, qui présentent des frontières de fortes désorientations allongées, à l'intérieur desquelles se trouvent des assemblages de blocs cellulaires. Ce modèle prévoit la croissance discontinue des cellules possédant un avantage de taille, par migration de leurs parois les plus désorientées.

Cette croissance s'amorce lorsque les points triples tendent vers leur position d'équilibre, puis la migration peut se produire grâce à la courbure du joint.

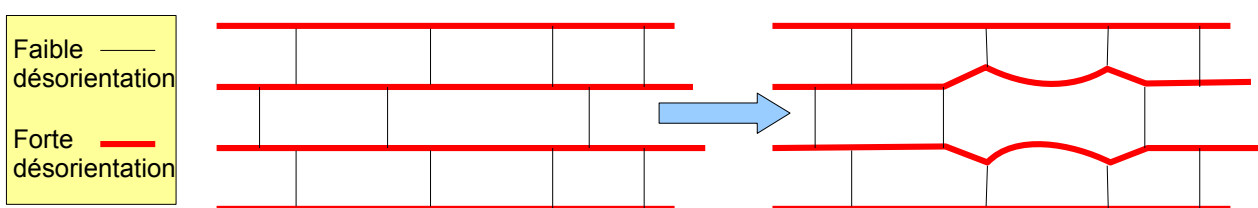


figure 2-16: mécanisme de germination dans une bande de transition (d'après [Dil72])

Les joints de grains, ainsi que les points triples, pour peu qu'ils soient d'une désorientation modérée, fournissent des conditions favorables pour la naissance des nouveaux grains.

Comme pour les autres sites, la germination produite aux joints de grains prend son origine dans les cellules de restauration existantes. Dans certains cas ces cellules, créées par fragmentation lors de la déformation, sont peu désorientées du grain dont elles sont originaires. Les germes issus de telles cellules montrent alors une orientation très proche

de ce grain dit « parent » et on parle d'un mécanisme de Strain Induced Boundary Migration (SIBM).

Le mécanisme de SIBM a été décrit pour la première fois par Beck et Sperry [Bec50], et concerne la croissance d'un grain écroui à l'intérieur d'un grain voisin, qui devient parfait au long du processus. La force motrice pour la migration est ici la différence de dislocations de part et d'autre du joint.

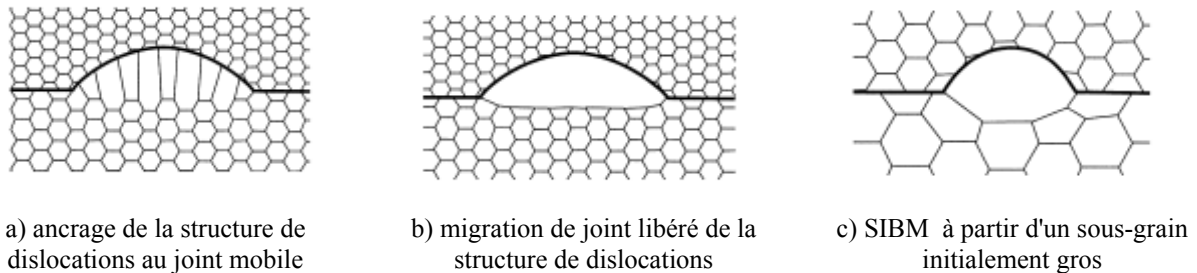


Figure 2-17: les différents cas de SIBM [Hum96]

Plus récemment, Bate et Hutchinson [Bat97] ont remis en question la définition originelle du mécanisme en incorporant les changements nécessaires de la structure de dislocations en arrière du joint (Fig. 2-17a), et en ont donné une formulation plus précise, prédisant par exemple un avantage pour les cellules de faible taille.

Dans une étude de la recristallisation de l'aluminium Bellier et Doherty [Bel77] ont pu observer la croissance de paquets de grains contigus aux abords de certains joints, en particulier dans des bandes de déformation formant des désorientations d'axe $\langle 111 \rangle$. Dans la même étude ils font état de l'importance du taux de déformation initial, constatant:

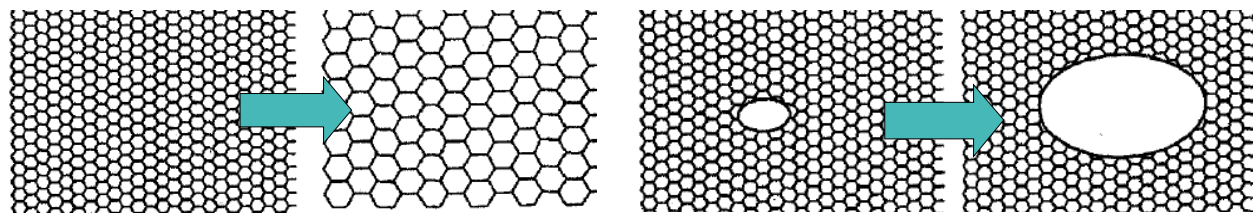
- que les échantillons faiblement déformés (10% de compression) recristallisaient presque exclusivement par SIBM,
- qu'à partir de 20% de déformation, l'origine des germes était progressivement remplacée par des mécanismes classique de croissance de sous-grains.

Il est à noter que le SIBM, en créant des grains recristallisés d'orientation similaire à celle des grains déformés, peut contribuer à la rétention des textures de déformation comme il sera discuté plus loin.

2.d) Recristallisation continue

Par opposition aux mécanismes précédemment cités, qui mettent en jeu la croissance des quelques éléments -les plus favorisés- d'une structure, la recristallisation peut, dans

certaines conditions procéder d'une manière plus homogène au sein de la microstructure déformée (cf. Fig.2-18).



Recristallisation continue ou croissance normale de grains

Recristallisation discontinue ou croissance anormale de grains

Figure 2-18: Schématisation des phénomènes continus et discontinus de recristallisation [Hum97a]

Ce mécanisme est appelé recristallisation continue. Il est à rapprocher du mécanisme de croissance « normale » de grain décrit précédemment car il consiste en un développement homogène de la structure de sous-grains en une structure -idéalement homothétique- de grains équiaxes [Hum97a]. On notera cependant que:

- la croissance des sous-grains peut éventuellement survenir par coalescence et,
- la structure des joints de grains est globalement modifiée par disparition des faibles désorientations au profit des fortes désorientations (ce qui est théoriquement le phénomène inverse à la croissance de grains).

Dans le cas où la structure de faibles désorientations reste stable, le phénomène est appelé « restauration poussée » [Hum96]. La restauration poussée se produit notamment lorsque des particules de seconde phase distribuées de manière homogène gênent la migration des joints ou si, pour toute autre raison, les germes de recristallisation ne peuvent apparaître.

2.e) Mécanismes de changement de texture au cours du recuit

Lorsque les nouveaux grains remplacent la matrice déformée, où lorsqu'ils croissent au détriment d'autres nouveaux grains, la distribution des orientations change dans le matériau.

De par leur caractère « sélectif », ce sont les phénomènes discontinus qui sont les plus à même de changer la texture globale; mais les réorientations survenant au cours du recuit résultent généralement du couplage de plusieurs mécanismes, ce qui rend leur étude plus complexe.

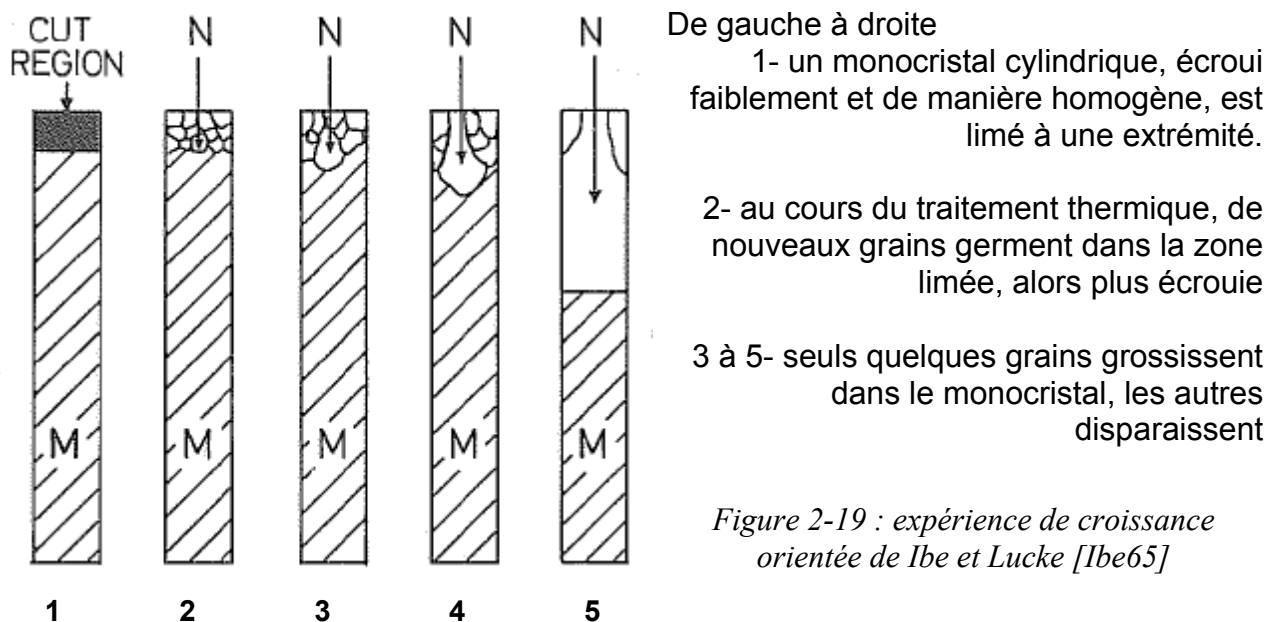
2.e.1 Recristallisation primaire

Comme il a été discuté précédemment, la recristallisation procède dans la plupart des cas par deux phénomènes: germination et croissance. Cette distinction met en évidence deux causes majeures pour l'établissement d'une nouvelle texture:

- la germination produit des grains d'orientation différente de la composante majoritaire de déformation qui en remplaçant la matrice déformée vont imposer leur orientation,
- les orientations des grains produits par la germination reproduisent la texture de déformation, mais certains grains grossissent à des vitesses plus élevées et vont imposer progressivement leur orientation comme majoritaire.

Ces deux concepts sont nommés respectivement « germination orientée » et « croissance orientée », et leur implication dans les évolutions de texture de divers matériaux ont été l'objet de débats controversés pendant quelques décennies.

L'exemple historique de démonstration de la **croissance orientée** est l'expérience de Ibe et Lucke [Ibe65]. Cette expérience, schématisée en Figure 2-19, permet d'observer la sélection de croissance par observation de nouveaux grains ayant grossi à l'intérieur d'un même milieu (échantillon monocristallin).



Sous couvert d'une distribution assez large des orientations initiales, l'analyse des orientations qui dominent en fin de croissance permet d'établir des avantages de mobilité. Ibe et Lucke ont trouvé une sélection très forte au cours de la croissance alors que les

orientations initiales des germes étaient presque aléatoires:

- pour les métaux CFC, pratiquement tous les grains se développant rapidement étaient désorientés de la matrice de 40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$,
- pour les métaux hexagonaux (Zinc et Cadmium), deux groupes ont été trouvés: un désorienté de 30° autour de $[00.1]$ l'autre de 90° autour de $\langle 11.0 \rangle$.

Les tolérances utilisées pour regrouper les nouvelles orientations afin d'établir une désorientation unique étaient de 12° , ce qui est considérable et ne permet pas d'établir une forte mobilité pour une relation d'orientation précise. Cependant, cette expérience montre bien la forte sélection, d'une gamme restreinte de désorientations, qui survient au cours de la recristallisation.

Pour finir, la croissance orientée survenant pendant la recristallisation d'un polycristal ne saurait être attribuée à une relation d'orientation précise [Hum96], car:

- ce genre d'évènement est isolé dans les microstructures déformées, qui présentent de larges gammes de désorientations,
- il a de plus un caractère éphémère, car les relations d'orientations varient au cours de la migration des joints dans la matrice déformée.

La **germination orientée** est comprise comme la germination d'une population de grains dont la texture ne reproduit pas la texture du matériau dans lequel ils apparaissent. Cette définition est assez paradoxale dans la mesure où la germination est un phénomène délicat à observer. Il est donc envisageable que la microstructure produise des germes d'orientations bien distribuées, mais que seuls certains grossissent suffisamment pour être mesurés. On serait alors en présence d'une « croissance orientée des germes » plutôt que d'une germination orientée [Eng87].

La germination orientée dépend essentiellement de la microstructure déformée, et son existence ne peut donc être démontrée que pour des cas particuliers. Elle a par exemple été utilisée pour expliquer la formation de la texture cube lors de la recristallisation de l'aluminium [Doh98].

Cependant, l'influence de la germination sur l'évolution de texture, même dans les cas de germination non orientée, ne doit pas être négligée. En effet, en distribuant spatialement et temporellement l'apparition des nouveaux grains, la germination détermine quel sera leur entourage au cours du processus de recristallisation, et celui-ci a une influence

majeure sur leurs taux de croissances respectifs et donc sur l'évolution de texture [Seb02].

D'une manière générale, il n'existe pas de cas pratique où les effets respectifs de germination orientée et croissance orientée peuvent être isolés [Hum96], et il est admis que lorsque la sélection d'orientation s'opère plutôt au niveau des germes, les changements de textures peuvent être plus marqués que dans le cas où cette sélection s'opère au cours de la croissance.

Les mécanismes complexes survenant au cours de la recristallisation et leurs interactions peuvent également entraîner la rétention de la texture de déformation. Parmi les mécanismes défavorables au changement de texture, on citera notamment:

- le SIBM, qui tend à créer des nouveaux grains d'orientations proches de leurs parents,
- la recristallisation continue, qui favorise une croissance homothétique de la sous structure de déformation, et donc un développement homogène de ses orientations.

2.e.2 Croissance de grains: application aux alliages de structure hexagonale

Qu'elle survienne au cours, ou consécutivement à la recristallisation primaire, la croissance des grains implique la migration de joints de forte désorientation et peut donc contribuer à l'évolution de la texture.

Les causes générales de l'évolution de texture en croissance de grains sont listées ci-dessous, ainsi que des exemples de leurs applications aux matériaux hexagonaux:

- une **corrélacion taille/orientation**: selon le critère topologique de croissance schématisé sur la figure 2-10, la croissance favorise les grains possédant déjà un avantage de taille. Si ces grains initialement gros possèdent une composante de texture différente du reste de la microstructure, il est fort probable que la croissance conduise à un changement de texture par développement de cette composante. Cette corrélation a été observée par Dewobroto [Dew04] dans le Zirconium et le Titane laminés à 80%, et tenue pour responsable de l'évolution de texture survenant majoritairement au cours de la phase de croissance.
- Une **anisotropie** marquée des propriétés des **joints de grains**, peut également conduire à une évolution de texture en favorisant la migration de certains joints [Nov99]. L'établissement d'une nouvelle texture devient possible si une population favorablement désorientée du reste de la microstructure possède par ailleurs un

avantage lui permettant de croître plutôt que de disparaître [Men96].

- Dans le cas d'une texture marquée, la croissance des grains de la composante majoritaire subit un freinage compte tenu de leur forte probabilité d'être entourés de voisins d'orientations similaires, cet effet est appelé « **orientation pinning** » [Juu95]. Cet effet peut, même si aucune corrélation taille-orientation n'existe initialement, induire le développement d'une composante minoritaire. En effet, les grains de la composante minoritaire possèdent dans ce cas des frontières plus mobiles, ils peuvent donc disparaître plus rapidement, ou grossir plus rapidement que les grains de la composante majoritaire. Les grains de la composante minoritaire ne disparaissant pas acquièrent alors un avantage de taille qui va leur permettre de continuer à grossir au détriment des autres.
- Dans le cas d'une forte **corrélation spatiale** de la texture, ou de textures localement marquées [Ma04], les effets d'orientation pinning peuvent être également plus importants.
- La présence d'**énergie stockée résiduelle** dans les grains recristallisés peut également apporter une force motrice supplémentaire pour la croissance des grains, et si une corrélation existe entre la quantité d'énergie et l'orientation des grains, la texture va évoluer dans le sens de la disparition des orientations contenant le plus d'énergie stockée. Cet argument a été avancé par Zhu [Zhu06] pour expliquer la croissance préférentielle responsable du changement de texture de l'alliage Zr-2Hf, et bien que n'ayant pu être prouvé de manière irréfutable, il fournit une explication plausible des évolutions de texture dans ce cas.

De la même manière que pour la recristallisation primaire, les phénomènes discontinus sont plus à même de provoquer des changements importants dans la texture en croissance de grains, ce qui est le cas de la croissance anormale. Un exemple notable a été présenté dans le cas de Zirconium iodé par Higgins [Hig66], qui a constaté une rotation globale de la texture de 30° autour de [00.1] au cours de la croissance anormale, alors qu'une texture de recuit était déjà établie par cette même rotation depuis la texture de déformation.

Chapitre 3: Évolution de texture globale du Zr702

L'évolution de texture au cours du recuit des alliages de Zirconium laminés est décrite dans la littérature comme une rotation de 30° de la composante majoritaire de <10-10>//DL à <11-20>//DL [Dew04 Zhu06, Ino88]. L'analyse de Dewobroto a également démontré que ce changement se produit principalement après la fin de la recristallisation primaire, et que l'observation des microstructures recristallisées permet de détecter un avantage de taille des grains présentant l'orientation qui sera développée au cours de la croissance de grains.

Néanmoins, ces conclusions ont été énoncées dans le cadre du laminage simple à 80%, et il est maintenant nécessaire de savoir si le comportement peut être généralisé à d'autres taux et modes de déformation.

C'est pourquoi ce chapitre va présenter les évolutions de texture après recuits d'échantillons laminés à des taux de 40% 50%, 60% et 80%. De manière à établir si différentes textures de départ pourraient aussi entraîner des modifications dans les évolutions de texture, ces taux de déformations ont aussi été appliqués en laminage croisé et laminage transverse.

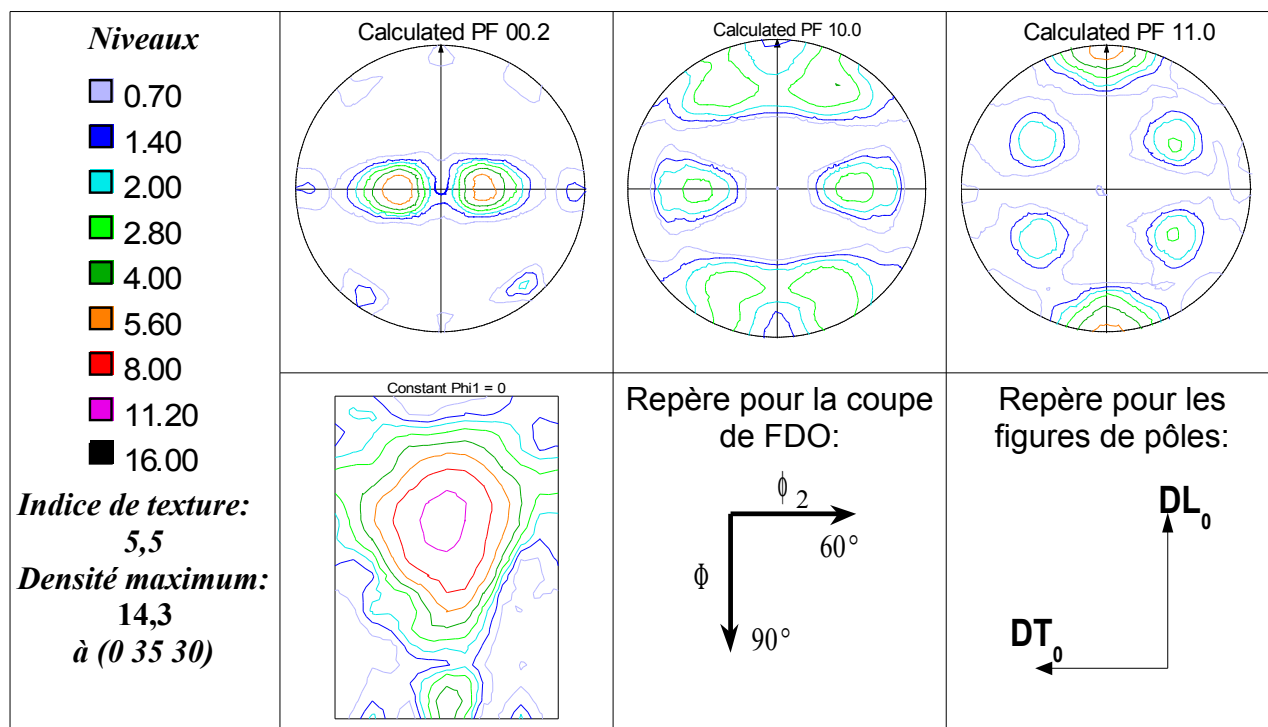


Figure 3-1: Texture initiale du Zr702 présentée dans le repère de laminage à chaud. Le code de couleur des lignes de niveaux est valable pour la suite du chapitre.

La texture initiale du Zr702 présente un maximum à $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Cette texture a une symétrie d'échantillon orthorhombique, comme il peut être constaté au regard des figures de pôles ci-dessous, il y a donc un maximum équivalent à $\{\varphi_1=180^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Sur les figures de pôle, cette orientation correspond à la direction $[00.1]$ inclinée à $\pm 35^\circ$ de la direction normale vers la direction transverse et un axe $\langle 11.0 \rangle$ aligné avec la direction de laminage.

Dans un souci de simplicité de lecture, seule la première coupe à φ_1 constant de l'espace des orientations est représentée, celle-ci permettant de visualiser le maximum d'informations dans un minimum d'espace. Ce mode de représentation sera conservé dans la suite du chapitre, car il permet de visualiser d'une manière synthétique les principales modifications de texture. De même, et pour une simplicité de comparaison des textures, le repère d'échantillon initial $\{DL_0, DT_0, DN_0\}$ sera utilisé comme référence pour les trois modes de laminage à froid utilisés.

3.1. Textures de déformation

1.a) Évolution de texture en laminage simple

Au cours du laminage simple du Zr702, le maximum de la FDO se déplace progressivement de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ vers $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ (Fig. 3-2), c'est à dire que les pôles $\langle 10.0 \rangle$ s'alignent avec la direction de laminage. Cet alignement s'opère par une rotation progressive des maxima autour des axes $[00.1]$.

On observe pour les faibles taux de réduction un étalement de la texture en une fibre autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2\}$, puis le maximum de la FDO se concentre en $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ à partir de 60% de réduction, ce qui signifie que la grande majorité des axes $\langle 10.0 \rangle$ ont été réorientés. L'indice de texture, initialement supérieur à 5, diminue nettement avec l'étalement de la texture autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2\}$ puis ré-augmente avec la concentration progressive des axes $\langle 10.0 \rangle$ autour de DL. A partir de 60% de réduction, la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ est également développée, diminuant de fait l'indice de texture.

D'autre part on peut voir sur les coupes de FDO un développement des orientations ayant de faibles valeurs de Φ , ce qui signifie que la proportion de cristaux ayant l'axe $[00.1]$ dans la direction normale de la tôle (fibre basale) devient plus importante.

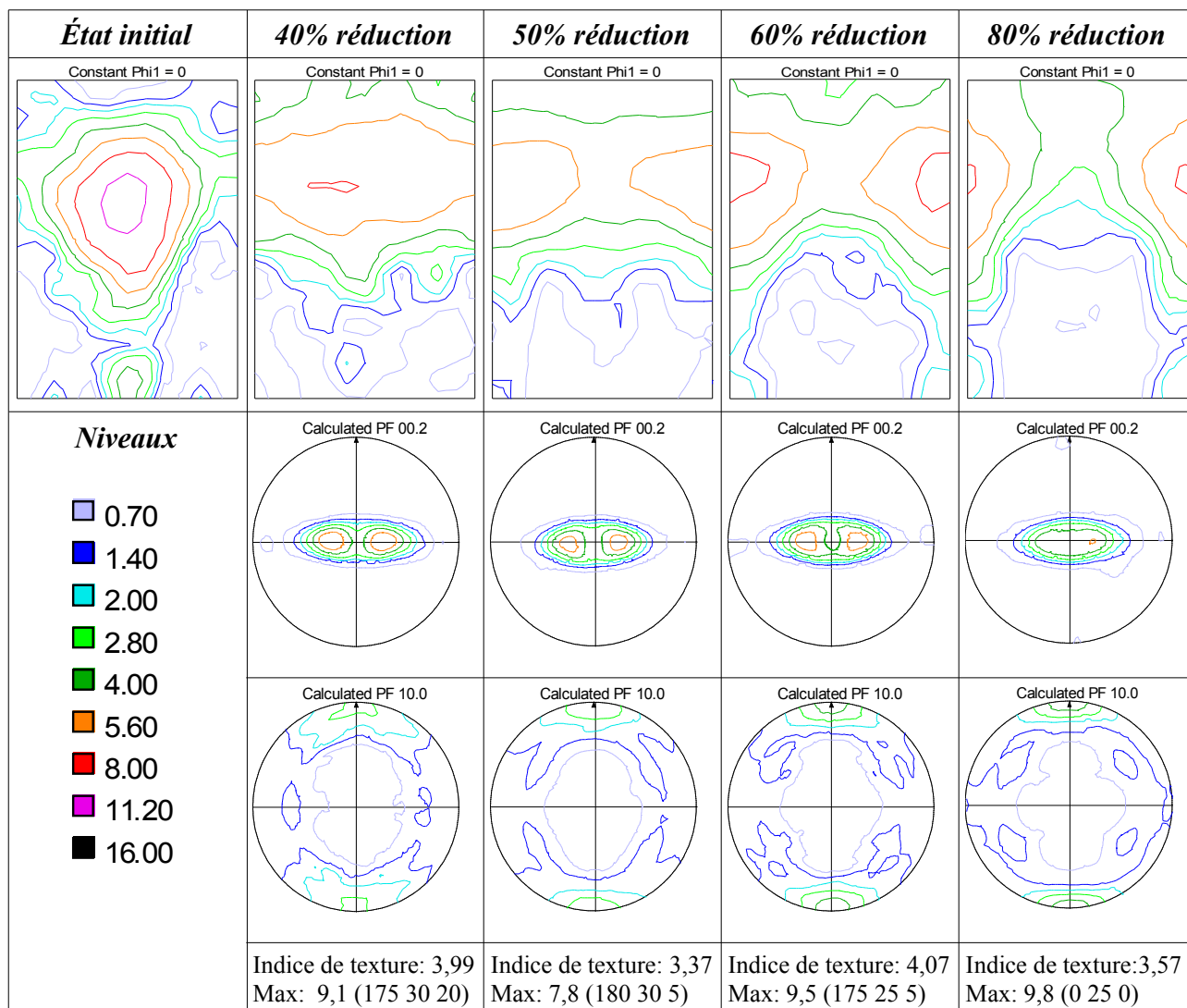


Figure 3-2: Évolution de texture au cours du laminage simple jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations et figures de pôles $\{00.1\}$ et $\{10.0\}$).

1.b) Évolution de texture en laminage transverse:

Au cours du laminage transverse, le maximum de la FDO se déplace en $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ et l'intensité de la fibre basale ($\Phi=0^\circ$) augmente.

Les orientations à $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ se développent mais le maximum de texture reste centré en $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$, ce qui signifie que la plupart des pôles $\langle 11.0 \rangle$ restent alignés dans la direction de laminage initiale, ou plus précisément, que les pôles $\langle 10.0 \rangle$ tendent à s'aligner vers la nouvelle direction de laminage (direction transverse initiale). En effet, l'orientation majoritaire au cours de la déformation étant $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$, ces axes sont principalement contenus dans le plan (DN; DT₀) mais ne coïncident pas avec la direction macroscopique DT₀. La diminution progressive de l'angle Φ pour cette

composante a pour effet de rapprocher les axes <10.0> avec cette direction d'échantillon.

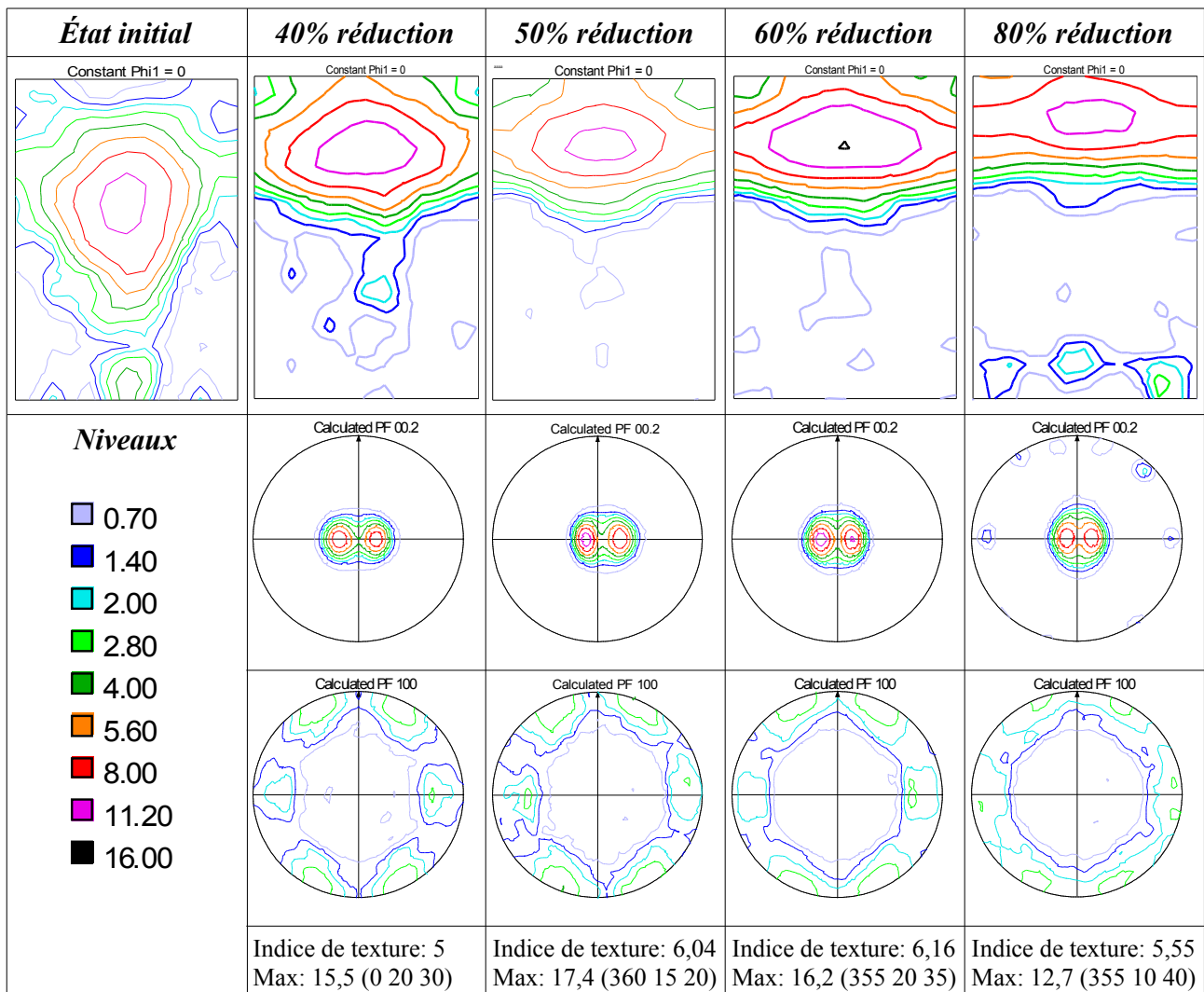


Figure 3-3: Évolution de texture au cours du laminage transverse jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations et figures de pôles $\{00.1\}$ et $\{10.0\}$).

Il est à noter que la forte intensité des composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2\}$ observée après 80% de réduction est vraisemblablement due à un problème inhérent à la difficulté de mesure des figures de pôles lorsque la texture devient proche de la texture basale.

1.c) Évolution de texture en laminage croisé:

La déformation par laminage croisé, est obtenue en appliquant alternativement des incréments de déformation (3% de réduction d'épaisseur) dans les directions initiales de laminage et transverse. Au cours de cette opération le maximum de la fonction de texture se déplace de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=35^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ en $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

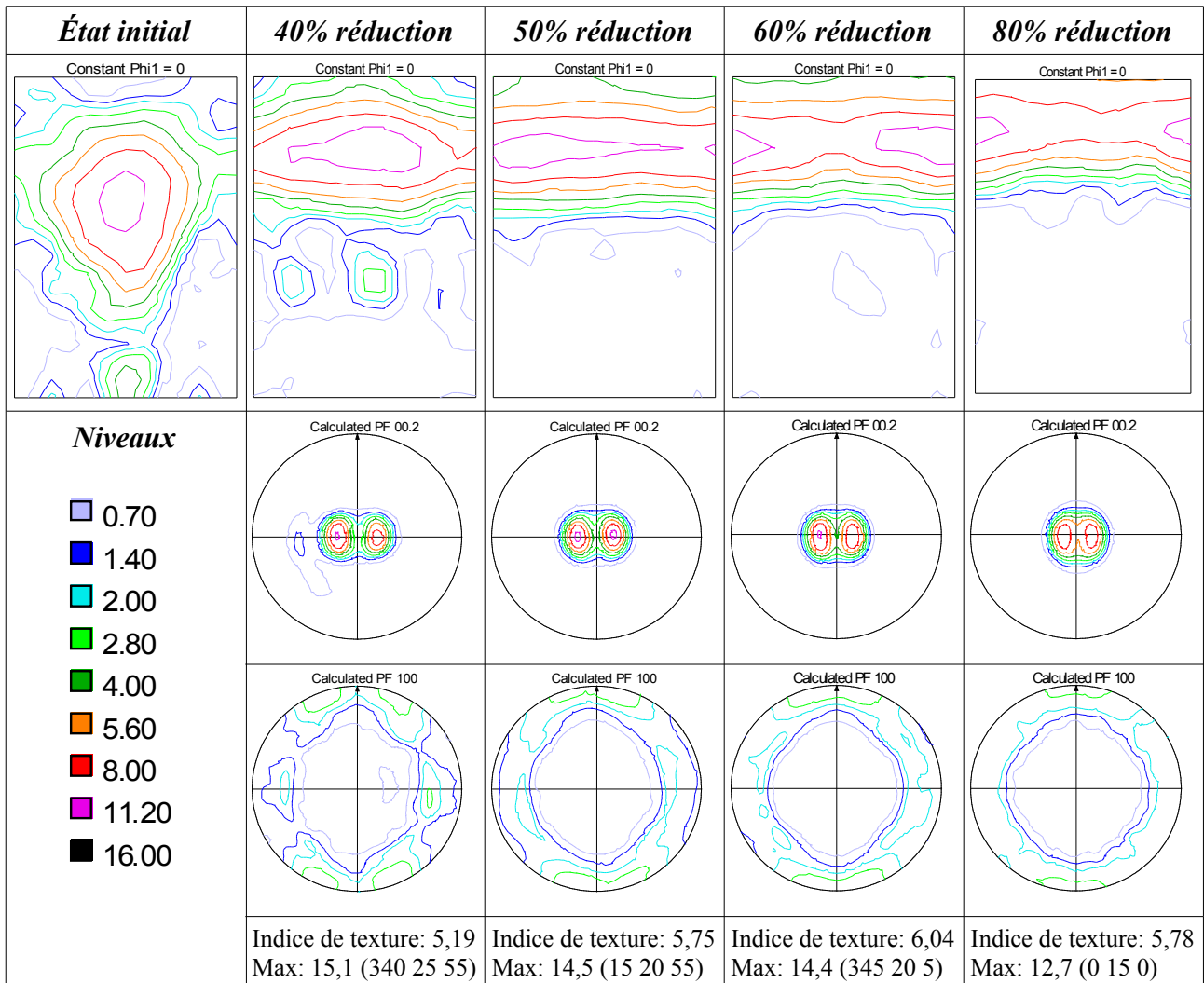


Figure 3-4: Évolution de texture au cours du laminage croisé jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations et figures de pôles $\{00.1\}$ et $\{10.0\}$).

L'indice de texture reste assez faible car les orientations sont dispersées dans les directions de la fibre basale et de l'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$; il est cependant plus élevé que dans le cas du laminage simple en raison d'une densité nulle pour les orientations avec $\Phi > 30^\circ$.

3.2. Évolutions de textures au cours du recuit

2.a) Évolutions de texture globale

Cette section contient les résultats des mesures de textures effectuées après recuits sur les échantillons déformés évoqués précédemment. Pour une plus grande facilité de compréhension il a été choisi de regrouper les différents cas par taux de déformation, les évolutions de texture pour différents modes de laminage présentant souvent des

similitudes pour un même taux. Les influences respectives des modes de laminage seront plutôt analysées au cours de la discussion.

Deux états sont présentés pour caractériser cette évolution:

- L'état « recristallisé » qui est défini sur une base microstructurale, et correspond à l'état le plus proche possible de la disparition des dernières zones déformées,
- l'état « croissance de grains » est défini par des conditions de traitement thermique (700°C, 8h à partir de l'état déformé) indépendamment du taux de déformation préalable. Dans tous les cas, la taille moyenne de grain atteinte à ce stade est plus de deux fois supérieure à la taille de grain en fin de recristallisation. Un état dit de « croissance prolongée » sera présenté par la suite.

Seules les coupes à $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations sont représentées car elles permettent de visualiser d'une manière claire et synthétique l'information la plus pertinente concernant l'évolution de texture.

2.a.1 40% de réduction (taux de réduction faible)

L'évolution de texture au cours du recuit pour les matériaux laminés à 40% est présentée sur la figure 3-5. La figure montre tout d'abord les textures de déformation des trois matériaux. Ces textures présentent des similitudes car elles découlent de la même texture initiale, après application d'un taux de réduction relativement faible.

Les orientations restent donc concentrées autour de la même zone de l'espace d'Euler ($\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20-30^\circ, \varphi_2=20-40^\circ\}$). Toutefois, les intensités sont plus marquées vers les zones à $\Phi=0^\circ$ pour le laminage transverse et $\varphi_2=0^\circ$ pour le laminage simple. La texture de laminage croisé présente ces deux caractéristiques.

Au cours du recuit, les évolutions de ces trois matériaux vont présenter quelques différences. Pour commencer, la texture développée en croissance de grains par le matériau laminé en sens transverse possède un maximum autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ alors qu'il se situe aux alentours de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ dans les cas de laminage simple et croisé. De plus, l'examen séparé de la recristallisation (primaire) et de la croissance de grains révèle des comportements nuancés:

- Le cas du laminage simple montre un étalement assez important de la texture suivi d'une concentration en $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ qui se produit au cours de la croissance

de grains,

- le changement de position du maximum dans le cas du laminage croisé s'opère plutôt au cours de la recristallisation, la texture restant relativement stable après croissance de grains,
- dans le cas du laminage transverse, la position des maxima évolue au cours de la recristallisation puis de la croissance de grains.

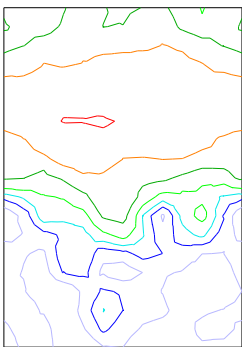
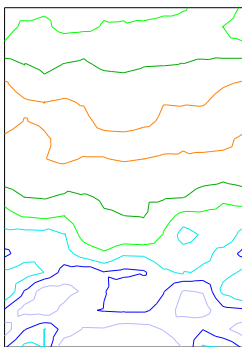
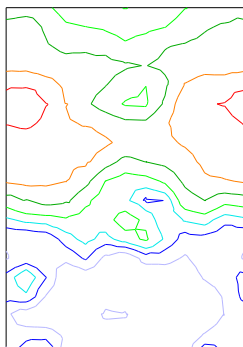
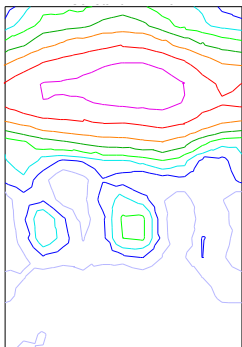
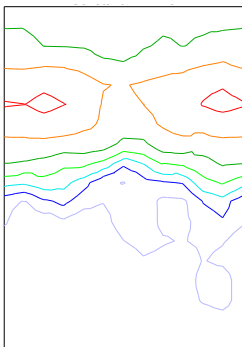
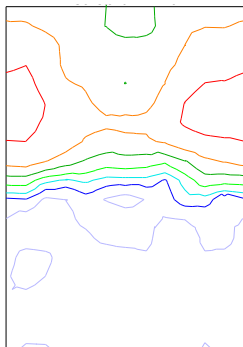
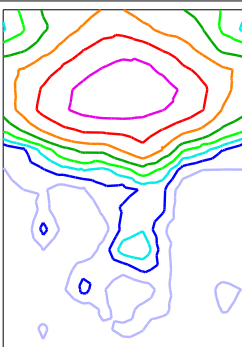
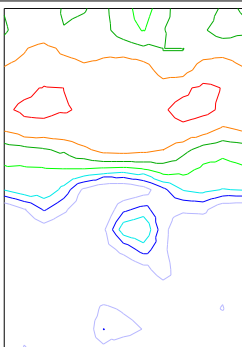
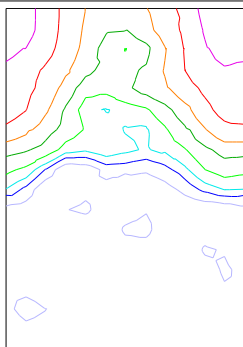
	État déformé		État recristallisé		Croissance de grains	
Laminage simple		Indice de texture: 4,0 Max: 9,1 (175 30 20)		Indice de texture: 3,0 Max: 6,9 (175 25 5)		Indice de texture: 3,5 Max: 10,74 (5 25 0)
Laminage croisé		Indice de texture: 5,2 Max: 15,1 (340 25 55)		Indice de texture: 3,8 Max: 11,32 (185 25 5)		Indice de texture: 4,1 Max: 10,46 (355 25 0)
Laminage transverse		Indice de texture: 5,0 Max: 15,5 (0 20 30)		Indice de texture: 4,4 Max: 10,9 (195 20 5)		Indice de texture: 4,9 Max: 13,44 (195 10 45)

Figure 3-5: Évolution de texture au cours du recuit des matériaux laminés à 40% de réduction d'épaisseur (coupes en $\phi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

D'une manière générale, la régénération de la microstructure qui se produit au cours de la

recristallisation primaire s'accompagne d'une diminution de la valeur de l'indice de texture. Cette valeur augmente à nouveau lors de la croissance de grains en raison du développement/renforcement de la nouvelle texture.

Dans le cas du laminage transverse, cet indice de texture atteint des valeurs plus importantes car une seule composante de texture est développée.

2.a.2 50% et 60% de réduction (taux intermédiaires)

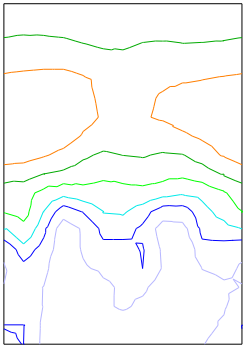
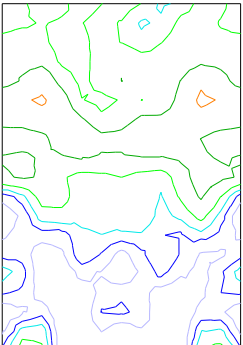
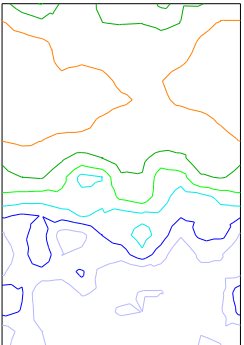
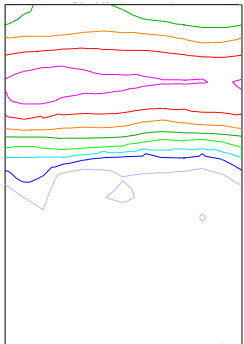
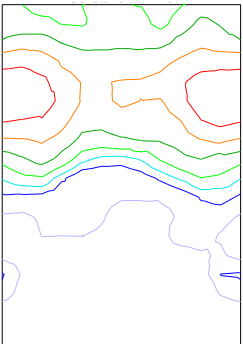
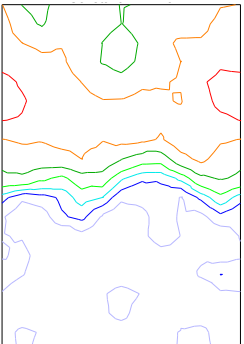
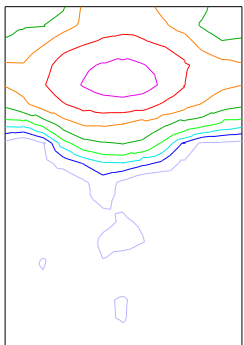
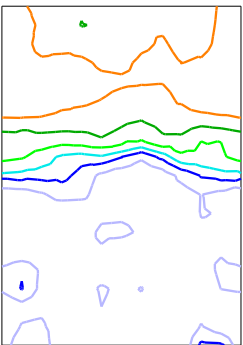
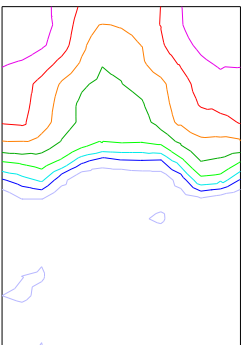
	État déformé		État recristallisé		Croissance de grains	
Laminage simple		Indice de texture: 3,4 Max: 7,8 (180 30 5)		Indice de texture: 2,8 Max: 7,3 (170 25 0)		Indice de texture: 3,4 Max: 8,3 (180 25 0)
Laminage croisé		Indice de texture: 5,7 Max: 14,5 (15 20 55)		Indice de texture: 3,7 Max: 10,6 (350 25 0)		Indice de texture: 3,6 Max: 9,22 (355 20 0)
Laminage transverse		Indice de texture: 6,1 Max: 17,4 (0 15 20)		Indice de texture: 3,7 Max: 8,2 (185 20 10)		Indice de texture: 5,5 Max: 15,4 (0 0 55)

Figure 3-6: Évolution de texture au cours du recuit des matériaux laminés à 50% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

La figure 3-6 montre les évolutions de texture des matériaux laminés à 50% au cours du

recuit. L'évolution des indices de texture et des valeurs maximales montre d'une manière générale un affaiblissement des textures au cours de la recristallisation, puis un renforcement au cours de la phase de croissance de grain.

L'affaiblissement de texture observé au cours de la recristallisation n'est pas accompagné d'un changement de position des maxima dans le cas du laminage simple. En revanche, la recristallisation du matériau laminé dans la direction transverse montre un déplacement de ces maxima vers la zone à $\varphi_2=0^\circ$, qui se confirme au cours de la croissance de grains avec le développement d'une composante basale $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$. Cette réorientation entraîne une acuité de texture plus forte que celle du matériau laminé simple, dont la texture prend des allures de fibre autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2\}$ en fin de recristallisation. Après croissance de grains, la texture du matériau issu du laminage simple reste cependant très similaire à la texture de déformation.

La texture de déformation du matériau issu du laminage croisé, à mi-chemin entre celles des matériaux laminés simple et transverse, se concentre légèrement autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ au cours de la recristallisation. Cette orientation est retenue après croissance de grains avec toutefois une densité plus faible, alors que les orientations de la zone proche de $\Phi=0^\circ$ prennent de l'importance dans la FDO.

La figure 3-7 montre les évolutions au cours du recuit des textures des matériaux laminés à 60%. Les évolutions au cours de la recristallisation primaire sont très similaires à celles des matériaux dont l'épaisseur a été réduite de 50%. Toutefois, il est intéressant de noter que les textures de recristallisation sont moins prononcées dans le cas des laminages simple et croisé.

Les évolutions après croissance de grain sont également différentes de celles observées précédemment pour ces deux cas de laminage puisque l'on observe à présent un déplacement de la position du maximum de la FDO (φ_2 passe de 0° à 30°). Dans le cas du laminage transverse, la composante basale développée après croissance de grains est plus marquée pour le matériau réduit de 60%.

	État déformé		État recristallisé		Croissance de grains	
Laminage simple		Indice de texture: 4,1 Max: 9,5 (175 25 5)		Indice de texture: 2,9 Max: 6,7 (5 35 35)		Indice de texture: 4,0 Max: 9,37 (0 35 30)
Laminage croisé		Indice de texture: 6,0 Max: 14,4 (345 20 5)		Indice de texture: 3,7 Max: 8,38 (180 25 0)		Indice de texture: 4,5 Max: 9,06 (0 0 15)
Laminage transverse		Indice de texture: 6,2 Max: 16,2 (355 20 35)		Indice de texture: 3,9 Max: 8,5 (355 25 0)		Indice de texture: 6,4 Max: 17,67 (155 5 30)

Figure 3-7: Évolution de texture au cours du recuit des matériaux laminés à 60% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

2.a.3 80% de réduction

Les évolutions de texture au cours du recuit après 80% de taux de réduction sont présentées dans la figure 3-8. Globalement, on observe un affaiblissement des textures au cours de la recristallisation, mais celles ci changent relativement peu dans le cas du laminage simple et croisé. Pour ces deux cas, les positions des maxima sont maintenues, et dans le cas du laminage simple la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, disparaît. C'est au cours de la croissance de grains que la réorientation survient. Dans le cas du laminage simple, cette réorientation consiste en une rotation de 30° relatée dans la thèse de

Dewobroto, faisant passer le maximum de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ à $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. On constate dans le cas du laminage croisé une rotation similaire, bien que la valeur de l'angle Φ soit plus faible. Pour le laminage transverse, le changement de texture est -une fois de plus- assez rapide, et la rotation observée de 30° autour des axes $\langle c \rangle$ s'accompagne d'un déplacement de ces axes vers la direction normale de l'échantillon. En fin de recristallisation, la texture consiste en une composante basale accompagnée d'une faible composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ qui disparaît au cours de la croissance de grains, ce qui résulte en une texture $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ assez marquée.

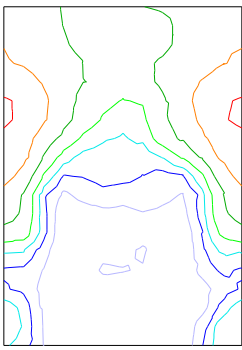
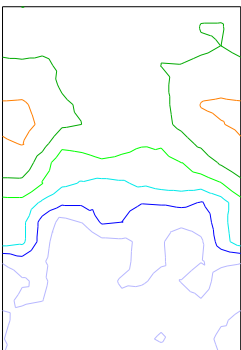
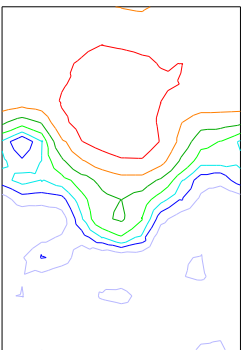
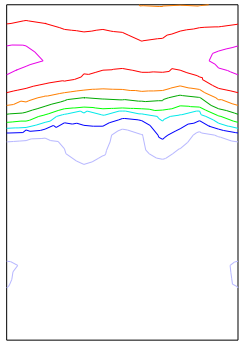
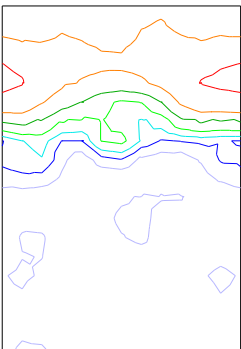
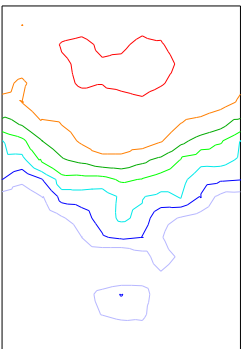
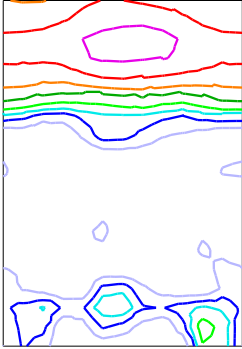
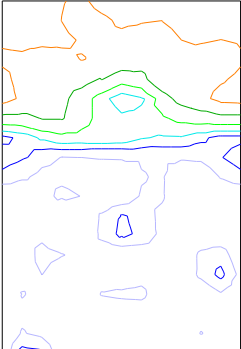
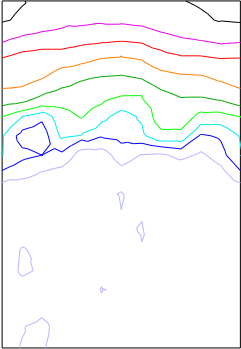
	État déformé		État recristallisé		Croissance de grains	
Laminage simple		Indice de texture: 3.6 Max: 9,8 (0 25 0)		Indice de texture: 3.0 Max: 7,88 (180 30 55)		Indice de texture: 4.8 Max: 11,13 (180 30 35)
Laminage croisé		Indice de texture: 5.8 Max: 12,7 (0 15 0)		Indice de texture: 4.4 Max: 9,6 (210 20 45)		Indice de texture: 3.9 Max: 9,17 (0 15 30)
Laminage transverse		Indice de texture: 5.5 Max: 12,7 (355 10 40)		Indice de texture: 3.55 Max: 7,56 (260 5 40)		Indice de texture: 6.0 Max: 17,31 (5 0 55)

Figure 3-8: Évolution de texture au cours du recuit des matériaux laminés à 80% de réduction d'épaisseur (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

2.b) Textures partielles en fin de recristallisation

Les études précédemment conduites par Dewobroto et al. dans le cas du laminage simple à 80% ont mené à la conclusion que le changement de texture au cours de la croissance de grains était dû à un avantage de taille des grains d'orientations $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ déjà présents dans la microstructure en fin de recristallisation, cette dernière présentant une texture peu différente de la texture de déformation.

Le sous-chapitre précédent a montré que l'évolution de texture au cours du recuit dépend fortement du mode et du taux de déformation appliqué. On observe notamment:

- des cas où le changement de texture se produit principalement au cours de la croissance de grain,
- des cas où la texture de déformation semble maintenue tout au long du traitement thermique,
- et enfin des cas où le changement de texture semble se produire principalement au cours de la recristallisation primaire.

Le troisième comportement sera analysé plus en profondeur au cours du chapitre suivant car il requiert un examen des microstructures en cours de recristallisation. Nous allons à présent examiner les textures partielles dans les microstructures recristallisées correspondant aux deux autres cas.

2.b.1 Cas avec changement de texture en croissance de grains.

Nous venons de constater que l'évolution de texture semble adopter un comportement similaire dans les cas de laminage simple et croisé à 80%: la position des maxima de la FDO ne varie pas (ou peu) au cours de la recristallisation, mais subit une réorientation après croissance de grains. Les matériaux issus des mêmes modes de laminage à 60% semblent se comporter de façon similaire au cours du recuit.

La figure 3-9 montre pour ces quatre cas les textures mesurées par EBSD des populations des plus gros et plus petits grains de l'état recristallisé ainsi que celle de la population totale. La texture, mesurée par DRX, des états consécutifs à la croissance de grains est également rappelée.

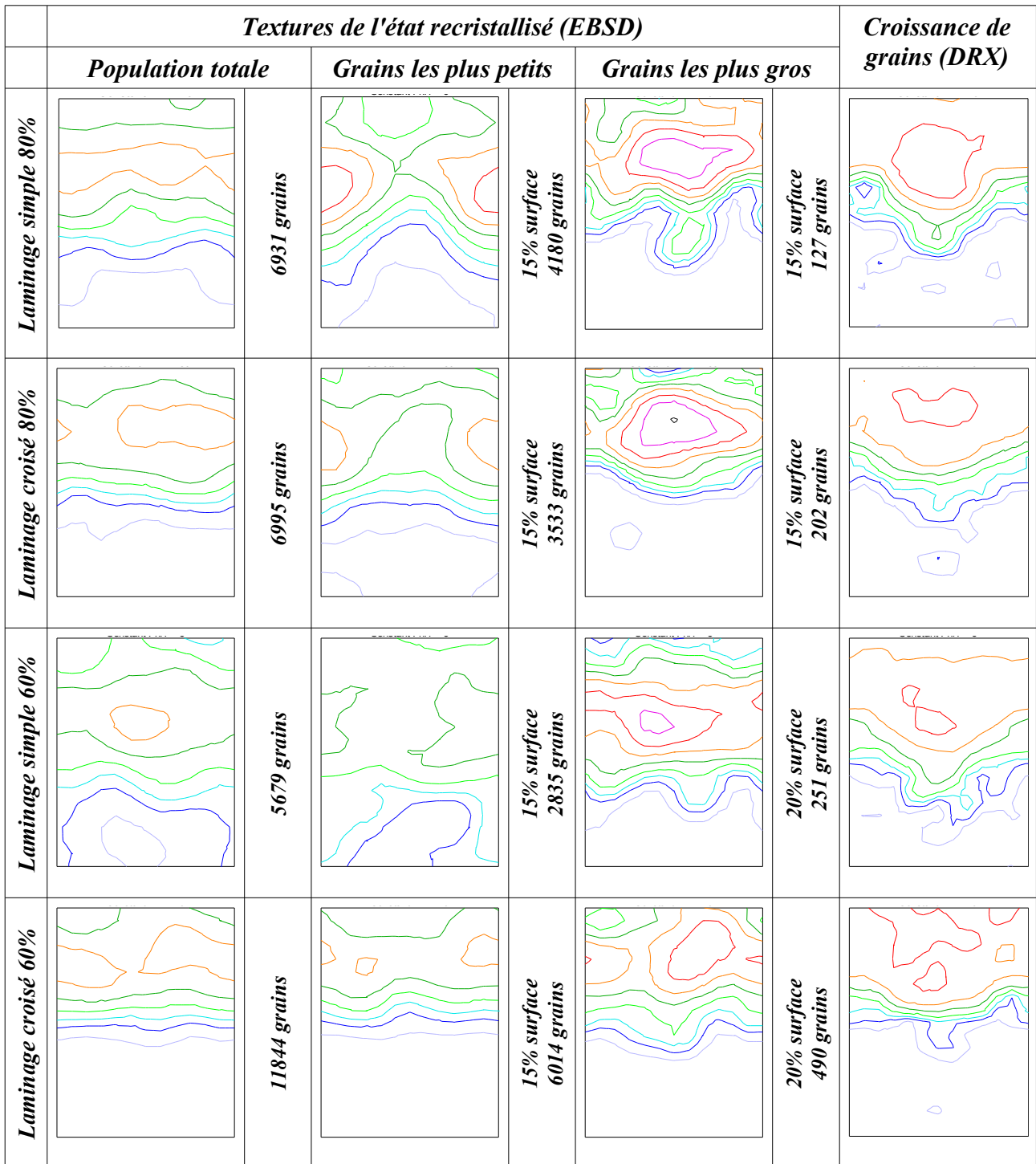


Figure 3-9: Textures partielles des populations de gros et petits grains des microstructures recristallisées des matériaux dont l'évolution de texture se produit principalement en croissance de grains (coupes en $\phi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

De par la nature bidimensionnelle de l'analyse EBSD, il est possible que la texture de recristallisation qui en est issue soit légèrement différente de la texture mesurée par DRX dans certains cas, en particulier ceux pour lesquels la taille de grains est corrélée avec les orientations. En effet, ces textures sont calculées à partir des orientations individuelles des

grains pondérées par leur surface, ce qui induit un biais dans la quantification de la texture par rapport aux mesures par RX (qui sont également statistiquement plus fiables).

On observe sur cette figure une bonne correspondance entre les textures des plus gros grains recristallisés et les textures après croissance de grain, en particulier pour les cas de laminage à 80%, où les orientations des populations de gros et petits grains sont également bien distinctes. Dans le cas du laminage simple à 60%, l'évolution est légèrement plus rapide, et l'orientation majoritaire de la population totale mesurée par EBSD semble déjà coïncider avec celle des grains les plus gros. Dans tous les cas, l'orientation de déformation est encore majoritairement présente dans les populations des grains les plus petits.

2.b.2 Cas avec très peu de changement de texture

La lecture de la figure 3-6 a montré que la recristallisation après 50% de laminage simple ou croisé ne modifie que très peu la texture, et que cette texture est maintenue après croissance de grains.

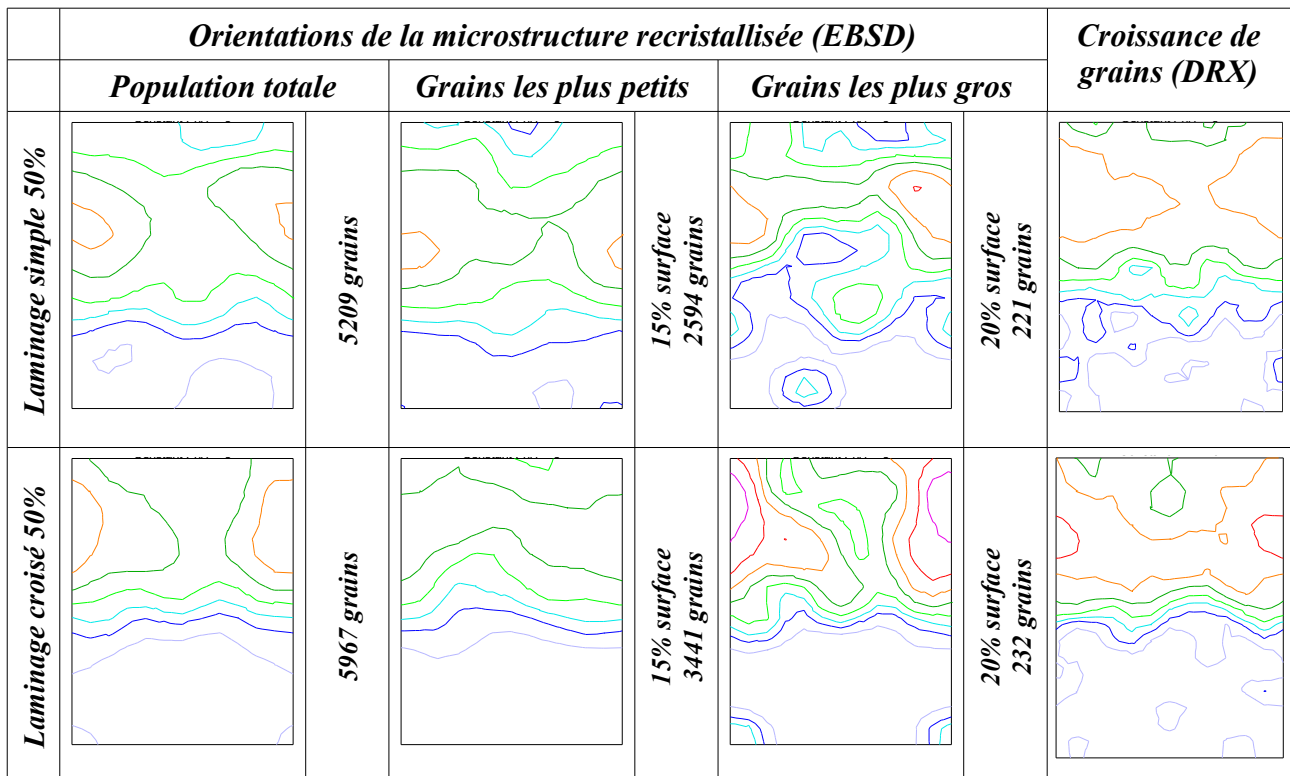


Figure 3-10: Textures partielles des populations de gros et petits grains des microstructures recristallisées des matériaux dont la texture n'évolue que peu au cours de la recristallisation et pas en croissance de grains (coupes en $\phi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

On peut observer sur la figure 3-10 les textures partielles basées sur les tailles de grains des états recristallisés correspondants. Dans le cas du laminage simple, les textures des gros et des petits grains sont très semblables, avec une faible différence dans la position en Φ des maxima. Dans le cas du laminage croisé, la texture des petits grains est très dispersée et n'affiche pas de composante préférentielle clairement distincte de celle des gros grains.

2.b.3 Cas de changement de texture progressif

La figure 3-11 montre les textures partielles des microstructures recristallisées après laminage transverse. Il a été montré précédemment que les matériaux issus de cette déformation affichaient une évolution de texture continue au cours du traitement thermique.

On observe une fois encore la bonne concordance entre les orientations des plus gros grains recristallisés et l'orientation développée en croissance de grain qui présente un maximum à $\langle 10-10 \rangle // DL_0$, indépendamment du taux de réduction appliqué. Il faut cependant noter que pour l'échantillon déformé à 80%, l'orientation majoritaire des gros grains est $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=10^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, ce qui n'est pas exactement la composante basale développée après croissance de grains

Dans tous les cas la texture des grains les plus petits est très étalée dans les orientations de déformation et ne peut être clairement distinguée de celle-ci. Toutefois on perçoit, notamment dans les cas déformés à 40% et 60%, de légers renforcements de la distribution, pour des orientations différentes de la composante majoritaire de déformation. Si la texture de la population des petits grains est, au même titre que celle des gros grains, différente de la texture de déformation, on peut penser que les orientations des grains apparaissant au début de la recristallisation ne reproduisent pas la texture de déformation. Ce phénomène sera étudié plus en détail au chapitre suivant.

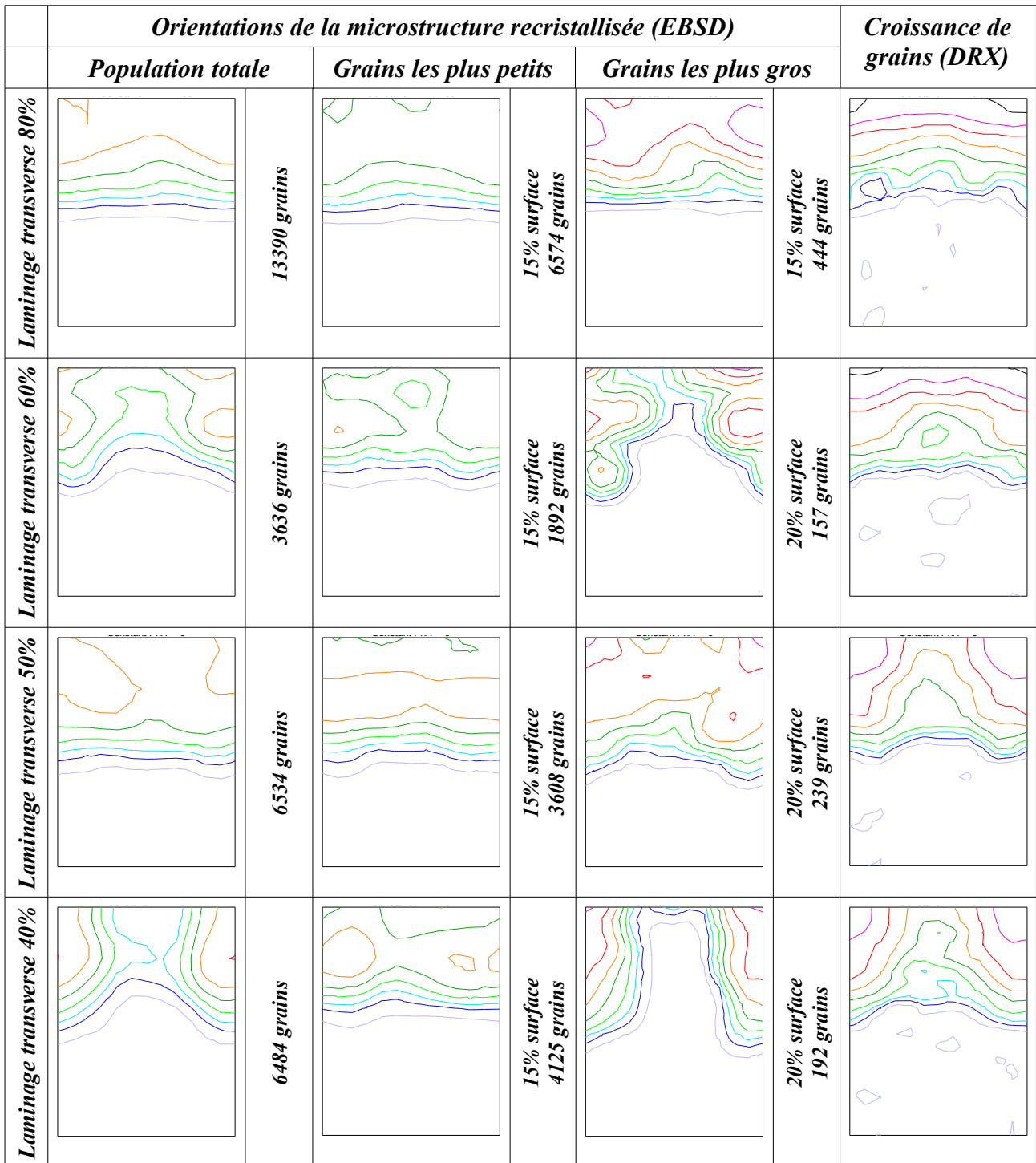


Figure 3-11: Textures partielles des populations de gros et petits grains des microstructures recristallisées des matériaux dont la texture continue au cours du traitement thermique (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

2.c) Croissance de grains prolongée

Dans la section précédente, il a été montré pour certains cas que la texture du matériau après 8h de recuit à 700°C ne différait que peu de la texture de déformation. Des recuits

plus longs ont été entrepris (700°C pendant 24h) pour tous les cas de déformation afin de déterminer si dans ces cas particuliers la texture montrée de « croissance de grains » était susceptible d'évoluer et si dans les autres cas elle restait stable.

Les textures mesurées après cette étape de croissance de grains « prolongée » sont résumées dans les figures 3-12 à 3-14. L'observation de ces figures permet d'évaluer l'influence du taux de réduction ainsi que du mode de laminage sur le développement de texture après croissance de grains. On remarque notamment que:

- la composante à $\varphi_2=30^\circ$ développée dans le cas du laminage simple est plus prononcée dans les cas des fortes déformations,
- la composante basale $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ est omniprésente après le recuit d'échantillons laminés transverse, son acuité et son intensité sont renforcées avec l'augmentation du taux de réduction,
- cette composante apparaît également après recuit prolongé sur les textures des échantillons laminés croisés à 50 et 60%, dans lesquelles elle possède des valeurs d'intensités comparables avec la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ déjà présente après 8h de traitement thermique. Dans le cas du laminage croisé à 80%, la composante développée est $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$.

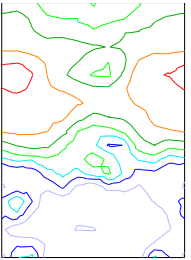
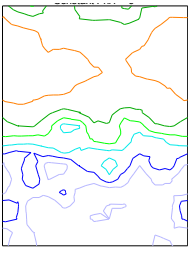
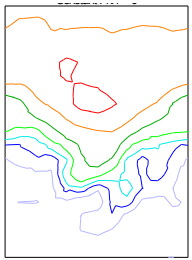
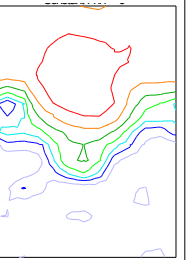
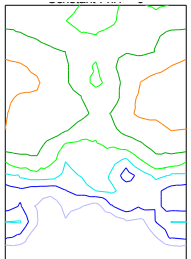
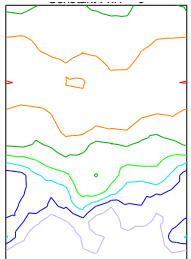
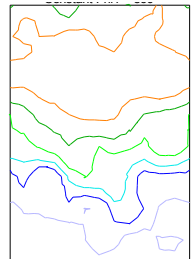
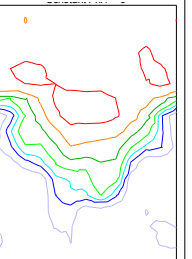
<i>LS</i>	40% réduction	50% réduction	60% réduction	80% réduction
Croissance de grains	 Ind. de texture: 3,5 Max: 10,74 (5 25 0)	 Ind. de texture: 3,4 Max: 8,3 (180 25 0)	 Ind. de texture: 4,0 Max: 9,37 (0 35 30)	 Ind. de texture: 4,8 Max: 11,1 (180 30 35)
Croissance prolongée	 Ind. de texture: 3,1 Max: 8,97 (180 25 0)	 Ind. de texture: 3,5 Max: 8,11 (5 25 5)	 Ind. de texture: 3,1 Max: 7,12 (355 20 50)	 Ind. de texture: 5,0 Max: 11,41 (180 30 25)

Figure 3-12: Textures mesurées sur les échantillons de laminage simple après un traitement de croissance de grains prolongée (700°C, 24h) (coupes en $\varphi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

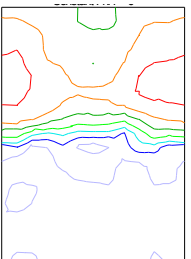
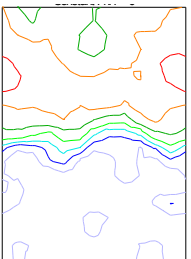
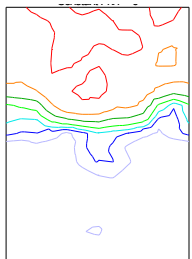
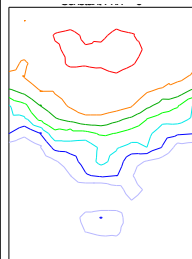
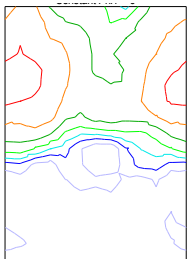

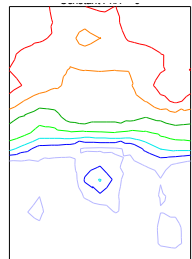
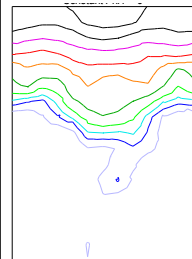
<i>LC</i>	<i>40% réduction</i>	<i>50% réduction</i>	<i>60% réduction</i>	<i>80% réduction</i>
Croissance de grains	 Ind. de texture: 4,1 Max: 10,46 (355 25 0)	 Ind. de texture: 3,6 Max: 9,22 (355 20 0)	 Ind. de texture: 4,5 Max: 9,06 (0 0 15)	 Ind. de texture: 4,0 Max: 9,17 (0 15 30)
Croissance prolongée	 Ind. de texture: 4,0 Max: 10,5 (180 30 5)	 Ind. de texture: 4,5 Max: 10,87 (180 25 50)	 Ind. de texture: 4,1 Max: 9,71 (140 5 30)	 Ind. de texture: 8,3 Max: 22,93 (0 0 35)

Figure 3-13: Textures mesurées sur les échantillons de laminage croisé après un traitement de croissance de grains prolongée (700°C, 24h) (coupes en $\phi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

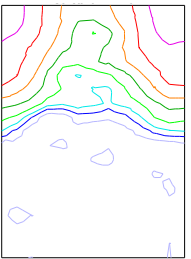
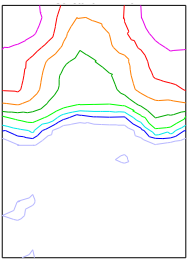
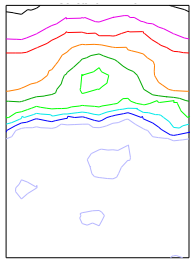
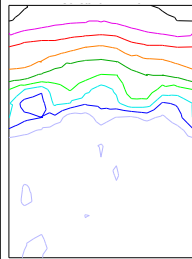
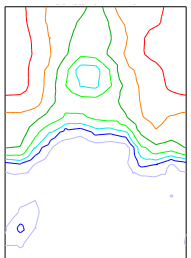
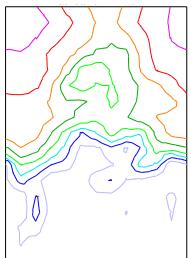
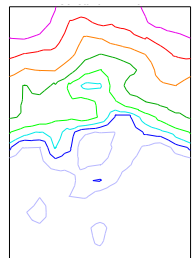
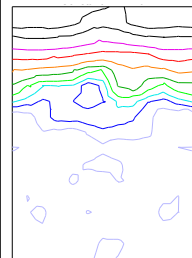
<i>LT</i>	<i>40% réduction</i>	<i>50% réduction</i>	<i>60% réduction</i>	<i>80% réduction</i>
Croissance de grains	 Ind. de texture: 4,9 Max: 13,44 (195 10 45)	 Ind. de texture: 5,5 Max: 15,4 (0 0 55)	 Ind. de texture: 6,4 Max: 17,67 (155 5 30)	 Ind. de texture: 6,0 Max: 17,31 (5 0 55)
Croissance prolongée	 Ind. de texture: 4,9 Max: 13,15 (175 20 0)	 Ind. de texture: 4,4 Max: 13,42 (350 10 15)	 Ind. de texture: 5,1 Max: 15,08 (0 0 55)	 Ind. de texture: 9,2 Max: 23,93 (10 0 40)

Figure 3-14: Textures mesurées sur les échantillons de laminage transverse après un traitement de croissance de grains prolongée (700°C, 24h) (coupes en $\phi_1=0^\circ$ de l'espace des orientations, niveaux tels que définis en début de chapitre).

En termes d'évolution au cours du recuit, les textures basales issues du laminage transverse sont les plus stables, et se renforcent avec le prolongement du traitement thermique. Les cas de laminage simple montrent également peu de changements de texture. En revanche, la texture des échantillons laminés croisé à plus de 50% continue

d'évoluer pour développer des composantes jusqu'alors minoritaires.

3.3. Discussion

3.a) Textures de déformation

La texture des métaux hexagonaux attire une attention croissante depuis quelques années. Il est connu que le rapport c/a de la maille hexagonale lui confère une forte anisotropie. De par cette anisotropie, la répartition des pôles [00.1] dans le matériau est d'une importance capitale pour ses propriétés mécaniques [Wan03].

D'une manière générale, le laminage à froid du zirconium faiblement allié est connu pour induire un alignement des pôles $\langle 10.0 \rangle$ avec la direction de laminage [Phi98].

Pour le cas du laminage simple, partant de la texture de croissance de grains décrite dans la figure 3-1, ce changement d'orientation se traduit par une rotation de 30° autour des axes $\langle c \rangle$. En laminage transverse, pour faire coïncider les pôles $\langle 10.0 \rangle$ avec la direction de laminage (qui est la direction transverse initiale DT_0) en partant de la même texture initiale, ce sont les axes $\langle c \rangle$ qui doivent tourner afin de se rapprocher de la direction normale. En effet, les pôles $\langle 10.0 \rangle$ étant déjà positionnés dans le plan (DN_0-DT_0) , la rotation rapprochant ces axes de DT_0 peut être assimilée à une diminution de l'angle de déclinaison Φ .

Les résultats expérimentaux semblent conforter cette hypothèse, puisque l'évolution de texture observée au cours du laminage transverse consiste majoritairement en un rapprochement des axes $\langle c \rangle$ avec la direction normale, la rotation autour de cet axe $\langle c \rangle$ étant minoritaire en comparaison. A l'heure actuelle, l'évolution de texture du Zirconium au cours du laminage transverse a été très peu étudiée. Cependant, Bryukhanov et al. [Bry77] ont montré qu'une texture de type basale [00.1]//DN pouvait être développée par laminage transverse du Zirconium « techniquement » pur. Dans une autre étude, Isaenkova et al. [Isa87] ont établi que les pôles [00.1] se réorientaient sur le diamètre DN-DT, mais que le maximum d'intensité ne se rapproche pas à moins de 10° de la direction normale. Cette différence a été attribuée par ces auteurs au taux d'impuretés de l'alliage utilisé. Les résultats pour le Zr702 montrent un maximum à $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=10^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ après 80% de réduction, et sont plus proches de ceux produits par Isaenkova.

Ces résultats sont également cohérents avec ceux obtenus par Béchade [Béc94] dans le cas de tôles de Zircaloy-4 laminées dans le sens transverse à 40% et 80%, qui montrent

des textures très semblables à celles du Zr702 exposées ici.

D'autre part, dans le cadre d'études portant sur l'anisotropie de tôles de Titane, Zhu et al [Zhu97] ont mesuré la texture résultant du laminage transverse d'un alliage commercialement pur. Le Titane faiblement allié possède un comportement assez similaire à celui du Zirconium en ce qui concerne la déformation [Phi97]. Cependant l'étude de Zhu montre que deux fibres se développent avec l'axe [00.1] à 15° de DN, l'une dans le plan DN-DT et l'autre dans le plan DN-DL, ce que nous n'observons pas dans le cas du Zirconium.

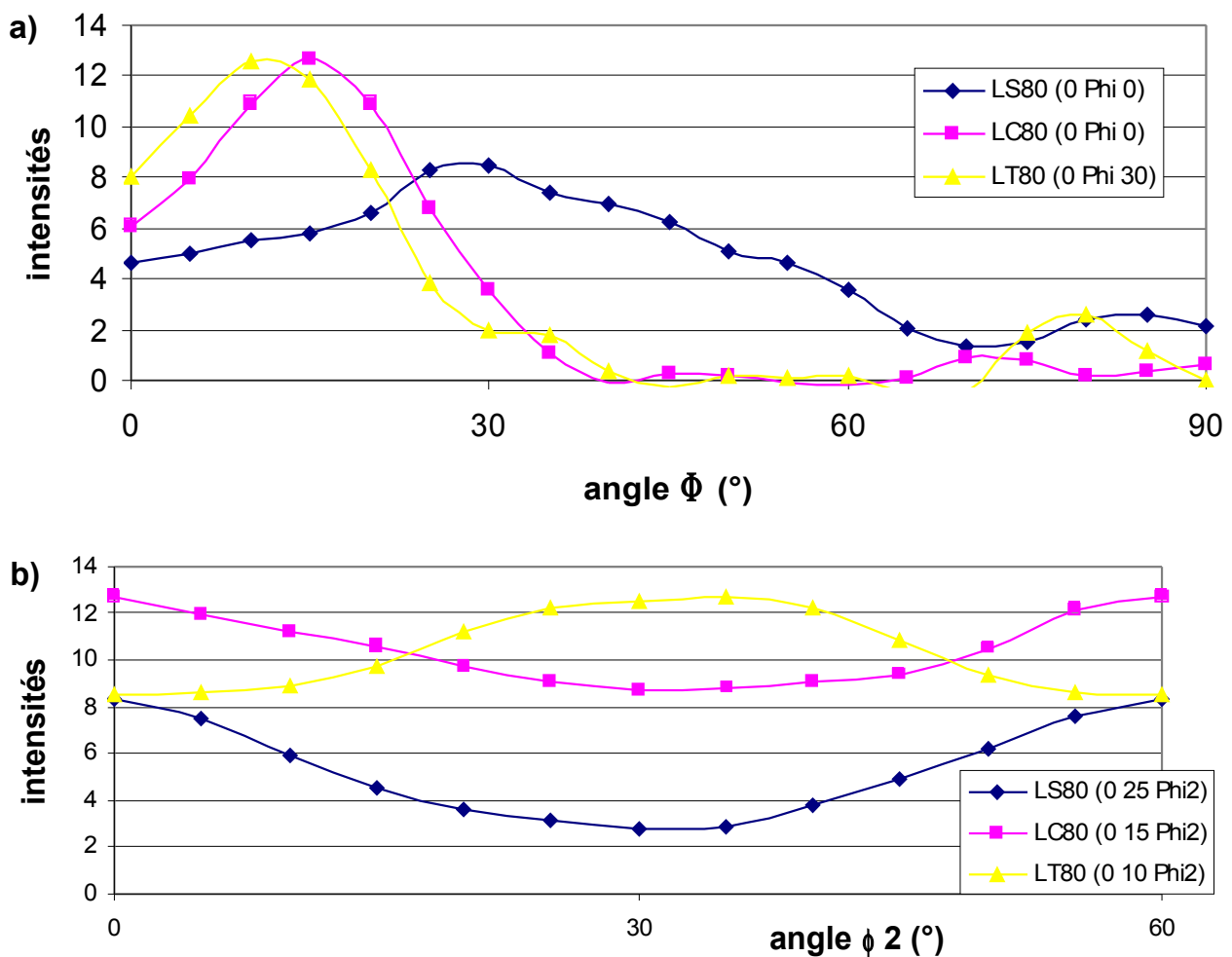


Figure 3-15: Sections unidimensionnelles de l'espace des orientations montrant les variations des intensités le long des fibres a) en Φ et b) en ϕ_2 comprenant les composants majoritaires des matériaux laminés simple, croisé et transverse à 80% de réduction.

Une composante analogue a été mesurée par Inoue et Inakazu [Ino90] dans la texture du Titane faiblement allié après laminage croisé. D'une manière générale, ces auteurs montrent que la texture issue du laminage croisé est différente de celle de laminage

simple en termes d'angles entre la direction $\langle 00.1 \rangle$ et la normale à la tôle, mais également en raison de l'existence d'un composant $\{\varphi_1=90^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$ (axes $\langle c \rangle$ dans le plan (DN,DL)) d'intensité équivalente à la composante de laminage classique $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$. L'existence de ces deux composantes conférerait à la texture de la tôle une symétrie non plus orthorhombique, mais quadratique. Rien de tel n'a été observé dans le Zirconium et cette différence pourrait s'expliquer par l'activité du maillage qui serait plus importante dans le Titane que dans le Zirconium, où la plus lente réorientation pendant le laminage a été attribuée à la prédominance du glissement au cours de la déformation [Isa87].

Les textures de laminage croisé présentées dans le première section de ce chapitre montrent bien l'influence combinée des deux directions de laminage, et l'observation des évolutions de texture au long de la déformation confirme l'importance de cette double parenté. La rotation de 30° sur φ_2 s'effectue de manière plus progressive que dans le cas du laminage simple, et donne lieu à une concentration moins marquée des orientations dans la zone à $\varphi_2=0^\circ$ (Fig 3-15b), ceci est probablement dû au fait qu'une fraction des pôles $\langle 00.1 \rangle$ s'alignent avec la deuxième direction de laminage. De plus, les orientations y sont plus concentrées dans les zones à faible valeur de Φ que dans le cas du laminage simple, mais les intensités au niveau de la fibre basale y sont moins importantes que dans le cas du laminage transverse (Fig. 3-15a).

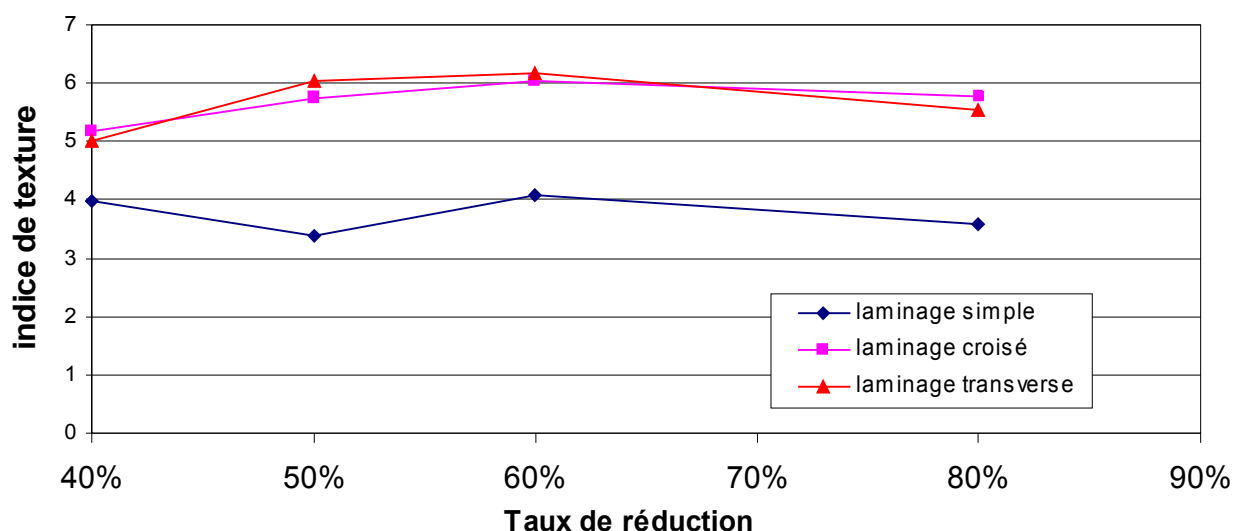


Figure 3-16: Évolution des indices de textures avec le taux de réduction pour les différents modes de laminage.

Suwas et Singh [Suw03] ont montré que dans le cas de laminage croisé en deux étapes,

les textures de déformations pouvaient être beaucoup plus faibles qu'en laminage unidirectionnel si la composante développée lors du laminage initial n'était pas stable après le changement de direction. Dans le cas présent, les textures de laminage croisé possèdent une acuité plus importante que celles de laminage simple (Fig. 3-16), probablement parce que les orientations sont moins dispersées dans les zones à forte valeur de Φ -ce qui expliquerait également la plus forte acuité de la texture de laminage transverse.

3.b) Évolutions de texture au cours du recuit

Doherty fait état de trois principaux types de comportements dans l'évolution de texture au cours de la recristallisation [Doh97]:

- la texture de déformation peut être retenue,
- la texture de déformation peut être très affaiblie, avec pour conséquence possible une texture de recristallisation plus ou moins aléatoire,
- une composante minoritaire de la texture de déformation peut croître préférentiellement, entraînant une modification de la texture globale.

L'étude exhaustive conduite par Dewobroto sur le Zr702 laminé simple à 80% a montré que la texture était plutôt retenue au cours de la recristallisation primaire puis évoluait au cours de la croissance de grains, mais nous avons pu voir au cours de ce chapitre que l'évolution de texture au cours du recuit pouvait dépendre fortement du taux et du mode de laminage appliqué au matériau.

3.b.1 Recuits après des taux de réduction importants.

Il a été montré précédemment que les évolutions de texture après 80% de réduction suivaient un comportement similaire dans le cas des laminage simple et croisé:

- La texture change peu au cours de la recristallisation primaire,
- une réorientation s'effectue au cours de la croissance de grains.

Dans le cas du laminage simple, ce comportement a été attribué par Dewobroto à la croissance faiblement orientée des grains d'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ au cours de la recristallisation. La croissance de ces grains n'est pas suffisamment privilégiée pour

entraîner une modification de la position des maxima de la FDO en fin de recristallisation, toutefois elle leur confère un avantage de taille. Cet avantage de taille joue un rôle capital dans l'évolution de texture intervenant au cours du stade de croissance de grains, puisque ces grains seront prédisposés à croître au détriment des autres, imposant ainsi leur orientation dans la texture du matériau.

L'analyse des textures partielles basées sur les tailles des grains recristallisés a montré qu'un avantage de taille était également présent dans les microstructures issues des laminage simple et croisé à 60% et 80%. En effet, ces microstructures contiennent des populations de gros grains dont l'orientation coïncide avec l'orientation développée au cours de la croissance de grains, ce qui renforce l'idée que ce type de comportement s'applique aux forts taux de réduction, et permet dans une certaine mesure de rapprocher ces deux modes de déformation.

3.b.2 Recuits après des taux de réductions moins importants.

Dans le cas d'un laminage simple ou croisé à 50%, nous avons vu que le changement de texture pouvait se produire de manière beaucoup plus lente, voire ne pas se produire.

De même, nous avons vu qu'après des taux de réduction de 40%, le changement de texture semblait se produire majoritairement au cours de la recristallisation.

Les différences de comportement en fonction du taux de déformation s'expliquent sur une base microstructurale. En effet, deux principaux types de mécanismes de recristallisation peuvent s'affronter:

- les mécanismes n'impliquant pas de changement de texture comme la restauration poussée, ou plus généralement toute croissance homogènes de grains sans préférence d'orientation [Hum97a]. Pour certains auteurs, le SIBM [Bec50] peut également aider à la rétention de texture globale [Hum96]
- les mécanismes impliquant un changement de texture, par l'entremise d'une germination orientée [Bur31], d'une croissance orientée des grains [Bec53], ou toute combinaison des deux.

Dans l'analyse qu'ils ont faite des mécanismes gouvernant l'évolution de texture et de microstructure du Zr702 [Dew06], Dewobroto et al. ont observé la coexistence de mécanismes tel que le SIBM, la restauration poussée et la migration de joints à forte

désorientation lors de la disparition de la matrice déformée. La combinaison de ces mécanismes dans la microstructure déformée à 80% de laminage simple conduit à la croissance faiblement orientée que l'on connaît [Dew04].

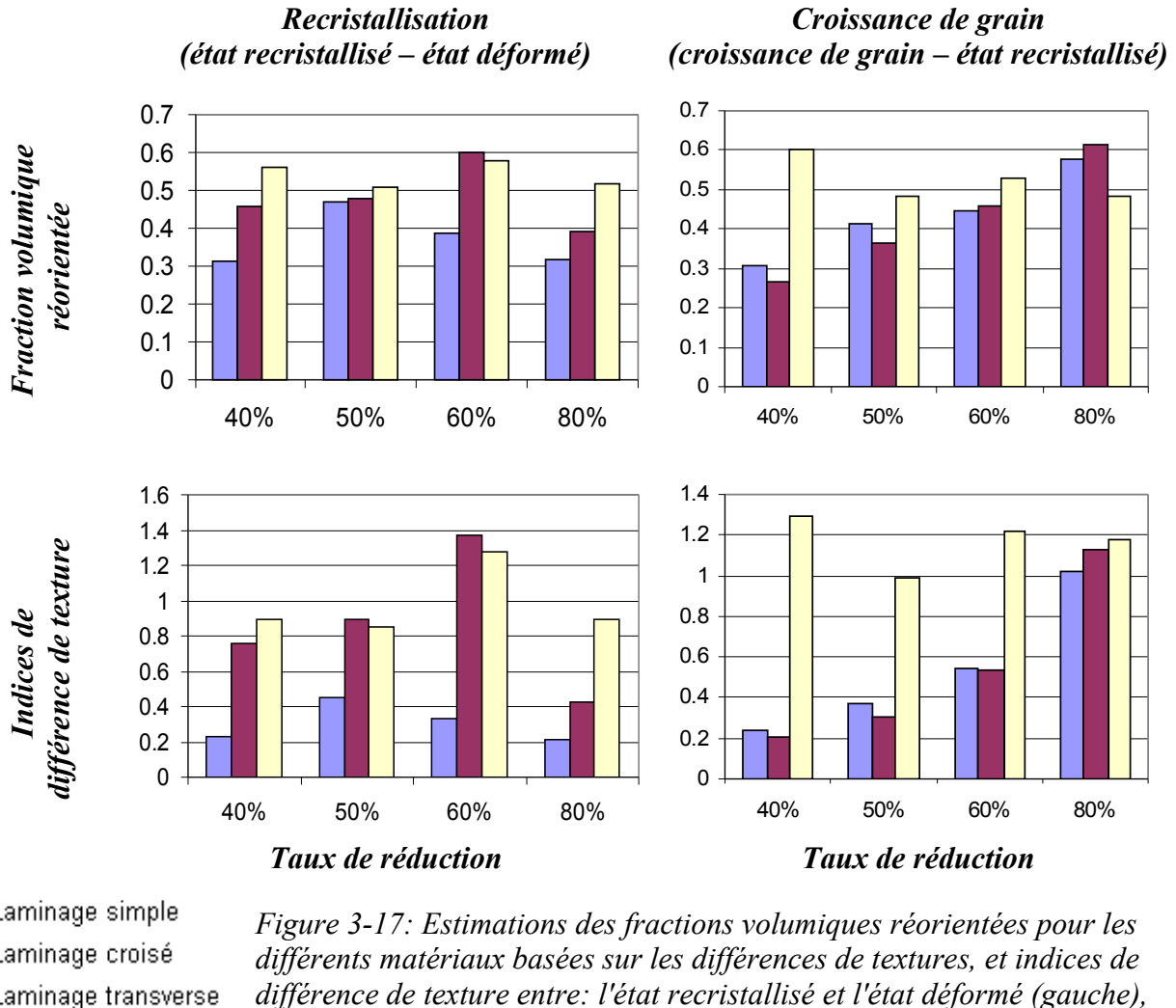


Figure 3-17: Estimations des fractions volumiques réorientées pour les différents matériaux basées sur les différences de textures, et indices de différence de texture entre: l'état recristallisé et l'état déformé (gauche), l'état de croissance de grains et l'état recristallisé (droite).

La figure 3-17 montre une estimation des fractions volumiques réorientées au cours du traitement thermique. Bien qu'étant approximatives, ces valeurs nous donnent un indice sur la rapidité avec laquelle les différentes textures s'atténuent et/ou évoluent. On remarque notamment que:

- la fraction volumique réorientée, ainsi que l'indice de différence de texture en cours de croissance de grains augmentent avec le taux de réduction pour les cas de laminage simple et croisé,
- les fractions volumiques réorientées au cours de la recristallisation sont généralement

plus faibles dans les cas de laminage simple, ce qui est également le cas pour les indices de différence de texture associés.

On remarque également que les conditions de laminage à 80% sont celles qui donnent lieu au plus faible changement de texture pendant la recristallisation primaire. En effet, bien que les fractions volumiques réorientées calculées soient de l'ordre de 30-40%, les indices de différence de texture sont faibles, ce qui suggère que les changements d'intensité sont bien répartis dans l'espace des orientations.

Ces différences de comportement résultent d'une balance différente de l'influence de chaque mécanisme de recristallisation. Il est connu que les microstructures faiblement déformées sont propices à la restauration poussée, en raison d'une plus grande proportion de joints de faibles désorientation [Hum96], de la même manière que les mécanismes de recristallisation continue sont favorisés après de fortes déformations si la densité de dislocation est relativement homogène dans le matériau [Hor79]. Dans notre cas il semblerait que les hétérogénéités développées au cours des fortes déformations entraînent une germination localisée responsable d'une compétition de croissance entre les nouveaux grains de différentes origines pendant la recristallisation primaire.

L'observation des microstructures au cours de la germination (au chapitre 4), et l'analyse des mécanismes de recristallisation (au chapitre 5) pour les différents cas de déformation permettra d'évaluer quels sont les facteurs déterminants pour l'évolution de texture.

3.b.3 Influence du mode de laminage.

L'observation des évolutions de texture permet de dégager deux conclusions par rapport à l'influence de la direction de laminage:

- la texture de laminage transverse semble la moins stable pendant la recristallisation,
- la texture de laminage croisé, qui suit globalement une évolution similaire à celle de laminage simple -en terme de position des maximums de la FDO- connaît cependant une évolution plus rapide que cette dernière (cf. Fig. 3-17)

D'une manière générale, les matériaux laminés dans le sens transverse développent une orientation de type $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ au cours du traitement thermique. Ces résultats sont en accord avec ceux exposés par Zhu [Zhu97] qui a montré qu'une texture basale était formée après recuit d'échantillons de Titane laminés dans le sens transverse.

En outre, les textures de ces échantillons subissent une modification non négligeable au cours de la recristallisation primaire car, comme semblent l'indiquer les figures 3-5 à 3-8, les intensités des orientations de déformation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$ du laminage transverse se trouvent systématiquement surpassées en fin de recristallisation. Cette information se confirme à la lecture de la figure 3-17.

Le laminage croisé est connu pour rendre la texture plus faible après recuit [Huh01], mais il s'agit le plus souvent de laminage croisé en deux étapes. Dans ce cas, la deuxième étape de laminage a pour but de supprimer la germination préférentielle de certaines orientations. Un exemple de laminage croisé multi-étapes peut être trouvé dans le travail de Inoue et Inakazu [Ino90]. Ces auteurs ont en effet produit des tôles de Titane laminées croisées, et ont montré que dans ce cas la texture après recuit était peu différente de celle développée dans des tôles laminées unidirectionnellement ayant subi le même traitement. Les évolutions de texture présentées au cours du chapitre appuient cette idée: les textures de laminage croisé sont peu différentes des textures de laminage simple et leurs évolutions jusqu'au stade de croissance de grains suivent la même tendance. Toutefois les fractions volumiques réorientées au cours de la recristallisation sont systématiquement plus faibles pour les matériaux issus du laminage simple.

Il a été démontré que la germination non-préférentielle et la croissance faiblement orientée dans le cas du laminage simple à 80% était responsable de la rétention et de l'affaiblissement de la texture de déformation au cours de la recristallisation primaire. Pour un même taux de réduction, l'addition d'une déformation dans le sens transverse semble accentuer cet affaiblissement, voire même accélérer la réorientation dans le cas d'une déformation purement transverse. Nous tenterons d'évaluer au cours des chapitres suivants, à partir de l'évolution des microstructures, si la déformation dans le sens transverse est à même de créer des sites de germination plus favorables à certaines orientations, ou si la croissance de ces orientations est simplement plus privilégiée.

3.c) Croissance de grains prolongée

On remarque pour certains cas une évolution des textures qui étaient stables au cours du premier stade de croissance, ce qui laisse supposer qu'on peut définir deux « étapes d'évolution » de texture au cours de la croissance de grain, basées sur des différences de tendance dans l'évolution.

La figure 3-18 résume les évolutions des indices de texture tout au long du recuit. On remarque une tendance générale à l'affaiblissement des textures au cours de la recristallisation, puis un renforcement au cours de la croissance de grains, en particulier dans les cas où la texture évolue durant cette étape. Concernant la croissance de grain prolongée, on observe généralement un affaiblissement de la texture de croissance de grains, excepté dans les cas de laminage croisé et transverse à 80%, où une forte texture basale est développée.

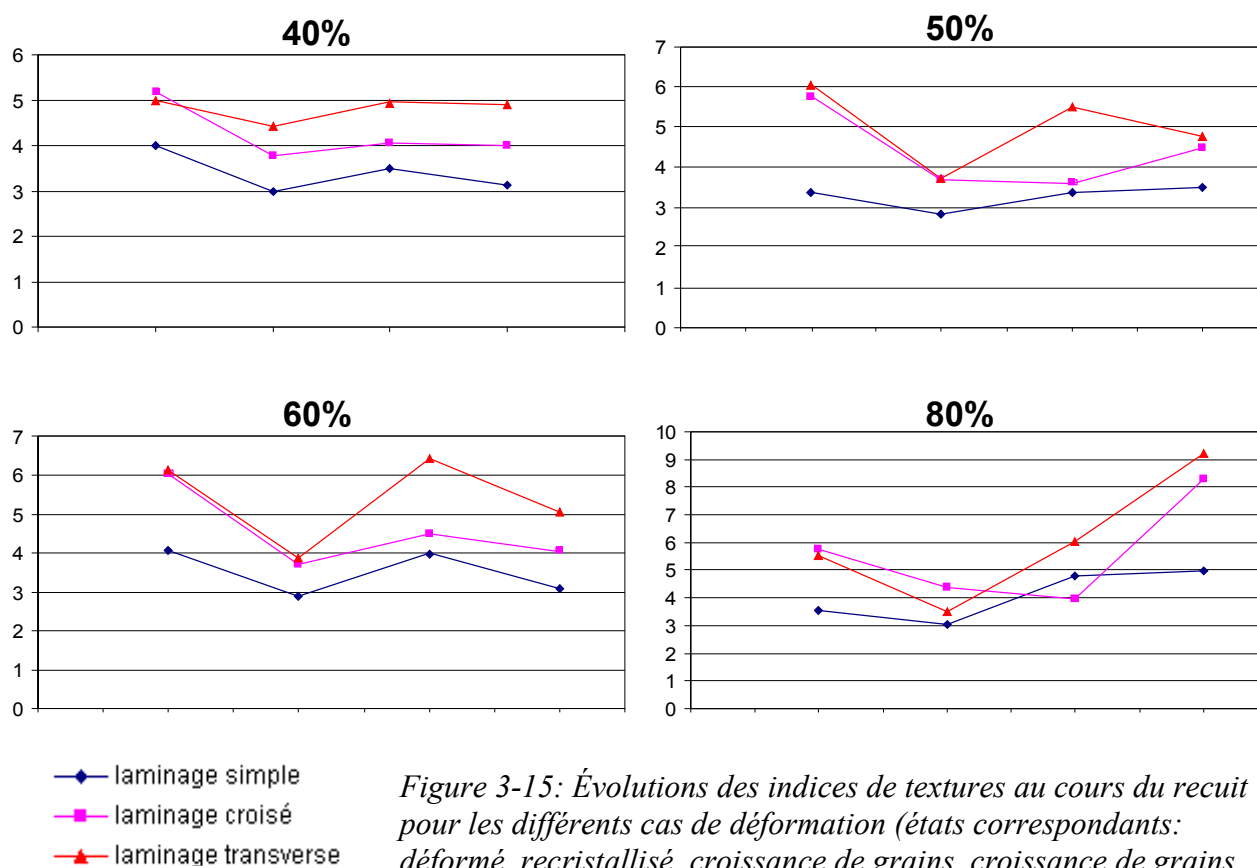


Figure 3-15: Évolutions des indices de textures au cours du recuit pour les différents cas de déformation (états correspondants: déformé, recristallisé, croissance de grains, croissance de grains prolongée)

Dans le cas du laminage croisé à 50%, le développement de ces orientations basales s'accompagne d'une augmentation plus faible de l'indice de texture car l'orientation initiale $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ ne disparaît pas. Cette deuxième étape de l'évolution de texture fait intervenir la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, dont le développement est courant dans les cas de laminage transverse, mais qui n'avait pas été constaté jusqu'ici après laminage croisé.

Dans le cas du laminage croisé à 60% la deuxième réorientation s'effectue dans la direction opposée du changement de texture survenant en croissance de grains. En effet,

après avoir effectué une rotation de 30° autour des axes $\langle c \rangle$, la composante majoritaire subit une deuxième rotation qui ramène un axe $\langle 10-10 \rangle$ dans la direction de laminage. Ce phénomène a déjà été observé par Higgins lors du recuit à 800°C de tôles de Zirconium iodé laminées à 84% [Hig66], et clairement attribué à la croissance anormale des grains d'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

L'observation des microstructures et des textures partielles au cours du chapitre 5 va permettre de déterminer si nous sommes effectivement en présence de recristallisation secondaire ou croissance anormale.

3.4. Conclusion

L'évolution de texture du Zr702 au cours du recuit a été examinée pour différentes conditions de déformation initiale:

- d'une part, plusieurs taux de déformation ont été utilisés, afin de créer différentes conditions d'énergie stockée,
- d'autre part, le laminage à froid a été entrepris dans différentes directions afin de créer de nouvelles textures de départ.

Des comportements très divers ont pu être observés, ce qui montre la forte influence des conditions de déformation initiales. Le découplage des effets respectifs de la direction de laminage et du taux de réduction ont permis d'établir comme premières conclusions:

- Le comportement observé dans le cas du laminage simple à 80% n'est pas un cas unique, et les conclusions dressées dans le cadre de la thèse de Dewobroto ont été généralisées au laminage simple et croisé à 60% et 80%,
- Pour des taux de réduction intermédiaires avec ces mêmes modes de laminage, la croissance orientée ne semble pas s'opérer, ce qui résulte en une grande stabilité de la texture de déformation, nous tenterons de comprendre les raisons de cette absence dans le chapitre 5,
- Pour le taux de réduction le plus faible utilisé, ainsi que dans les cas de réductions modérées par laminage transverse, on observe un changement de texture important au cours de la recristallisation primaire. L'analyse des microstructures déformées et en début de recristallisation vont permettre au cours du chapitre 4 d'identifier les

mécanismes responsables pour ce changement de texture.

- Les textures développées après 8h de traitement thermique à 700°C sont stables dans la majorité des cas, cependant on a pu observer une deuxième tendance d'évolution pour des traitements plus longs et sous certaines conditions. Le chapitre 6 traitant de la croissance de grains a pour vocation d'éclaircir ce point.

Ce chapitre a donc élargi le champ des données concernant l'évolution de texture au cours du recuit du Zirconium laminé. Il a permis de confirmer les conclusions établies précédemment, et soulève maintenant les principales problématiques qui formeront le fil conducteur de l'étude, ayant pour vocation la compréhension des mécanismes de changement de texture au cours de la recristallisation et de la croissance de grains dans le Zirconium.

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

Nous nous intéressons principalement ici aux premiers stades de la recristallisation. Nous allons donc observer dans un premier temps les différentes microstructures déformées, puis les populations des premiers grains y apparaissant.

Les cas d'évolution de texture rapide par recristallisation montrés au cours du chapitre 3 seront analysés avec un soin particulier, afin d'identifier les mécanismes responsables de ces changements rapides.

4.1. Analyse des microstructures déformées

L'analyse des microstructures déformées est un préalable indispensable pour étudier la recristallisation. La microstructure du Zr702 laminé à 80% a été décrite par Dewobroto d'après l'observation en MEB et EBSD des tranches DN-DL [Dew06]. C'est une microstructure hétérogène, présentant trois principaux types de sous-structures:

- des zones moins déformées, correspondant à d'anciens grains comprimés suivant la direction normale et allongés suivant la direction de laminage.
- des structures lamellaires formées d'arrangement de cellules de dislocations d'environ $0,5\mu\text{m}$ d'épaisseur,
- des zones très déformées, vraisemblablement similaires aux premières mais plus difficiles à mesurer en raison d'une densité de dislocations plus élevée,

L'analyse conduite ici sur différentes microstructures déformées tente de montrer l'évolution qui conduit d'un état équiaxe aux structures définies ci dessus, et de comprendre leur formation. Une attention supplémentaire est portée sur la différence entre laminage simple, croisé et transverse.

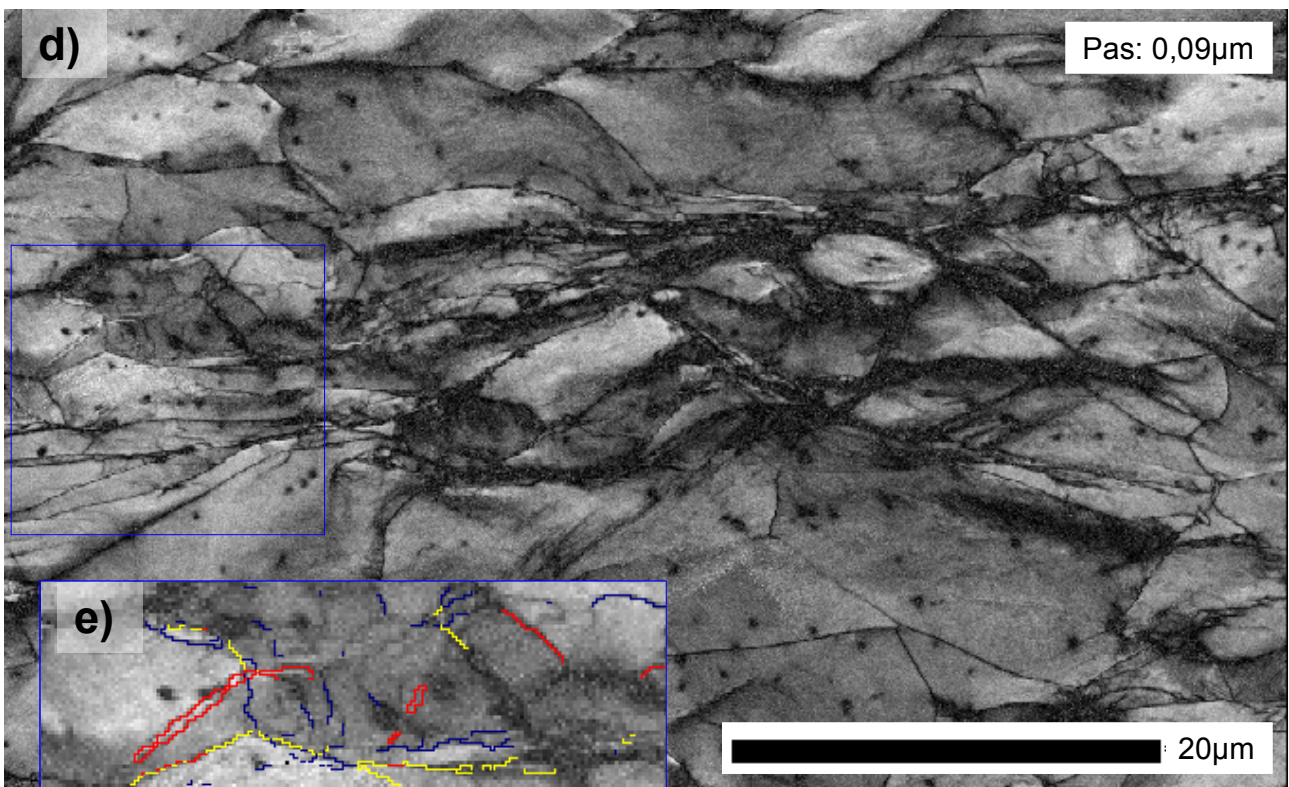
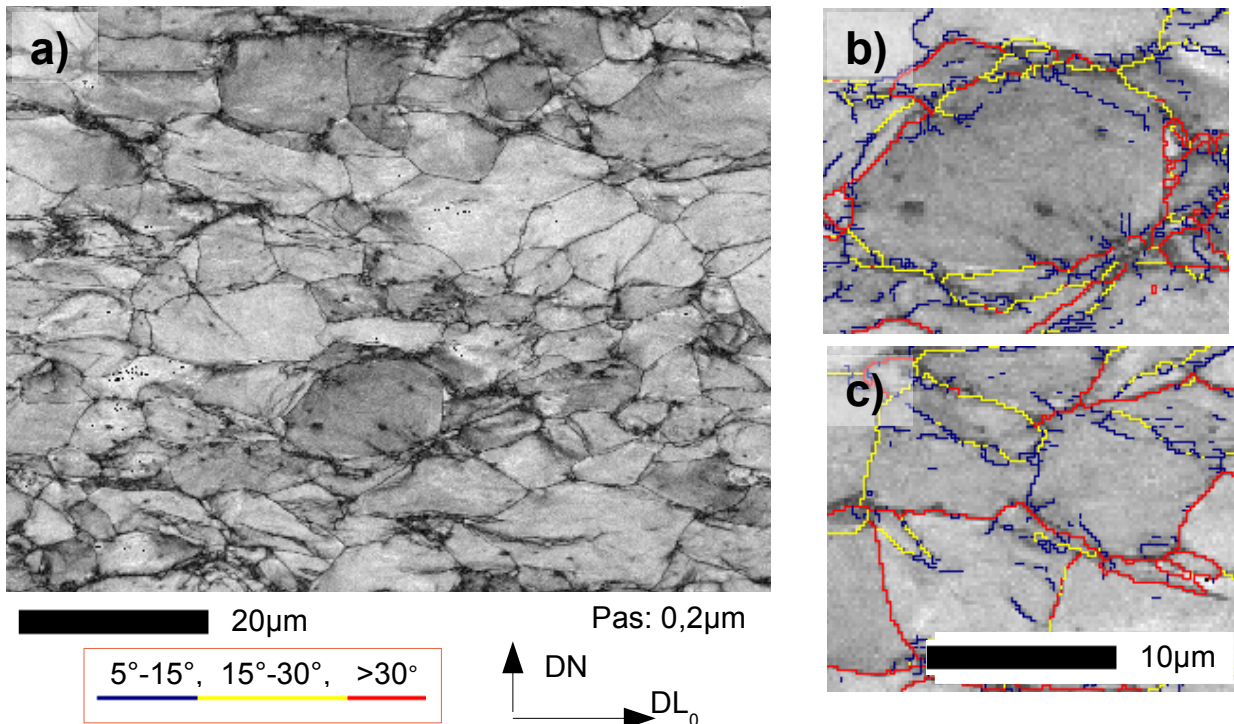


Figure 4-1: Images en contraste de bande des microstructures issues du laminage croisé
 - à 40% (a), détails b) c) sur la fragmentation de grains,
 - d) à 50%, e) détail d'une lamelle
 (Taux d'indexation bruts respectifs: 70% et 50%)

1.a) Évolution de la microstructure au cours du laminage

1.a.1 Faibles taux de laminage croisé

La figure 4-1 a) montre une image en contraste de bande de la microstructure obtenue après 40% de laminage croisé. L'observation de cette figure laisse percevoir un léger écrasement de la microstructure suivant la direction normale, mais les grains sont encore reconnaissables et majoritairement équiaxes, et seuls quelques uns semblent entamer une fragmentation.

La fragmentation s'opère aux abords des joints de grains, et provoque la formation de petites cellules relativement allongées et bordées de joints pouvant montrer de fortes désorientations. Ces fragments présentent une désorientation continue de l'ordre de $2^\circ/\mu\text{m}$ dans les deux directions principales de l'échantillon (DL et DN). Bien que relativement équiaxes, les autres grains montrent des gradients d'orientation similaires. Le détail b) met en évidence des parois de faible désorientation qui se développent parallèlement au joint de grain et qui semblent être à l'origine de la formation de ces fragments. Sur le détail c), on observe également certains joints de faibles désorientations qui se forment plutôt perpendiculairement aux joints de grains.

Le taux d'indexation est relativement élevé dans ce matériau (70%) en raison du faible taux de déformation, et seules quelques zones aux abords des joints les plus perturbés apparaissent en noir sur l'image en contraste de bande.

La microstructure après laminage croisé à 50% est présentée dans la figure 4-1-d. Certains des anciens grains sont restés équiaxes, et d'autres sont maintenant plus allongés dans la direction de laminage, le gradient d'orientation dans ces grains est de l'ordre de $2-4^\circ/\mu\text{m}$ dans la direction de laminage, et peut atteindre désormais $10^\circ/\mu\text{m}$ dans la direction normale de la tôle.

Outre les fragments formés à la périphérie des grains, on observe à présent quelques zones lamellaires de taille plus importante telles que celle que l'on peut apercevoir sur le détail e). La longueur de ces lamelles est de l'ordre de la taille des grains équiaxes et leur épaisseur est voisine du micron. La désorientation entre certaines de ces lamelles est proche de 60° autour d'un axe $\langle 10-10 \rangle$ ce qui laisse supposer qu'elles sont apparues par maclage (pour mémoire, la désorientation théorique d'une telle macle est de $64,23^\circ$ cf. fig. 2-8).

Les parois de faible désorientation observées après 40% de réduction se développent et forment des réseaux de sous joints pouvant traverser les anciens grains de part en part. On remarque également que l'hétérogénéité de la microstructure se renforce, notamment par l'extension des zones très déformées (en noir sur l'image de contraste de bande) dont la fraction volumique se situe désormais entre 5% et 10%.

1.a.2 Laminage unidirectionnel à 50%

Il est très difficile de comparer quantitativement des microstructures déformées mesurées par EBSD, étant donné la petite taille des zones analysées – en outre, avec un taux d'indexation relativement faible. Cependant, une observation attentive des images en contraste de bande permet de mettre en évidence les principales nuances.

Les microstructures obtenues après 50% de laminage simple (Fig. 4-2) et transverse (Fig. 4-3) sont différentes de celle issue du laminage croisé en matière de morphologie des zones. En effet, bien que ces dernières présentent les mêmes types de sous structures, il semble que la déformation croisée atténue leur allongement dans une direction.

De fait, ces microstructures montrent toutes deux des zones lamellaires et des zones fortement déformées qui sont allongées dans la direction de laminage. Dans le cas du laminage simple des paquets de grains semblant moins déformés, également allongés suivant DL, ont été signalés par Dewobroto [Dew03]. L'observation des gradients d'orientation mesurés à travers ces grains peu déformés (ligne rouge sur fig. 4-2) confirment cette impression puisque la désorientation d'un bout à l'autre du grain peut montrer des valeurs inférieures à 2°.

La figure 4-2-b) montre le détail de grains situés dans une zone comprise entre la zone de grains moins déformés et la zone plus déformée. On remarque la formation de sous-joints à l'intérieur de ces grains de manière perpendiculaire, ainsi que parallèle à leurs frontières. À titre d'exemple, la désorientation produite par un sous joint se formant parallèlement à la direction de laminage est montrée. On remarque que l'orientation des pôles (00.1) de part et d'autre du joint est la même (ligne verte), ce qui signifie que cet axe cristallographique est l'axe de rotation induit par le sous-joint. Sur la figure {10-10}, on peut lire que l'amplitude de cette rotation est d'une dizaine de degrés.

Le détail b) de la figure 4-3 montre un exemple de désorientation produite par le même type de sous-joint dans le cas du laminage transverse à 50%. L'axe de la désorientation est également [00.1]. Des mesures d'orientation réalisées de part et d'autre des parois de

faible désorientation qui séparent les fragments de la périphérie des grains ont montré une fréquence plus grande pour les désorientations autour de cet axe (environ 7 sur 10 pour les deux cas de laminage unidirectionnel). Ces fragments sont généralement parallèles au joint de l'ancien grain dont ils sont issus, et allongés parallèlement à la direction de laminage.

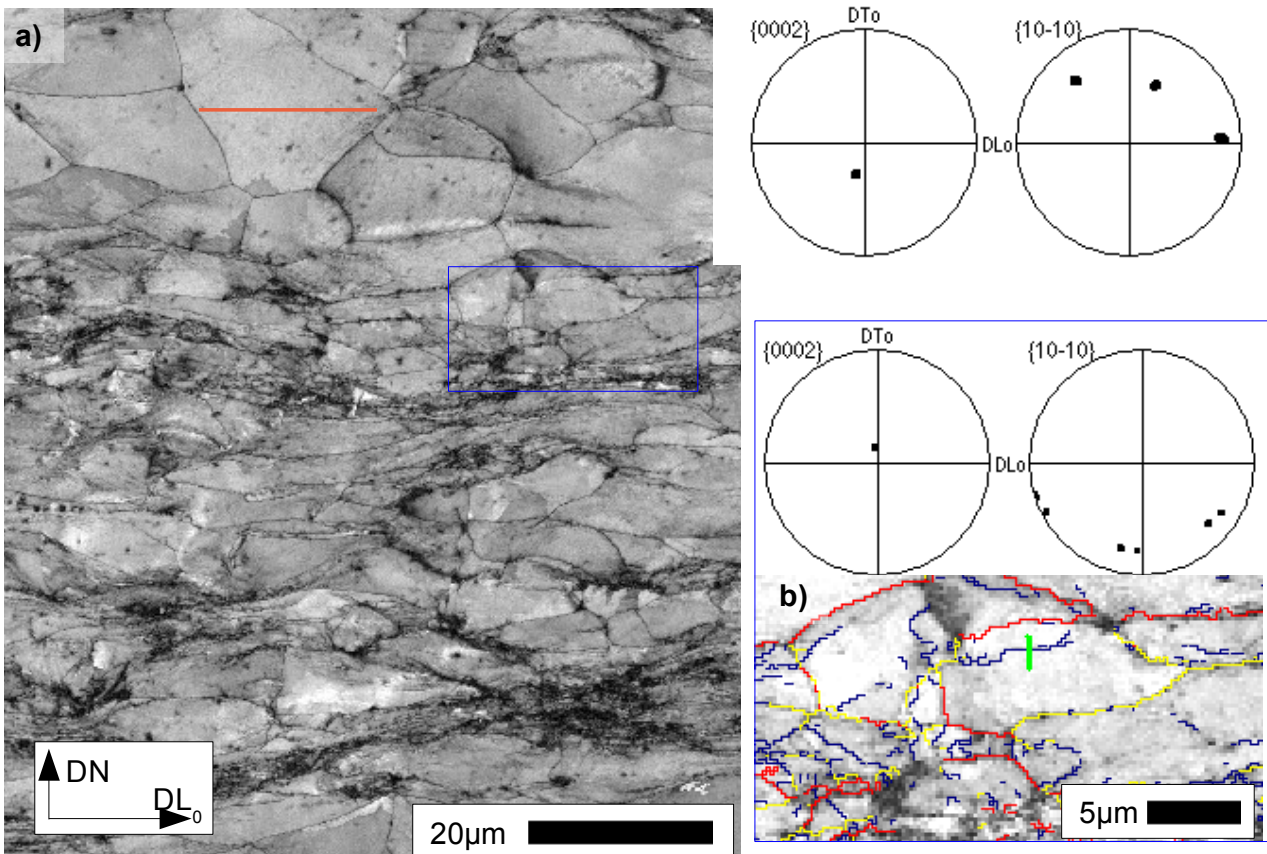


Figure 4-2: microstructures après 50% de laminage simple. a) image de contraste de bande et fdp au travers d'un grain peu déformé (ligne rouge), b) détail de la formation d'un sous-joint (zone délimitée par un rectangle sur a) et de la désorientation produite illustrée par la figure de pôles montrant l'orientation de part et d'autre du sous-joint (ligne verte) (Taux d'indexation brut 60%)

Dans le cas du laminage transverse, on retrouve des groupements de ces fragments lamellaires comme l'illustre le détail b) de la figure 4-3. Ces groupements de lamelles ne sont pas sans rappeler les « zones lamellaires » décrites dans le cas du laminage simple à 80% [Dew04]. Il semblerait de plus que les grains peu déformés montrés sur la figure 4-2 soient absents de la microstructure laminée dans le sens transverse (Fig. 4-3), ce qui lui confère, comparativement, un aspect plus homogène.

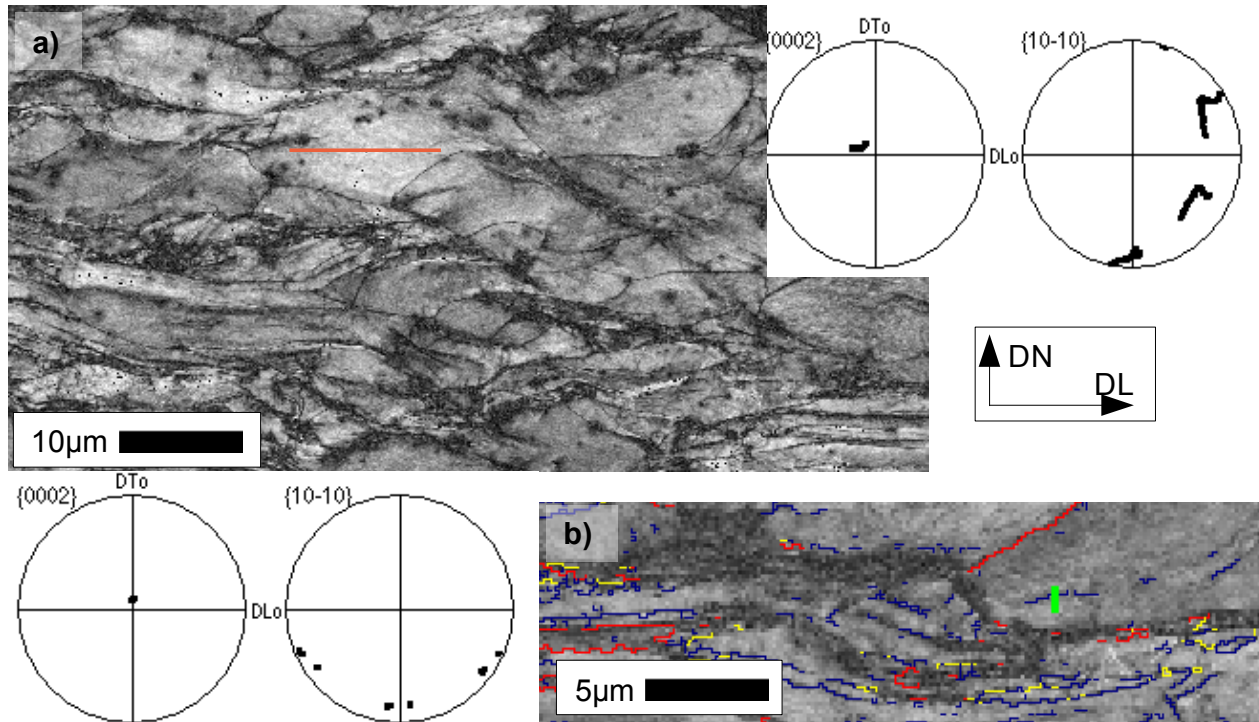


Figure 4-3: a) image en contraste de bande de la microstructure à 50% de laminage transverse, et profil d'orientation au travers d'un grain (ligne rouge), b) détail de la fragmentation et de la formation de lamelles et désorientation produite par la fragmentation (ligne verte) (Taux d'indexation brut 55%)

La figure 4-3-a montre un exemple de changement d'orientation au travers d'un grain déformé par laminage transverse. On peut voir le déplacement des pôles sur la figure {10-10} se faire en deux étapes: un déplacement dans la direction circonférentielle, et un déplacement dans la direction radiale. Ces déplacements correspondent à une rotation du cristal autour de l'axe $\langle c \rangle$ et autour d'un axe du plan de base, respectivement. Dans la plupart des grains où la déformation s'opère sans fragmentation (comme celui barré de rouge), les profils d'orientation présentent cette double caractéristique.

1.a.3 Laminage à 80%

Au niveau de la microstructure, l'augmentation du taux de réduction de la tôle jusqu'à 80% se traduit par une réduction de taille des différents types de sous-structures dans la direction normale, et un allongement dans la (ou les) direction(s) de laminage.

Les grains moins déformés montrés précédemment subissent donc cette réduction d'épaisseur, et la plupart d'entre eux adoptent des formes de cigares allongés dans la direction de laminage et amincis à leurs extrémités. L'application de la déformation croisée influe sur cette géométrie en allongeant ces zones dans les deux directions de laminage, leur conférant ainsi des formes de galettes.

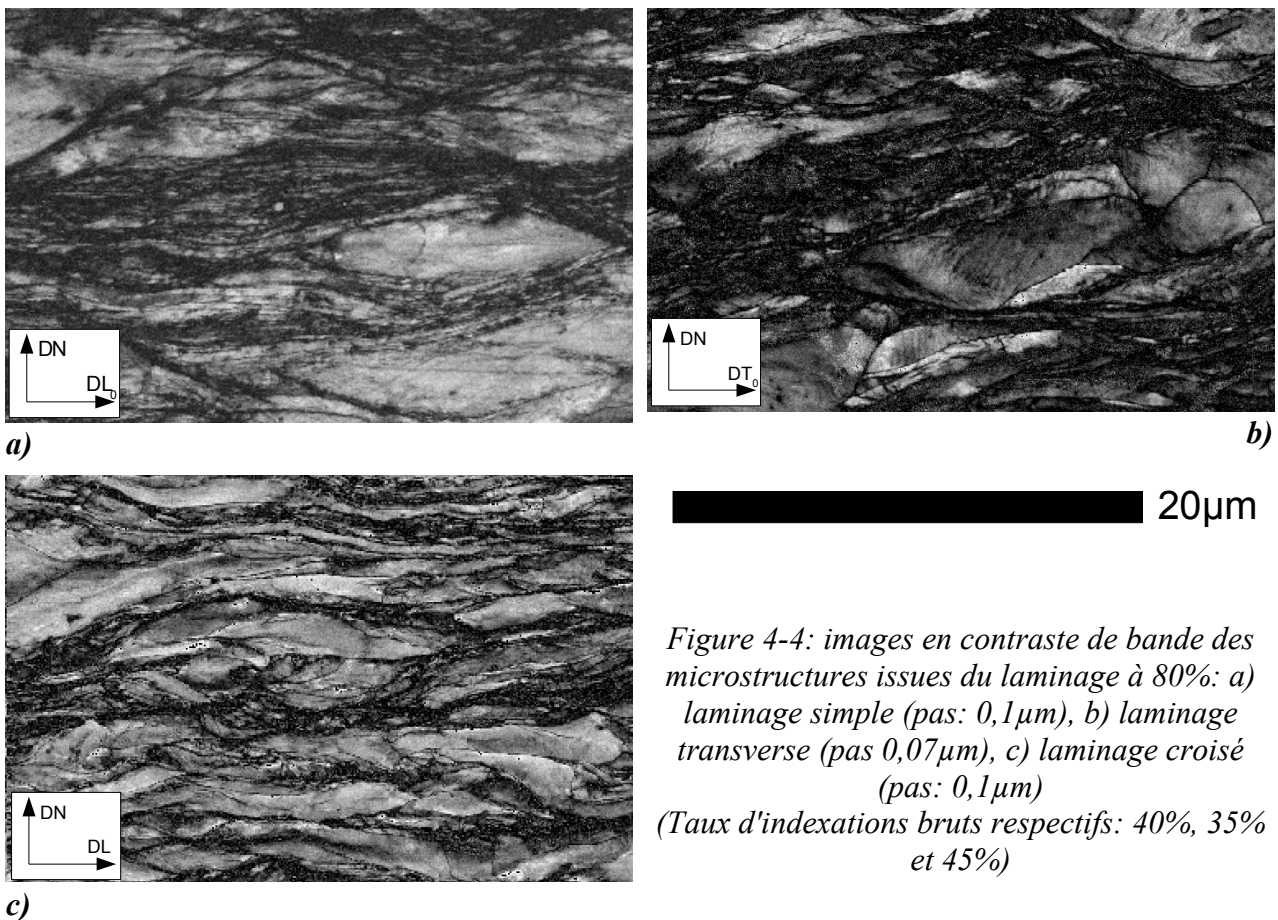


Figure 4-4: images en contraste de bande des microstructures issues du laminage à 80%: a) laminage simple (pas: $0,1\mu\text{m}$), b) laminage transverse (pas $0,07\mu\text{m}$), c) laminage croisé (pas: $0,1\mu\text{m}$) (Taux d'indexations bruts respectifs: 40%, 35% et 45%)

Dans le cas du laminage transverse, certains grains résistent à cette tendance, et conservent des rapports longueur/hauteur nettement supérieurs aux autres (cf. Fig. 4-4b). L'observation des microstructures en contraste de bande permet également de dégager d'autres tendances dans ces microstructures:

- la microstructure issue du laminage simple (4-4a) montre une alternance de grains moins déformés et de zones lamellaires et très déformées qui semble relativement

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

régulière,

- dans le cas du laminage transverse (4-4b), il est difficile de distinguer des zones lamellaires assez allongées, et la microstructure semble plus être un amalgame de grains ayant résisté à la déformation et de zones très perturbées,
- la microstructure issue du laminage-croisé (4-4c) semble la plus homogène en matière de répartition de la déformation entre les grains, et les zones très déformées y paraissent plus rares.

Les zones très perturbées observées aux alentours des joints de grains dans les microstructures les moins déformées se sont étendues. La figure 4-5 montre l'évolution de la fraction volumique des différents types de zones avec le taux de déformation. Les fractions volumiques sont calculées à partir d'estimations visuelles des zones moins déformées et fragmentées, basées sur l'indice de contraste de bande, ainsi que sur leur morphologie (taille et facteur de forme). Les zones très déformées sont déduites comme le complémentaire aux deux autres dans la microstructure .

La constitution et, plus particulièrement, la texture de ces zones n'ont pu être caractérisées de manière précise à ce jour. Très vraisemblablement il s'agit de sous-structures cellulaires de taille submicronique dont les orientations sont très difficiles à mesurer, également en raison d'une densité de dislocations importante [Dew05, Dewobroto 06]. Quelques orientations ont cependant pu y être mesurées. Ces orientations, très dispersées, ne montrent pas de différence significative avec la texture de déformation.

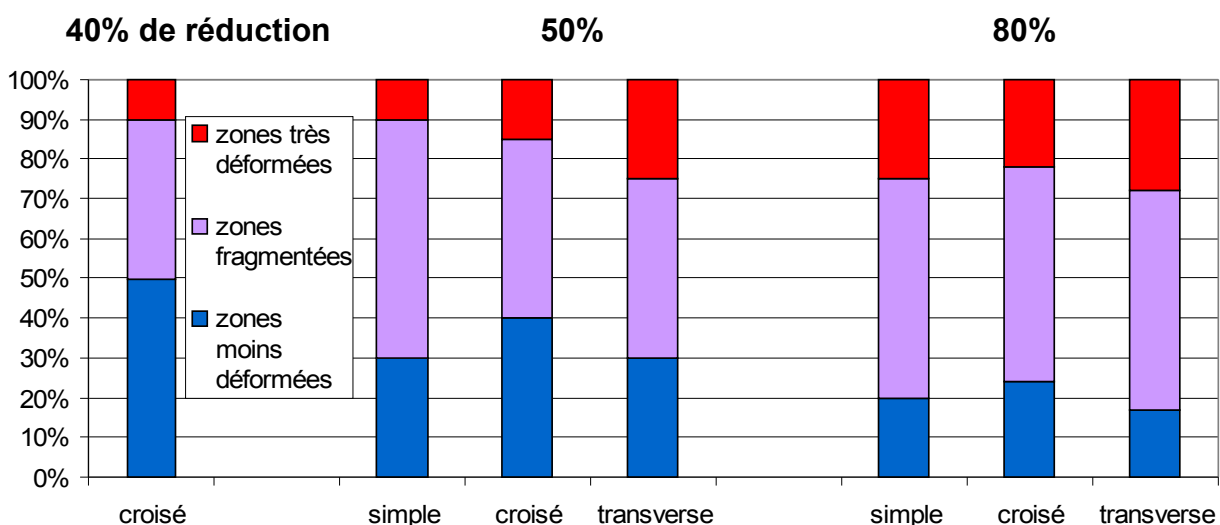


Figure 4-5: Estimation de la proportion des différents types de structures de déformation dans les microstructure déformées

1.b) Textures partielles dans les microstructures déformées

Il a été montré précédemment que la microstructure déformée est hétérogène avec différents types de sous-structures, dont les proportions dépendent du mode et du taux de déformation appliqué. On sait que ces hétérogénéités sont importantes pour la recristallisation puisque les différentes sous structures correspondent à différents niveaux d'énergie stockée, qui contrôleront la germination et la croissance des grains au cours de la recristallisation. On peut donc s'attendre à une dépendance de la texture de recristallisation vis à vis des orientations de ces différentes zones. La figure 4-6 montre les orientations des grains moins déformés et des zones fragmentés mesurées par EBSD sur les échantillons les moins déformés.

Les différentes parties de la microstructure à 40% de laminage croisé montrent des textures similaires. La texture -et la microstructure- ayant peu évolué depuis l'état initial, il est attendu que l'homogénéité initiale subsiste à ce point.

Des différences de texture se dessinent à partir de 50%:

- pour le laminage croisé, des orientations plus dispersées ont été mesurées dans les zones fragmentées, pour une faible partie à cause des macles signalées précédemment, alors que les grains moins déformés semblent avoir le plan $\{00.1\}$ proche du plan de laminage et les directions $\langle 10-10 \rangle$ préférentiellement orientées vers la direction transverse initiale,
- les grains moins déformés du matériau laminé dans le sens transverse montrent le même type d'orientation $[00.1]\langle 10-10 \rangle$, avec cependant une plus forte concentration des axes $\langle c \rangle$ dans la direction normale,
- pour le laminage simple il est plus difficile d'établir une corrélation, on notera cependant la concentration des axes $[00.1]$ dans la même moitié de la figure de pôle, vraisemblablement en raison d'une hétérogénéité locale de la texture dans le matériau initial.

Après 80% de laminage, cette orientation préférentielle des grains moins déformés se maintient (fig. 4-7), et on peut remarquer, malgré la faible statistique, que pour les trois

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

modes de déformation, ces grains ont l'axe $[00.1]$ proche de DN. Pour le laminage simple et croisé, respectivement transverse, la direction $\langle 10-10 \rangle$, respectivement $\langle 11-20 \rangle$, est parallèle à la direction de laminage initiale. Dans les trois cas cet alignement des axes avec DL_0 correspond à l'alignement de la composante majoritaire de la texture de déformation.

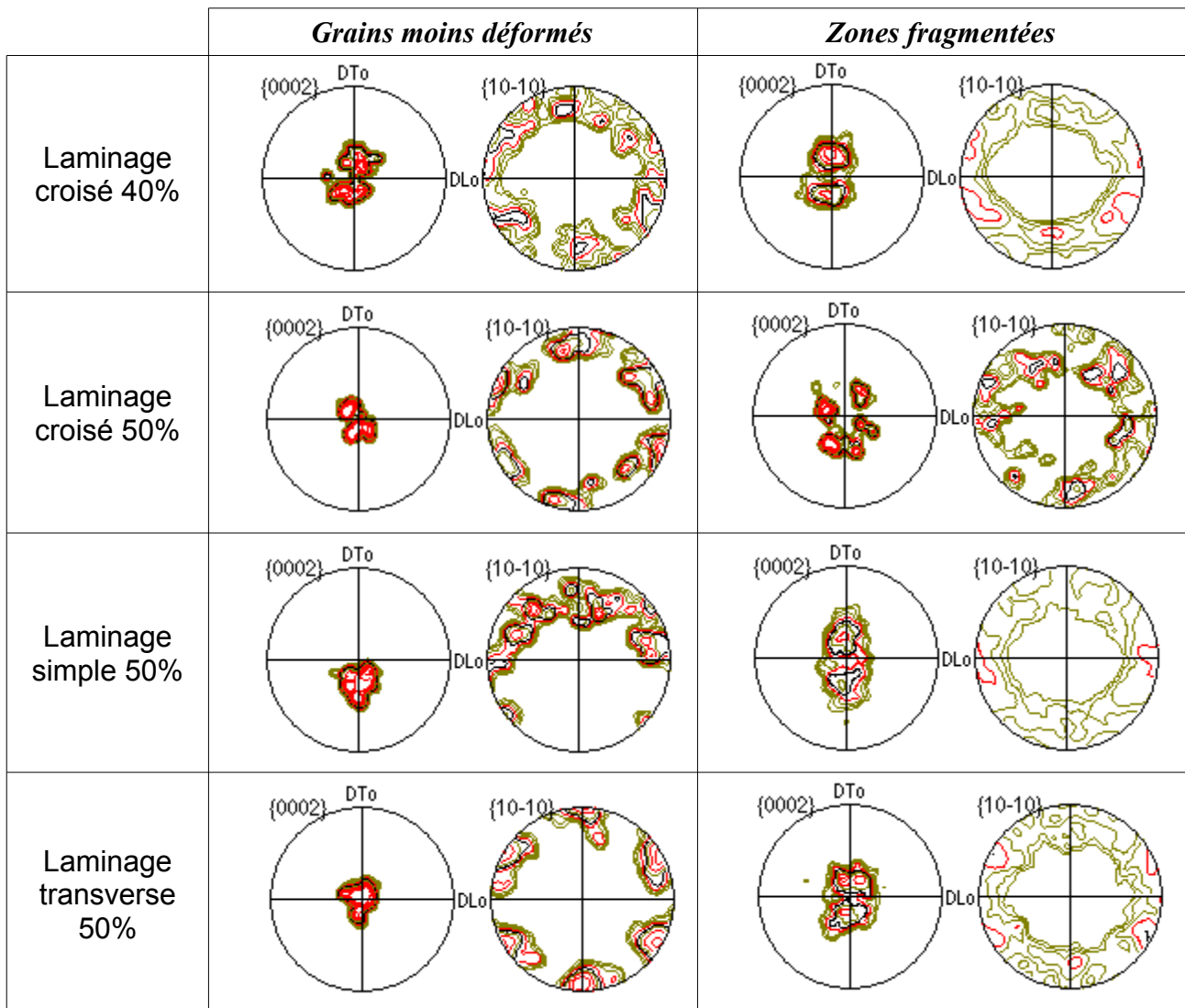


Figure 4-6: Orientation des différentes zones mesurées par EBSD dans les matériaux laminés à 40% et 50% de réduction

Il est à noter que l'orientation des grains moins déformés issus du laminage croisé à 80% est différente de celle mesurée après 50% de réduction: la direction $\{10-10\}$ est à présent parallèle à la direction DL_0 .

Les parties mesurées des zones fragmentées ne semblent pas, à ce stade, montrer d'orientation préférentielle et elles reproduisent assez fidèlement la texture de

déformation.

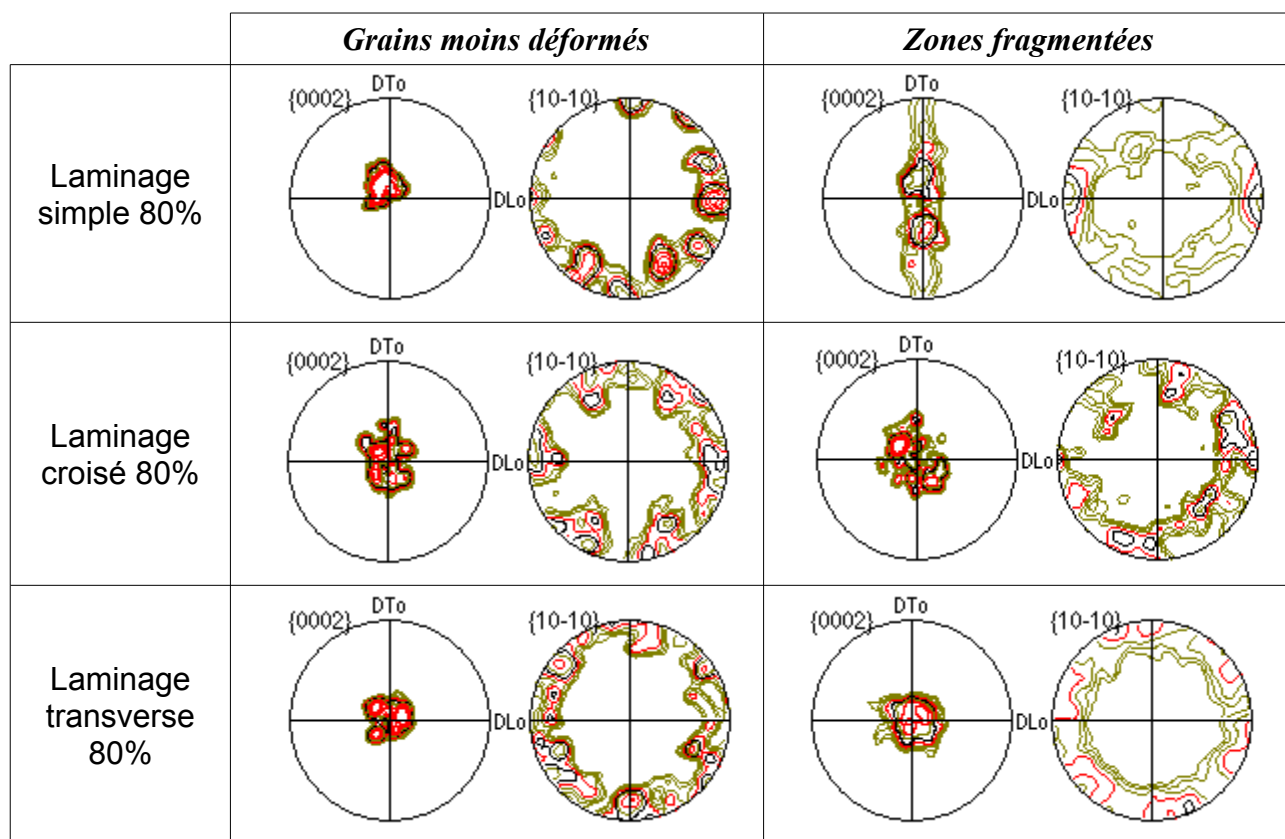


Figure 4-7: orientation des différentes zones mesurées par EBSD dans les matériaux laminés à 80% de réduction

4.2. Germination

2.a) Évolution microstructurale

2.a.1 Premiers stades de germination

Les zones fortement déformées ont été désignées comme les premiers sites de germination dans le cas du laminage simple à 80%. Ce processus a été systématiquement observé dans les différents cas étudiés, et la figure 4-8 illustre avec deux exemples que la germination s'opère toujours en premier lieu dans ces zones.

Comme il a été énoncé dans la sous-section précédente, les tailles des zones fortement déformées, ainsi que leur importance dans la microstructure, dépendent du taux de déformation et -dans une moindre mesure- de la direction de laminage considérés. Ceci a un effet sur le processus de germination. Ainsi, leur très faible fraction dans les microstructures déformées à 40 et 50% de laminage simple et croisé donne lieu à une

germination sporadique se produisant aux joints de grains alors qu'elle est plus dense dans le cas du laminage à 60 et 80%.

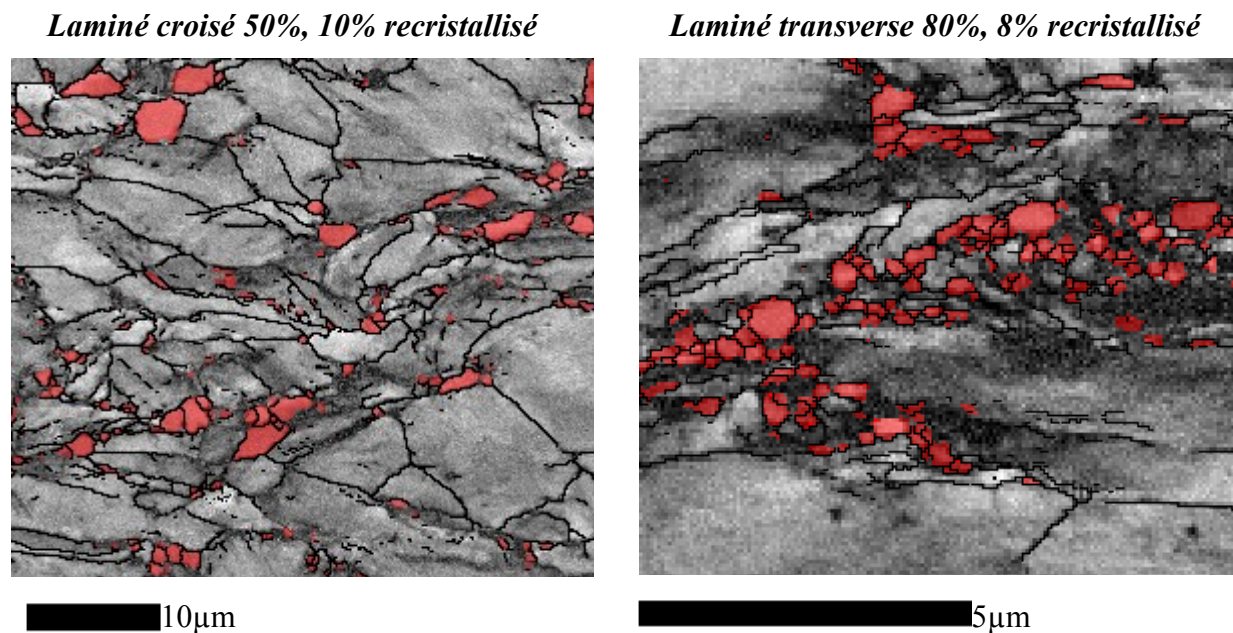


Figure 4-8: microstructures en début de recristallisation pour deux états initiaux différents. Les nouveaux grains sont en rouge.

Cette différence de densité de germes a une influence non négligeable sur le processus de recristallisation. Tandis que les nouveaux grains issus des faibles taux de réduction peuvent croître plus ou moins librement au détriment de la microstructure déformée, ils sont concentrés dans des espaces plus confinés à mesure que l'hétérogénéité de déformation se renforce.

Il sera examiné dans le chapitre 5 si les phénomènes localisés de compétition inter-grains, supposés ralentir considérablement leur expansion, ont un effet notable sur les cinétiques globales de recristallisation.

2.a.2 Évolution du nombre de grains

La densité de population des nouveaux grains peut-être un indicateur de la densité initiale de germination. La partie supérieure de la figure 4-9 montre cette densité aux premiers stades de recristallisation mesurés, on remarque que les cette densité augmente de façon monotone avec le taux de déformation. Il est couramment admis que le taux de germination augmente avec le taux de réduction [Cah70], mais l'observation de ce graphique semble indiquer qu'il est également plus grand -pour un même taux de réduction- dans les cas de laminage transverse.

La partie inférieure montre la densité aux alentours du milieu de recristallisation. Il faut garder en mémoire que les mesures EBSD n'ont pas été effectuées à ces deux stades avec le même pas, ce qui a une influence sur le nombre de grains pris en considération lors du comptage. On observe donc globalement une diminution du nombre de grains entre les parties supérieures et inférieures de la figure, partiellement due à la non prise en compte des grains les plus petits.

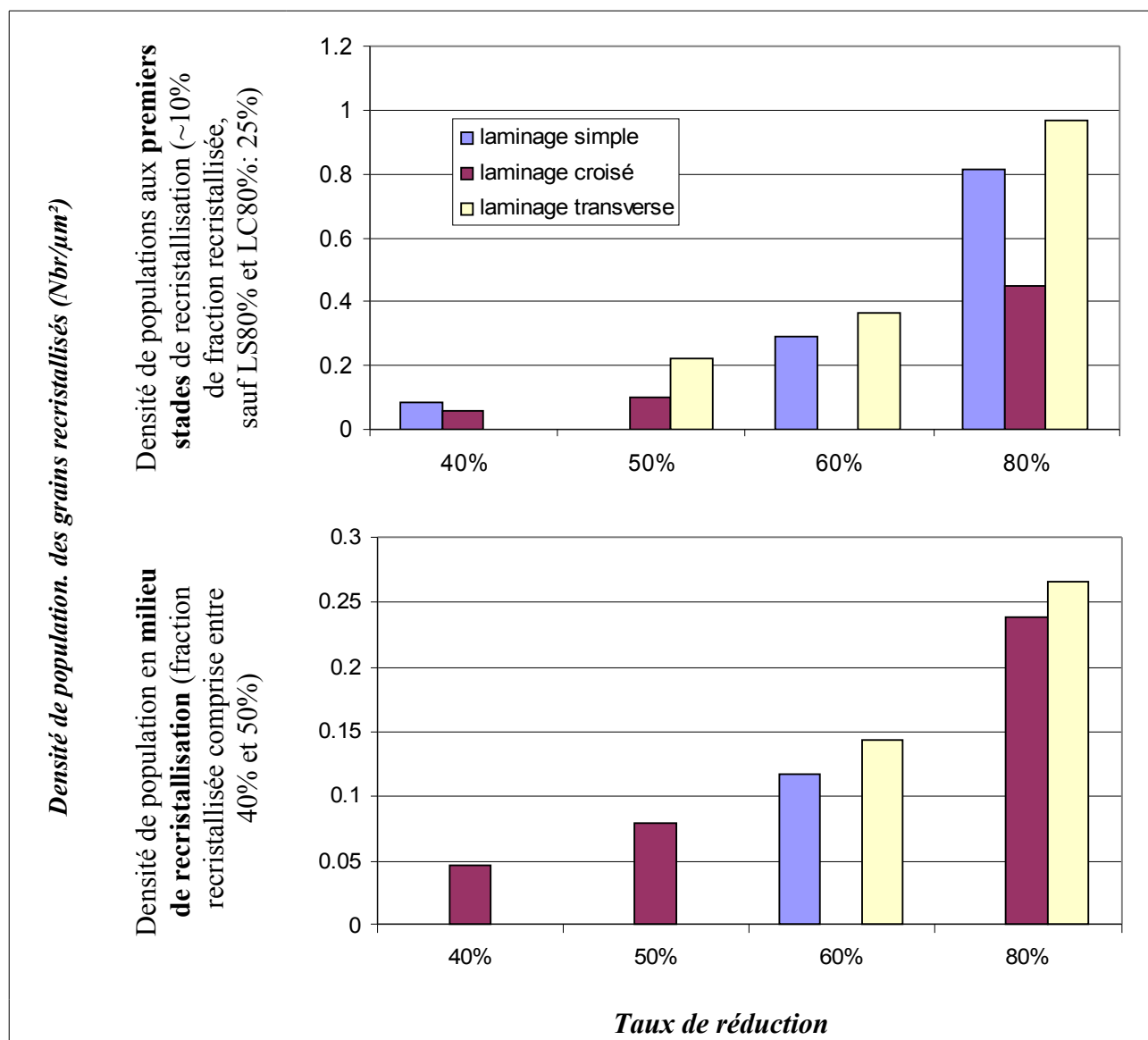


Figure 4-9: Densité de population de nouveaux grains mesurés aux premiers stades (haut), et milieu de recristallisation (bas).

On peut toutefois observer une diminution plus marquée du nombre de grains au cours des premiers stades de recristallisation pour les taux de réductions les plus importants et les cas de laminage transverse, qui montrent la germination initiale la plus dense. Les cas

de laminage croisé à 40% et 50% montrent un nombre de grain plutôt stable.

La diminution du nombre de grains recristallisés au cours de la recristallisation est liée à la compétition de croissance qui s'instaure entre les grains voisins. Les grains avantageés lors de cette compétition grossissent au détriment de leurs voisins jusqu'à les faire disparaître. Pour les cas de laminage croisé à 40% et 50%, la relative homogénéité de la microstructure déformée permet une meilleure répartition spatiale des germes de recristallisation, ce qui diminue l'importance de la compétition de croissance. De fait, dans le cas extrême du laminage croisé à 40%, on remarque que la densité de population des grains recristallisés est quasiment la même entre la germination et la fin de recristallisation (où la taille de grain de $6\mu\text{m}$ correspond à une densité de $0,035\mu\text{m}^{-2}$), ce qui signifie que peu de grains ont disparu dans la compétition de croissance, ou que cette perte a été compensée par l'apparition de nouveaux grains.

2.b) Taille des nouveaux grains

Le tableau 4-1 ci dessous récapitule les tailles moyennes des nouveaux grains mesurés au début de la recristallisation.

<i>Taux de réduction</i>	<i>40 %</i>		<i>50 %</i>		<i>60 %</i>		<i>80 %</i>	
Mode de laminage	LS	LC	LC	LT	LS	LT	LS	LT
Fraction recristallisée	17 %	12 %	10 %	8 %	8%	8 %	25 %	7 %
Taille moyenne (μm)	1,6	1,7	1,1	0,6	0,6	0,5	0,7	0,3

Tableau 4-1: Taille moyenne des nouveaux grains aux premiers stades de recristallisation mesurés

On note que la taille moyenne de ces grains diminue notablement avec l'augmentation du taux de réduction. Pour le laminage à 50%, on note également que la taille moyenne obtenue après laminage transverse est nettement inférieure à celle obtenue après laminage croisé. Cette différence est à mettre en relation avec la densité plus importante montrée dans la figure 4-9 (car elle traduit la présence de nombreux grains de petite taille, comme le montre la distribution présentée sur la figure 4-10).

Les distributions montrées sur la figure 4-10 sont des distributions en fraction surfacique, elles permettent de quantifier l'ampleur du phénomène de croissance anormale, (c'est à dire la surface occupée par des grains dont le diamètre dépasse 4 à 6 fois le diamètre moyen) qui caractérise ces populations de nouveaux grains. On peut voir sur cette figure que, pour tous les cas de déformation présentés, environ 50% de la surface recristallisée

est composée de grains dont le diamètre est supérieur à 2 fois le diamètre moyen.

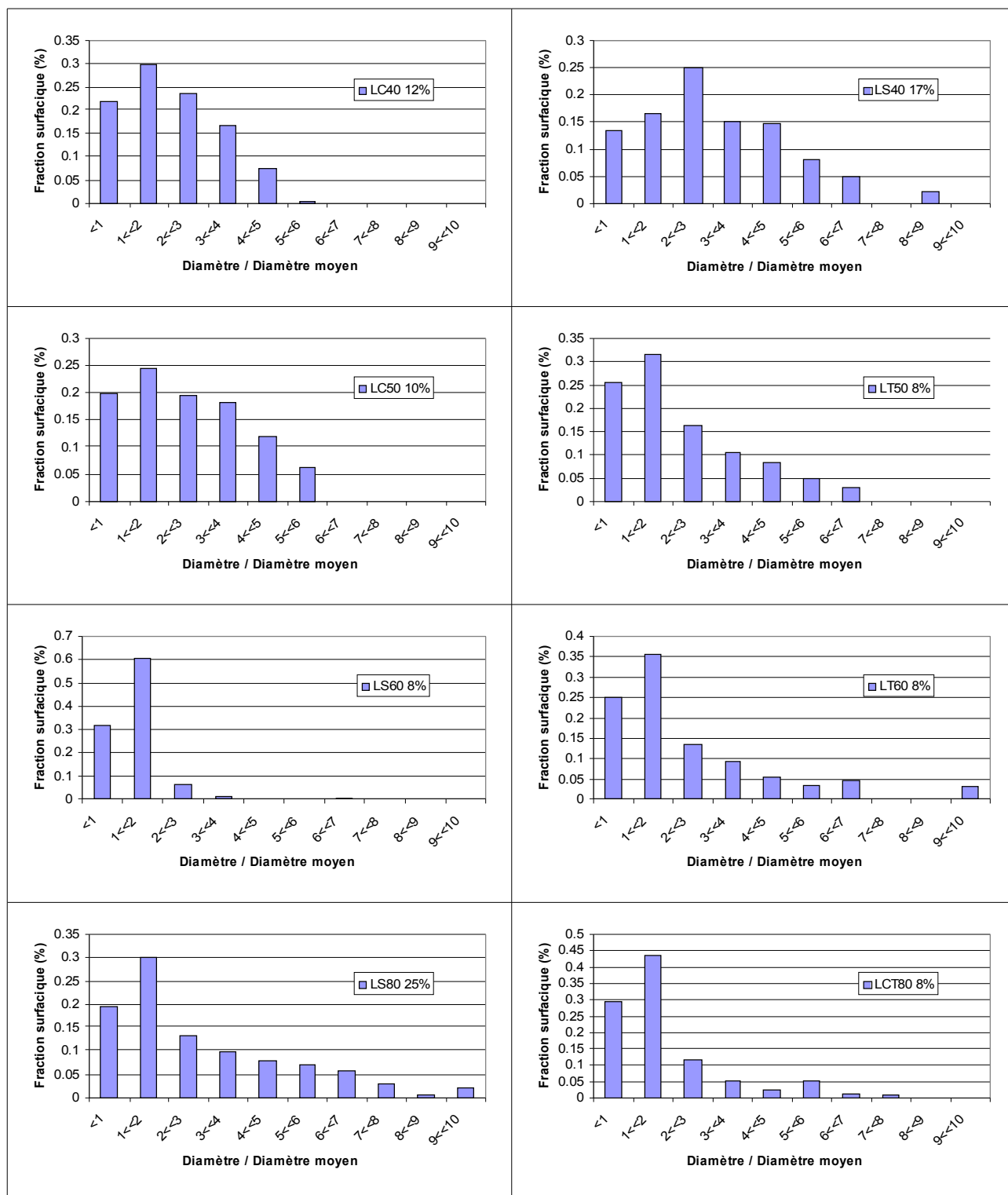


Figure 4-10: Distributions normalisées de tailles des grains recristallisés mesurées au cours des premiers stades de recristallisation, pour différents cas de déformation. Les histogrammes sont exprimés en fraction de la surface recristallisée. Les fractions recristallisées correspondantes sont indiquées dans les étiquettes de données

Dans les cas de laminage croisé à 40% et 50%, cette croissance exagérée semble atténuée, et on observe peu de grains dont la taille excède 4 fois la taille moyenne. Dans les cas de laminage à 60% et 80% et pour le laminage transverse, la forte densité d'apparition des grains dans des zones restreintes résulte en un grand nombre de grains qui grossissent peu, ce qui fait chuter la taille moyenne.

2.c) Orientations des nouveaux grains

Comme nous venons de le constater, les populations de grains apparaissant en début de recristallisation dépendent fortement de la microstructure déformée dont ils sont issus. Nous allons analyser dans la suite de ce chapitre l'orientation de ces nouveaux grains et tenter d'évaluer si une corrélation peut être établie entre les comportements des grains et leurs orientations. Afin d'organiser cette analyse, nous allons tout d'abord traiter les cas où la texture change peu au cours de la recristallisation primaire (laminage simple et croisé à partir de 50%), puis dans un deuxième temps les cas où elle change (laminage à 40% et laminage transverse).

2.c.1 Cas sans changement de texture en recristallisation

L'analyse des textures calculées à partir de données EBSD se heurte à plusieurs difficultés dont on ne peut faire abstraction, comme il a été discuté au chapitre 1. En ce qui concerne les premiers stades de recristallisation, le problème de mesure d'une population statistiquement représentative devient plus important.

En effet, si la mesure automatisée d'une grande population de grains recristallisés n'est pas une tâche ardue, la question du temps de mesure devient importante lorsque ces grains représentent une fraction minoritaire au sein d'une matrice déformée. Des efforts ont été produits pour mesurer des populations suffisantes à l'évaluation qualitative des textures, mais ces populations ne sauraient être divisées en population partielles, sous peine de perdre leur représentativité. Pour cette raison, le calcul de texture des populations de « petits » et « gros » grains ne doit pas être effectué dans ces microstructures, en particulier lorsqu'elles sont concernées par la croissance anormale, avec des distributions de tailles très étalées.

Pour déceler les cas de croissance préférentielle, on tentera plutôt de comparer les textures conventionnelles (en volume) avec les textures en nombre. Une différence notable entre ces deux textures pour une même population traduit une corrélation entre

taille et orientation.

Les figures 4-11 et 4-12 montrent les textures et les textures en nombre des grains recristallisés des stades les plus précoces mesurés en EBSD, pour les matériaux laminés simple et croisé à 80%. L'observation de ces orientations par Dewobroto dans le cas du laminage simple à 80% n'avait montré aucune sélection d'orientation par rapport à la texture déformée [Dew04], ce qui avait permis de conclure à l'absence de germination orientée. L'observation des coupes de FDO présentées ici, avec l'appui des figures de pôles, permettent d'affirmer que la texture de déformation est qualitativement reproduite par les premiers grains recristallisés dans le cas du laminage croisé à 80% également.

La confrontation de ces textures avec les textures en nombre fournit un complément d'information. On constate dans les deux cas, laminage simple et croisé, une tendance pour la texture des nouveaux grains à se démarquer de la texture en nombre, qui elle reproduit plus fidèlement la texture de déformation.

Dans ces deux cas, les maxima de la coupe de FDO s'élargissent et semblent s'éloigner de la zone $\varphi_2=0^\circ$. Cette impression est confirmée dans le cas du laminage croisé par la lecture de la figure de pôle $\{11-20\}$, où les intensités sont renforcées au voisinage de la direction de laminage par rapport à la texture en nombre.

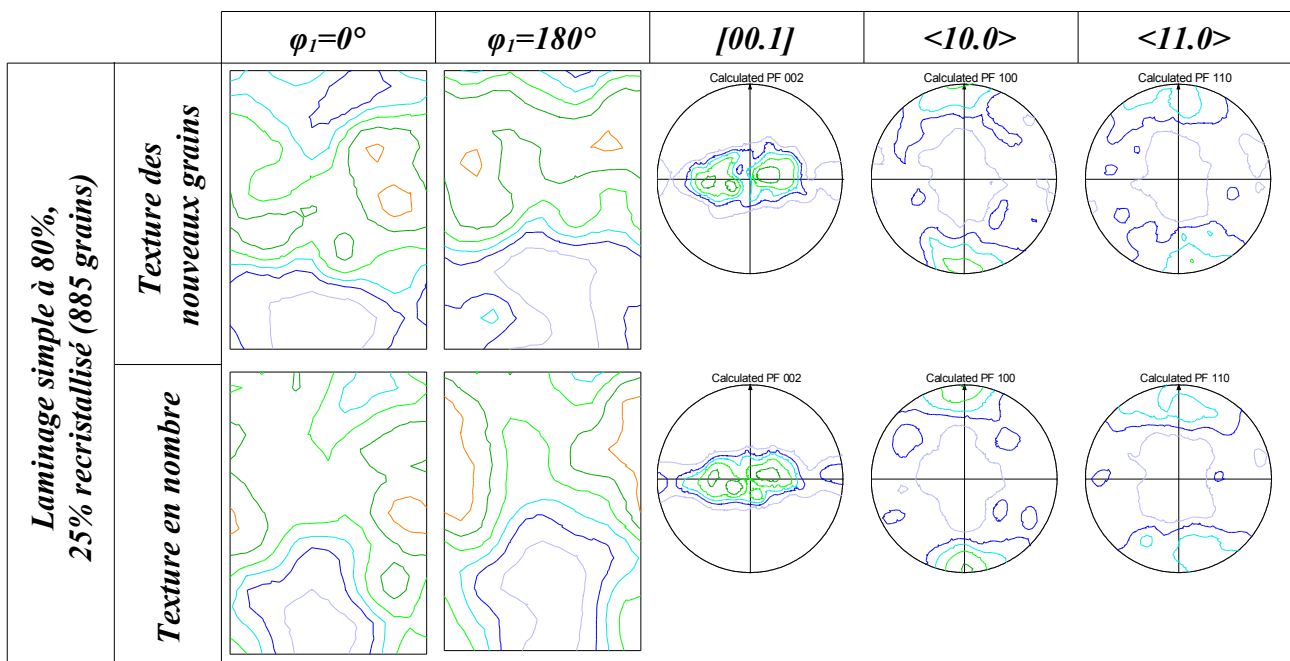


Figure 4-11: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage simple à 80%

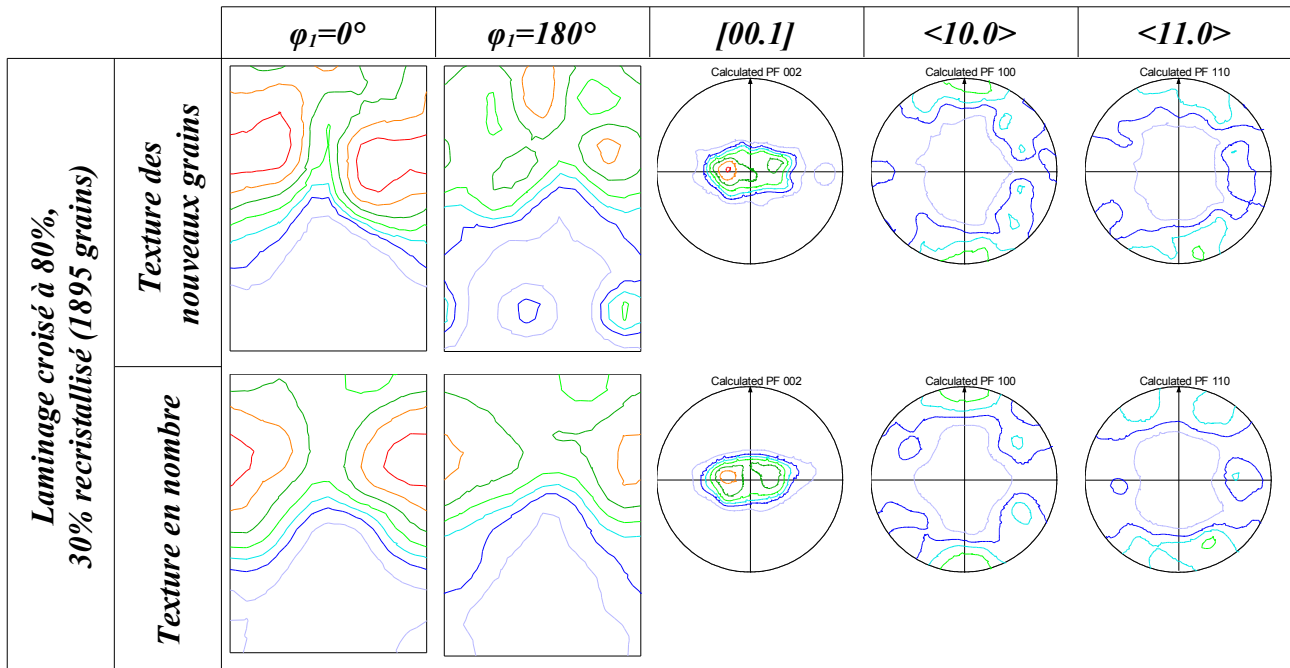


Figure 4-12: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage croisé à 80%

Sur la figure 4-13 on peut observer la texture des premiers grains pour des taux de réductions moins importants. La relation entre texture et texture en nombre pour le laminage simple à 60% (a), est similaire à celle observée précédemment pour le laminage à 80%:

- la texture en nombre reproduit relativement bien la texture de déformation,
- la texture volumique semble « déformée » en raison de l'existence de grains sensiblement plus gros que la moyenne.

Cependant, aucune orientation particulière ne peut être associée à ces gros grains.

Pour le laminage croisé à 50% (b) ce phénomène est moins marqué, et on peut observer une texture et une texture en nombre qui présentent de fortes similitudes. (il est à noter que le nombre de grains mesurés peut varier sensiblement selon les cas mesurés, et de fait, l'interprétation des résultats doit être adaptée en conséquence)

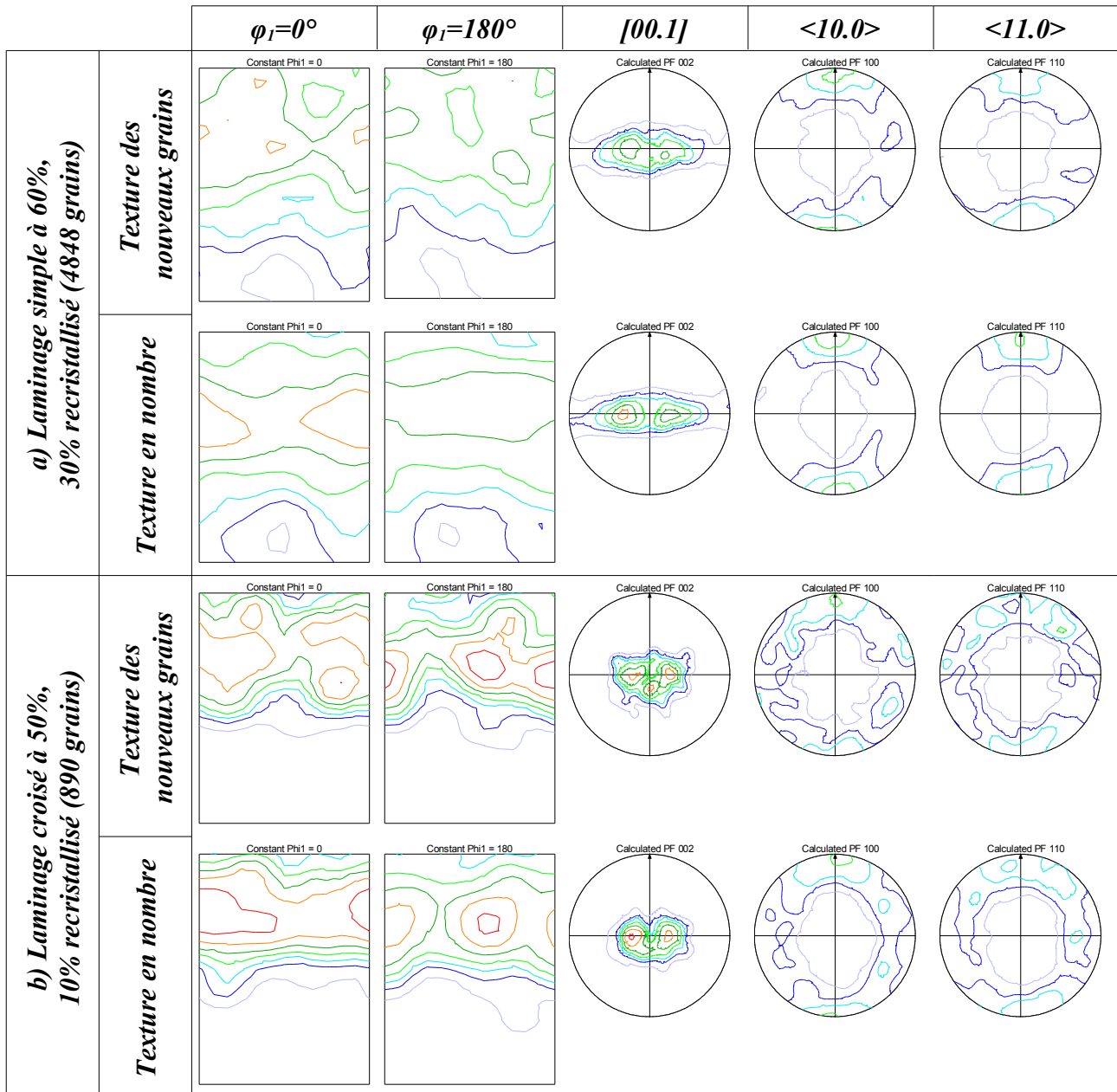


Figure 4-13: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage simple à 60% (a) et le laminage croisé à 50% (b)

2.c.2 Cas avec changement de texture en recristallisation

Il a été montré au cours du chapitre 3 que sous certaines conditions la réorientation pouvait survenir principalement au cours de la recristallisation: dans le cas des faibles taux de réduction puis dans le cas du laminage transverse. Nous allons tenter d'évaluer si la germination favorise certaines orientations.

Faibles taux de réductions

Nous avons vu au que la recristallisation des matériaux réduits de 40% induit une réorientation depuis une texture avec la majorité des pôles $\{11-20\}$ dans la direction de laminage vers une texture avec la majorité des pôles $\{10-10\}$ dans la direction de laminage. La texture des premiers grains recristallisés pour les cas de laminage croisé et simple à 40% sont donnée sur les figures 4-14 et 4-15.

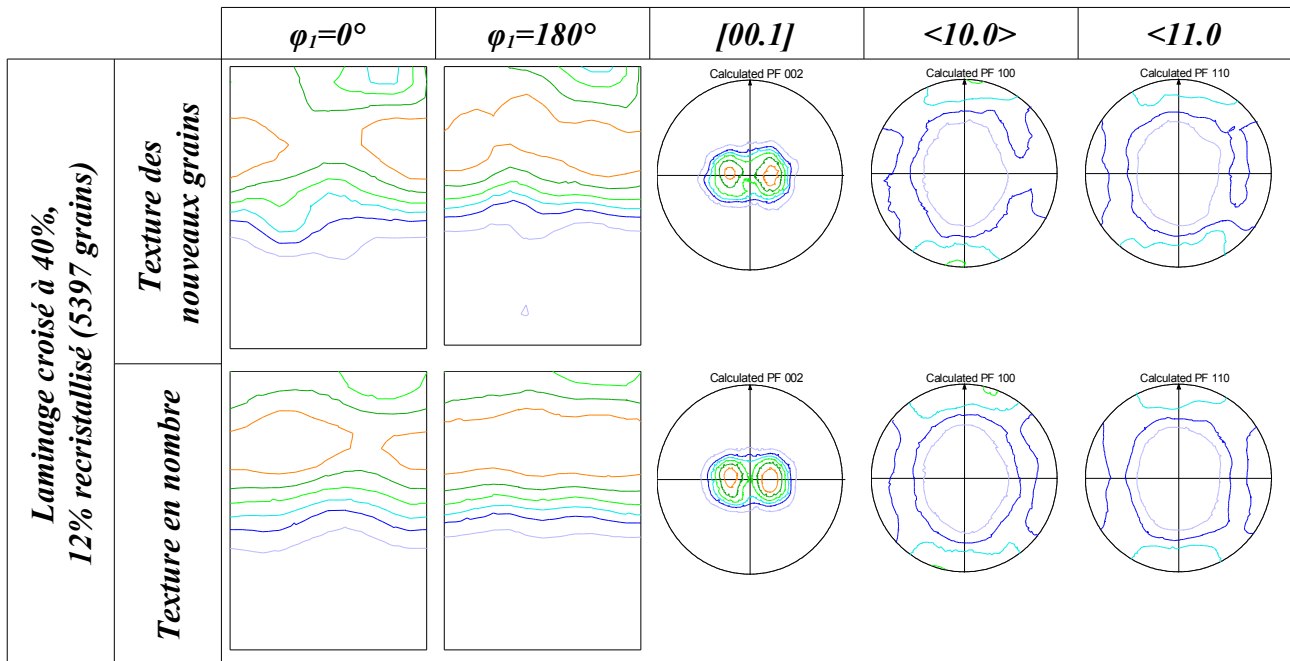


Figure 4-14: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage croisé à 40%

On remarque dans le cas du laminage croisé (Fig. 4-14) que la texture des nouveaux grains à 12% de recristallisation est déjà différente de la texture de déformation, ce qui semble indiquer la présence d'une sélection d'orientation au cours de la germination. La majorité des pôles $\{10-10\}$ se situe dans la direction de laminage initiale, alors que la texture de déformation montrait un alignement de $\{11-20\}$ avec DL_0 .

Sur la texture en nombre, on remarque un renforcement à 15° de la direction de laminage pour les axes $\{10-10\}$, ce qui est à mi-chemin entre l'orientation de déformation et la texture volumique des nouveaux grains. Cette différence entre la texture et texture en nombre est le signe qu'une sélection d'orientation se produit également au cours de la croissance.

Dans le cas du laminage simple (Fig. 4-15), les premiers grains apparus montrent des orientations plus dispersées. On peut voir sur la texture en nombre que des pôles $\{10-10\}$ aussi bien que $\{11-20\}$ sont alignés vers la direction de laminage. La texture en volume

quant à elle, est très marquée par les gros grains (déjà aperçus sur la distribution de taille en Figure 4-10), dont les orientations ne semblent pas se démarquer véritablement de la texture du reste des nouveaux grains.

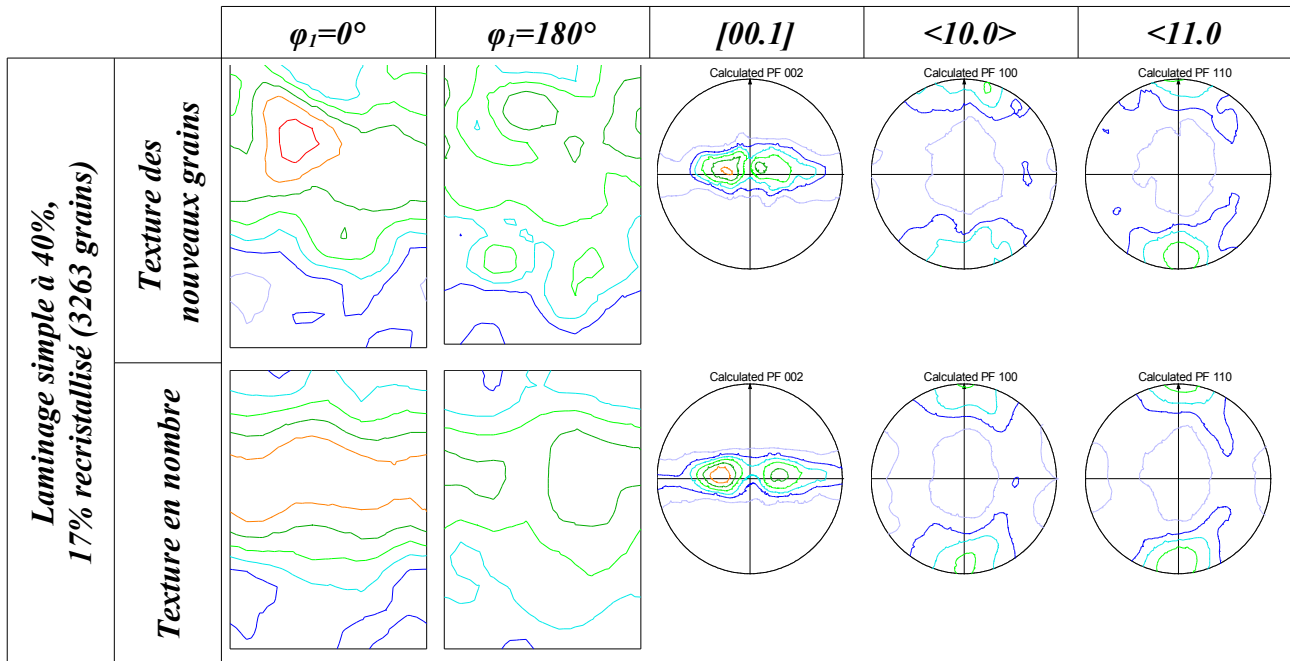


Figure 4-15: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage simple à 40%

Laminage transverse

Les figures 4-16 et 4-17 montrent les textures des premiers grains apparus après des traitements thermiques très courts dans des échantillons laminés dans la direction transverse. On remarque pour ce mode de déformation que la texture des premiers grains reproduit mal la texture de déformation, ce qui est le signe d'une germination orientée. La texture en nombre de ces mêmes grains, plus proche de la texture de déformation, est cependant plus faible. Ceci indique que les grains dont l'orientation diffère de la composante majoritaire de déformation sont les plus gros, en particulier ceux d'orientation proche de $\langle 10.0 \rangle // DL_0$.

Cette corrélation entre taille et orientation met en évidence une « sélection » d'orientation qui interviendrait très tôt dans le processus de recristallisation, puisque la fraction occupée par ces nouveaux grains dans la microstructure n'est même pas de 10%. Il est donc raisonnable de ne pas attribuer cette sélection à un mécanisme de croissance préférentielle.

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

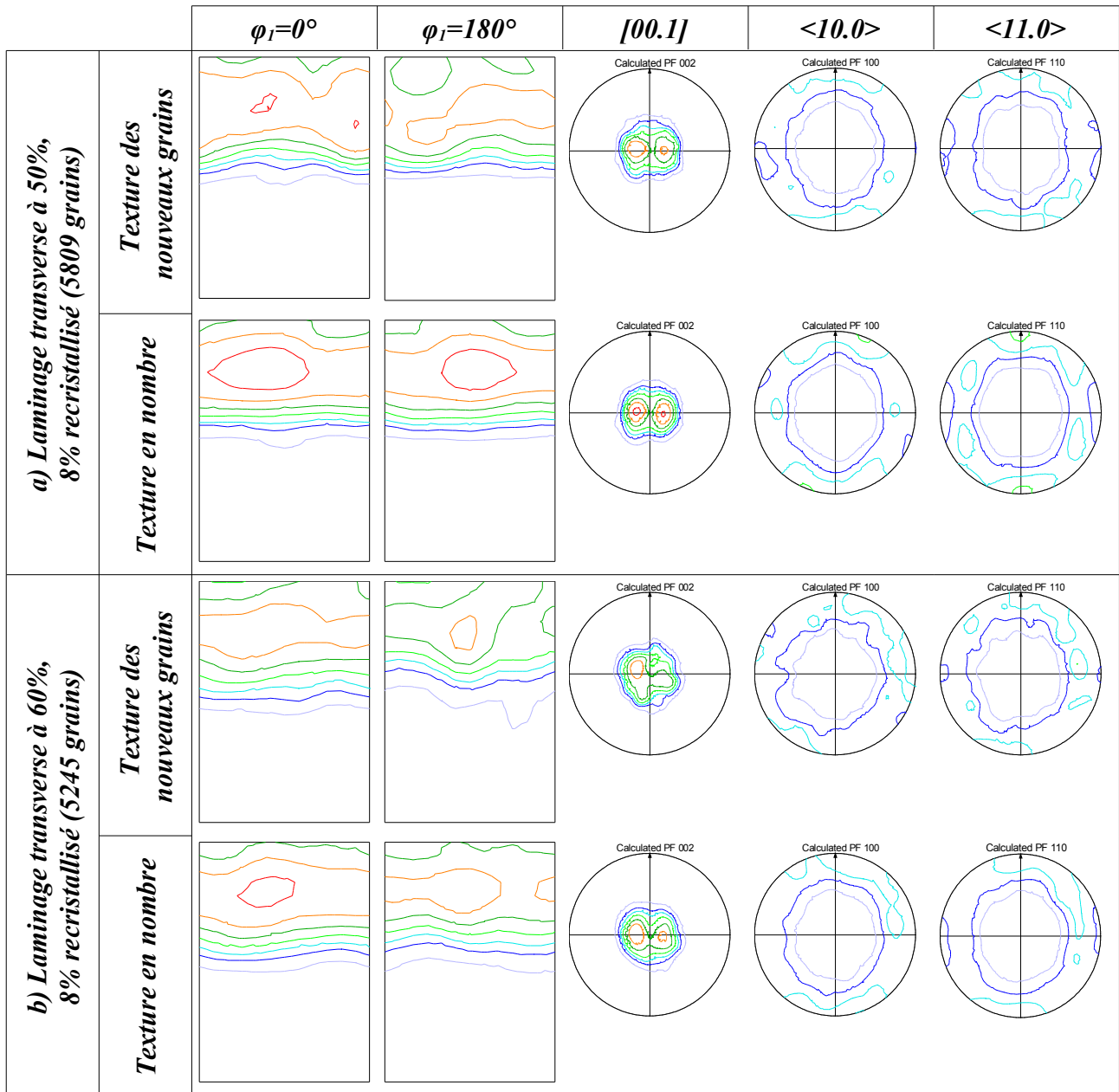


Figure 4-16: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage transverse à 50% et 60%
 Il est à noter que la différence entre texture et texture en nombre semble moins marquée à 60% de réduction qu'à 50%, et dans le cas du laminage à 80% ces deux textures semblent plutôt proches. Cependant, le nombre de grains mesurés dans ce dernier cas est plus faible en comparaison des deux précédents, qui représentent des populations importantes.

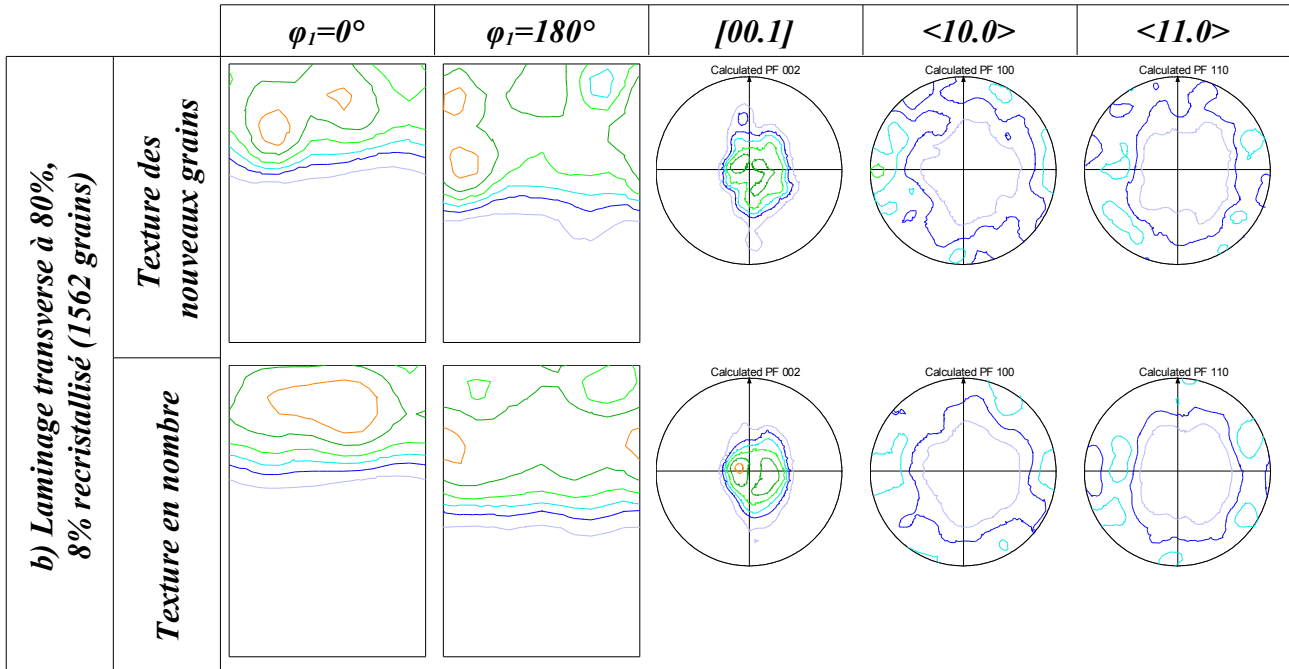


Figure 4-17: texture des premiers grains recristallisés pour le laminage transverse à 80%

4.3. Discussion

Les études précédentes sur la recristallisation des métaux hexagonaux comme le Zirconium [Dew04, Hu68, Nak78] ont fait état d'une évolution de texture relativement lente, due à une germination aléatoire suivie d'une sélection de croissance peu marquée. Comme nous sommes ici en présence de différents cas de germination, dont certains conduisent à des évolutions de texture plus rapides, nous discuterons principalement de ces derniers en raison de leur caractère nouveau. Pour les cas non discutés ici, les mécanismes proposés antérieurement sont compatibles avec nos résultats.

3.a) Sélections d'orientations aux premiers stades de la recristallisation

3.a.1 Après 40% de laminage croisé

La déformation croisée a pour effet de produire des microstructures plus homogènes. L'exemple du laminage croisé à 40% est intéressant dans le sens où il représente la borne inférieure des cas traités au niveau de la déformation. Les seules hétérogénéités développées à ce stade sont les fragments montrés précédemment dont la plupart sont situés aux abords des anciens joints de grains. Nous en déduisons naturellement qu'ils constituent les principaux sites de germination dans cette microstructure. La figure 4-18

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

illustre ce fait, et on y observe:

- que la germination est peu dense et qu'elle s'opère principalement aux joints de grains,
- la croissance des nouveaux grains remplit l'ancienne matrice déformée d'une façon assez homogène, à l'exception des zones peu déformées,
- la texture des nouveaux grains évolue peu au cours de la recristallisation.

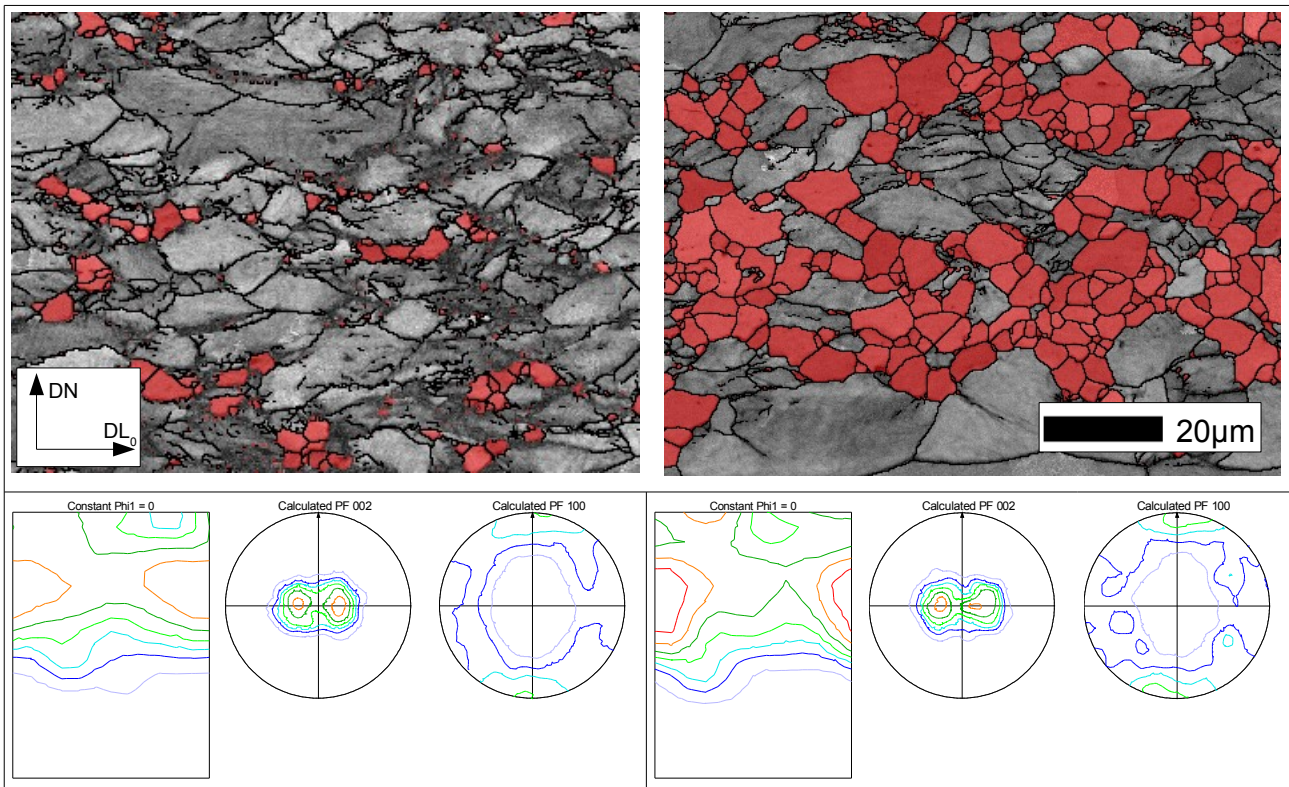


Figure 4-18: germination aux joints de grains dans LC40, progression de la recristallisation et orientations des grains recristallisés (en rouge, désorientation interne $<2^\circ$)

Il a été montré dans la section 2-2 de ce chapitre (Fig. 4-14) que les orientations des germes ne reproduisent pas exactement la texture de déformation. Alors que la texture de déformation montre des pôles $<10.0>$ plutôt alignés dans le plan (DN;DT₀), une partie des nouveaux grains ont une direction $<10.0>$ parallèle à DL₀. Toutefois, la texture en nombre de ces nouveaux grains est quelque peu différente, et montre des maximums d'intensité pour la figure de pôle (10.0) à 10-15° de cette direction de laminage.

La figure 4-19 montre la différence de texture entre l'état déformé et l'état initial pour ce matériau. On peut y lire que les orientations à $\Phi=35^\circ$ ont globalement disparu au profit des orientations avec $\Phi=25^\circ$.

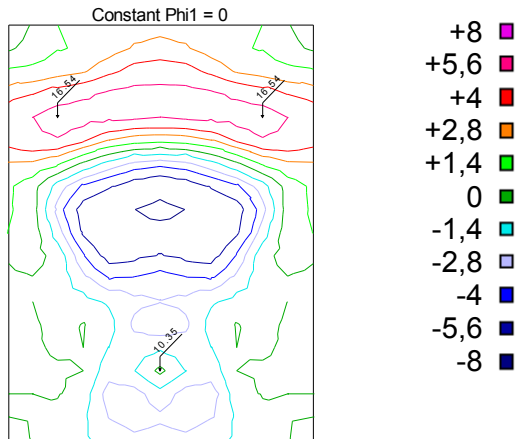


Figure 4-19: différence de textures DRX entre l'état laminé croisé à 40% et l'état initial ($J_{diff}=2,8$)

- +8 ■
- +5,6 ■
- +4 ■
- +2,8 ■
- +1,4 ■
- 0 ■
- 1,4 ■
- 2,8 ■
- 4 ■
- 5,6 ■
- 8 ■

Le maximum d'intensité, qui correspond aux orientations créées par la déformation, se situe autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=15^\circ\}$. Cette orientation était également présente sur la texture en nombre des premiers grains mesurés (cf. fig. 4-13), ce qui laisse penser que les zones de cette orientation ont été des sites privilégiés pour la germination.

Il est à noter que la désorientation entre cette composante et la composante majoritaire de texture est une rotation autour de l'axe $\langle c \rangle$.

Or, au niveau de la microstructure déformée, on observe principalement ce type de désorientation autour des fragments (cf. Fig. 4-22), situés aux abords des anciens joints de grains qui sont ici les sites privilégiés pour la germination (figure 4-18). À la lumière de ces constatations, on peut affirmer être en présence d'un cas de germination orientée de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=15^\circ\}$. Ceci peut s'expliquer par la faible fragmentation des échantillons laminés simples à 40%, qui fournit une variété de sites de germination très pauvre.

Nous avons vu que les différences de comportements entre grains adjacents sont à l'origine des parois de dislocations qui, en dehors des anciens joints de grains, constituent les discontinuités d'orientation les plus importants dans la microstructure. La proximité des anciens joints de grains, dont la structure est peu différente de leur état initial, permet la création de cellules, qui en restaurant donnent naissance aux germes de recristallisation. Cet exemple est à rapprocher de celui des bandes de transition formées à l'interface de zones dont l'orientation diverge au cours de la déformation [Dil74], qui fournissent un fort gradient d'orientation et sont des sites privilégiés pour la germination, supposés responsables de la germination orientée qui induit la texture cube dans l'aluminium recristallisé [Ino78]

La situation rappelle également l'exemple historique de Burgers [Bur31] qui a trouvé dans des monocristaux d'aluminium après une faible compression que les germes préférentiels étaient des fragments, plus déformés que le reste du cristal. En effet, nous sommes en présence d'un matériau peu déformé, dont la texture est assez forte, et dont seules

certaines composantes de la microstructure possèdent le gradient d'orientation suffisant pour générer de nouveaux grains.

Comme ces composantes présentent une désorientation préférentielle avec le reste de la texture -marquée-, on observe une germination orientée, au sens d'une population de nouveaux grains dont la texture est différente de la texture de déformation.

On ne néglige toutefois pas l'effet de la sélection de croissance qui semble se faire en faveur des grains d'orientation $\langle 10.0 \rangle // DL_0$, comme il peut être constaté du renforcement de cette composante entre les 10% et 40% de recristallisation montré en figure 4-18.

L'ampleur du phénomène de compétition de croissance inter grain étant relativement faible dans le cas présent, ce renforcement de l'orientation proches de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ résulte très probablement d'un avantage de croissance des grains de cette composante dans la matrice déformée, du à une désorientation globalement plus forte. Les mécanismes de croissance orientée au cours de la recristallisation primaire et de la croissance de grains seront discutés au cours des chapitres 5 et 6.

3.a.2 Après laminage transverse

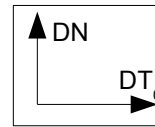
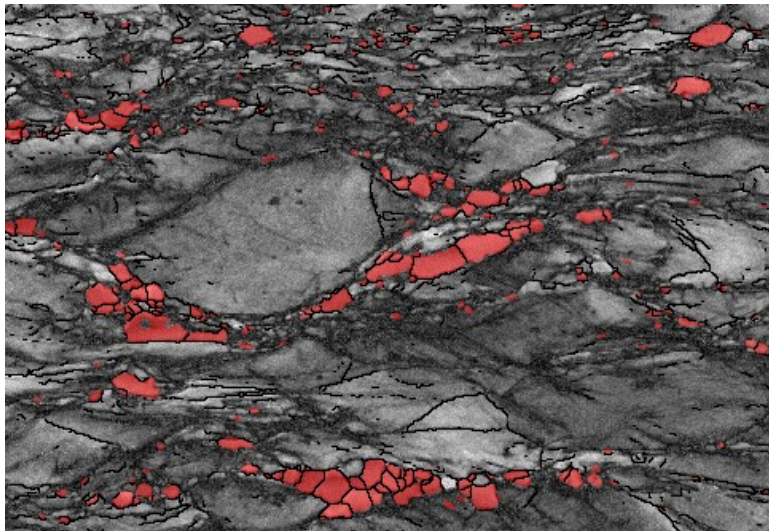
Dans les cas de laminage transverse à 50% et 60%, les distributions de taille des nouveaux grains ont montré que l'ampleur de la croissance anormale était comparable à celle des forts taux de réduction (Fig. 4-10). L'analyse de leurs orientations a révélé que la texture des premiers grains ne permettaient pas une bonne reproduction de la texture de déformation, même si leur texture en nombre en était globalement plus proche.

La figure 4-20 montre les microstructures en début de recristallisation pour les laminages transverse à 50% et 60%. On remarque tout d'abord que cette germination est dense dans des zones localisées, la majorité des nouveaux grains étant concentrés dans les zones les plus déformées. On remarque également la croissance exagérée de certains grains dans ces zones déformées, qui semble plus accentuée encore pour le cas à 60% de réduction, dans lequel la population des nouveaux grains peut être décrite comme:

- des nouveaux grains ayant grossi anormalement et,
- des structures composées de nouvelles cellules restaurées de taille bien inférieures.

La croissance anormale des sous-grains, en tant que mécanisme de germination, a été modélisée par Holm et al. [Hol03] à l'aide d'un modèle de type Monte Carlo-Potts. Ces

auteurs ont conclu que la croissance anormale émergeait spontanément des assemblages de sous-grains, même en l'absence de différences d'énergie stockée, en raison de l'anisotropie de mobilité des joints.

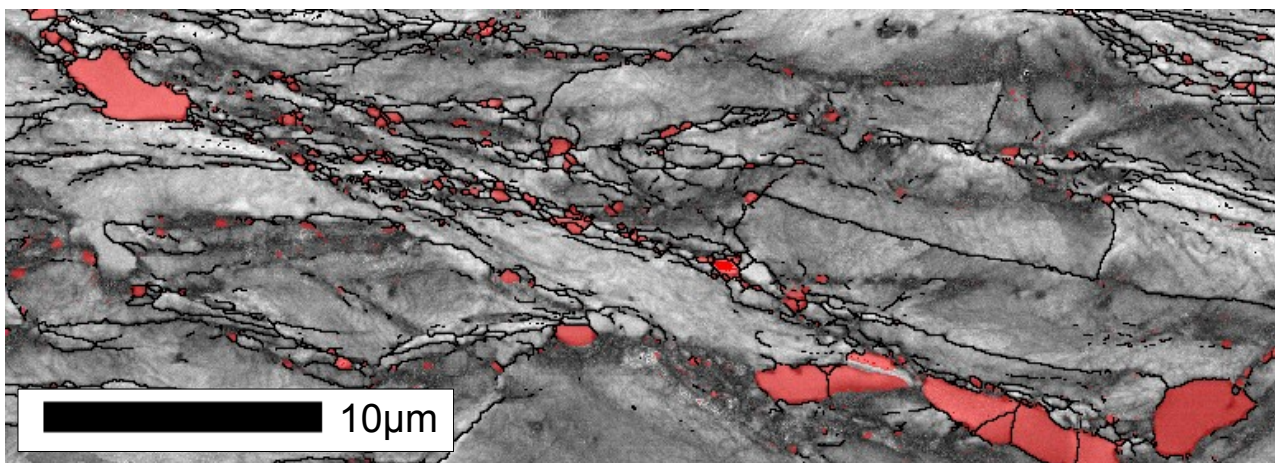


10µm



Figure 4-20:

microstructures des matériaux laminés transverse à 50% et 60% de réduction, après 8% de fraction recristallisée.



Il est connu que les germes ne peuvent grossir que si leur taille (plus précisément leur rayon de courbure) est supérieure à une taille critique, qui traduit que la force de croissance (proportionnelle à la différence de densité de dislocations) doit être plus grande que la force de freinage liée à la surface de joint créée (proportionnelle à la courbure). Or, dans les zones où les cellules de restauration sont contiguës, la différence de densité de dislocation est faible de part et d'autre des sous joints, et donc la force motrice pour la croissance également. Dans ce cas la taille moyenne des cellules évolue plus lentement, à mesure que les plus petites disparaissent [Doh97]. La taille critique est donc plus difficile à atteindre.

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

Cette évolution plus lente pourrait être attribuée aux causes suivantes:

- les zones déformées où ces cellules apparaissent contiennent moins d'énergie stockée, ce qui ne leur permet pas d'acquérir la taille critique pour la croissance anormale,
- les désorientations entre les cellules restaurées sont trop faibles, ce qui les empêche de croître. Ils subissent un « orientation pinning » qui est plus favorable à la recristallisation continue [Hum97]

L'hypothèse d'une désorientation insuffisante pour la croissance anormale conforterait les conclusions émises par Dewobroto [Dew04], qui avait invoqué un « pinning » de l'orientation majoritaire pour expliquer l'évolution de texture au cours du recuit de tôles laminées à 80%. On note également que cette hypothèse n'est pas contradictoire avec une différence d'énergie stockée, car les parois de dislocations qui séparent les germes constituent une forme à part entière d'énergie de déformation qui est directement reliée à l'état initial. En effet, l'énergie contenue dans la structure cellulaire peut être estimée à partir de l'énergie initiale en y soustrayant l'énergie des dislocations de signe contraire qui se sont annihilées au cours de la restauration [Bec53]. Les zones contenant le plus de dislocations de même signe correspondent aux zones de plus forts gradients de désorientation qui, après restauration, sont formées des blocs cellulaires les plus désorientés les uns des autres.

Les zones très déformées, contenant la densité de dislocations la plus importante, ne peuvent être mesurées par EBSD. Néanmoins, si elles ont une orientation préférentielle différente de l'orientation majoritaire, on peut l'apercevoir par le biais de la texture globale, mesurée par DRX.

En effet, par soustraction de la texture mesurée en EBSD à la texture globale, on fait apparaître les orientations existantes dans le matériau, mais qui n'ont pu être mesurées par microscopie. La figure 4-21 montre cette différence dans le cas du laminage transverse à 50%. On voit clairement apparaître sur la coupe de FDO un large minimum correspondant à l'orientation des grains moins déformés $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ qui est « surreprésentée » dans la texture EBSD. On aperçoit également deux légers maxima autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, qui correspondent à l'orientation des zones très déformées ici.

Or, comme cette orientation devient majoritaire en fin de recristallisation, il apparaît logique que les sous-grains disposant d'un avantage de croissance au cours de la recristallisation proviennent de ces zones très déformées. Cet avantage de croissance pourrait alors résulter d'une plus forte densité de dislocation dans la matrice où se développent initialement les grains, qui confère une plus grande force motrice à la migration de leurs joints, favorisant ainsi la croissance anormale.

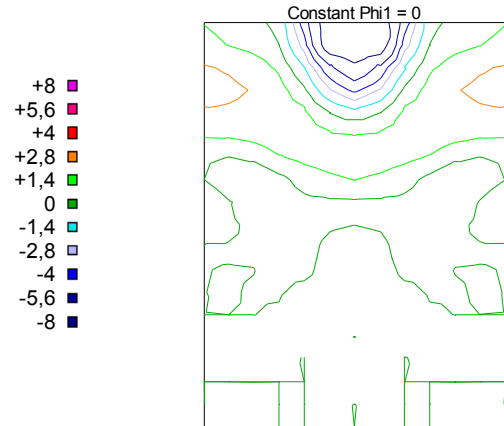


Figure 4-21:
fonction de différence entre les textures de laminage transverse à 50% mesurées par DRX et EBSD

Cependant, les grains de la composante de recristallisation ($\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$) disposent également d'un avantage de désorientation par rapport au reste de la texture ($\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ majoritaire), il n'est donc pas exclu que « l'orientation pinning » permette la croissance orientée des grains de cette composante, favorisant ainsi son renforcement au cours de la recristallisation.

3.b) Formation des microstructures déformées

3.b.1 Faibles taux de réduction

L'observation des microstructures déformées à différents taux aide à comprendre le processus de formation des différentes sous-structures. Premièrement, nous avons pu constater que la fragmentation des grains s'opère dès 40% de réduction, par la formation de sous-joints. D'autre part, les fragments isolés par ces sous-joints ont été observés préférentiellement aux abords des joints de grains, ce qui indique que cette localisation de la déformation doit résulter d'incompatibilités de déformation plastique entre les grains adjacents. Ces interactions entre grains voisins sont d'autant plus importantes que le Zirconium possède un comportement plastique fortement anisotrope [Leb93]

La fragmentation crée des sous-joints dont les angles de désorientations sont très variables, mais dont les axes de désorientations sont souvent des axes proches de [00.1]. La forte proportion des désorientations autour de l'axe $\langle c \rangle$ est compatible avec la forte activité du glissement prismatique [Mir06] rapportée par Francillette dans des conditions

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

similaires [Fra01], car ce type de glissement s'opère sur les plans contenant l'axe $\langle c \rangle$, dans la direction $\langle a \rangle$ qui lui est perpendiculaire.

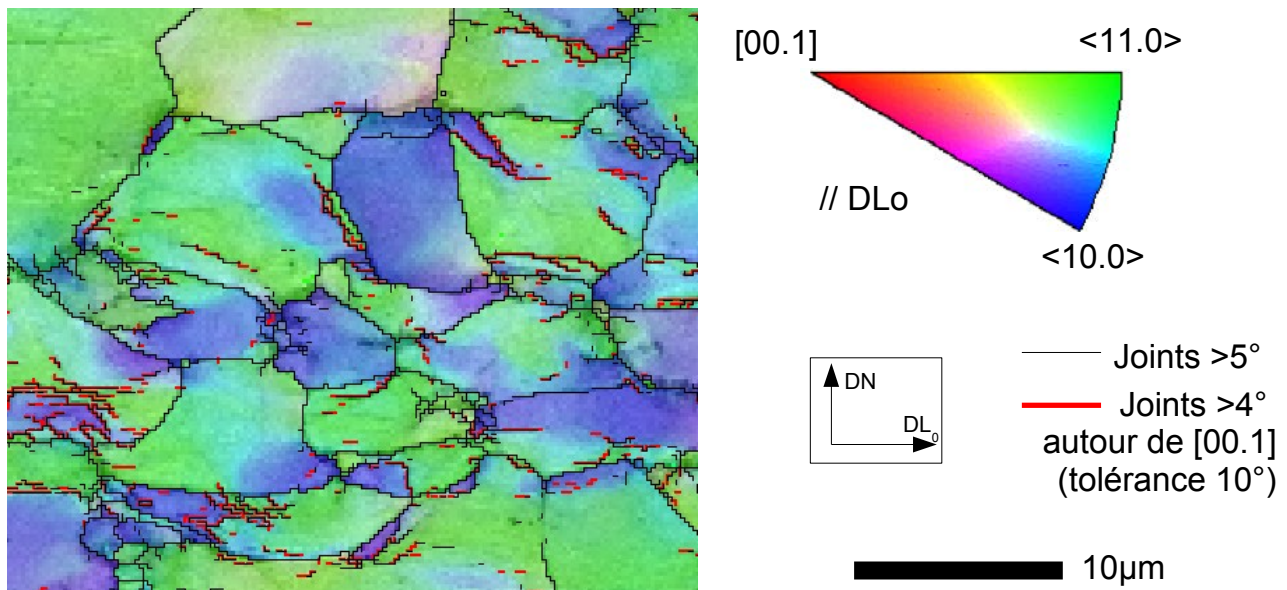


figure 4-22: Cartographie d'orientation d'un échantillon laminé croisé à 40%

La figure 4-22 illustre bien ce phénomène. On peut y apercevoir quelques exemples de fragments d'orientation $\langle 10.0 \rangle // DLo$ (bleus) situés en périphérie des grains d'orientation $\langle 11.0 \rangle // DLo$ (verts), desquels ils sont désorientés autour d'un axe proche de $[00.1]$.

Très peu de maillage a été observé, et ceci indépendamment des taux et modes de laminage, ce qui est vraisemblablement dû à la faible taille de grains initiale (environ $7\mu\text{m}$), comme il a déjà été rapporté dans le Zirconium [Sal94].

Afin d'illustrer la surreprésentation des désorientations d'axe $\langle c \rangle$ dans les différentes microstructures déformées, on montre sur la figure 4-23 les fréquences relatives des désorientations autour de 3 axes ($[00.1]$, $\langle 10.0 \rangle$, et $\langle 11.0 \rangle$), en comparaison avec les états recristallisés correspondants. On remarque que les axes de désorientations préférentiels dans les microstructures recristallisées sont plutôt $\langle 10.0 \rangle$ et $\langle 11.0 \rangle$, ce qui est cohérent avec la texture puisque ce sont les désorientations entre les deux composantes symétriques $(0^\circ, \Phi, \varphi_2)$ et $(180^\circ, \Phi, \varphi_2)$ lorsque $\varphi_2 = 0^\circ$ et 30° respectivement. Cependant, la proportion de désorientations autour de $[00.1]$ est jusqu'à 7 fois plus importante pour les états déformés correspondants, avec pourtant des textures similaires dans certains cas. Ceci montre que ces désorientations sont liées à la microstructure déformée, et qu'elles disparaissent au cours de la recristallisation.

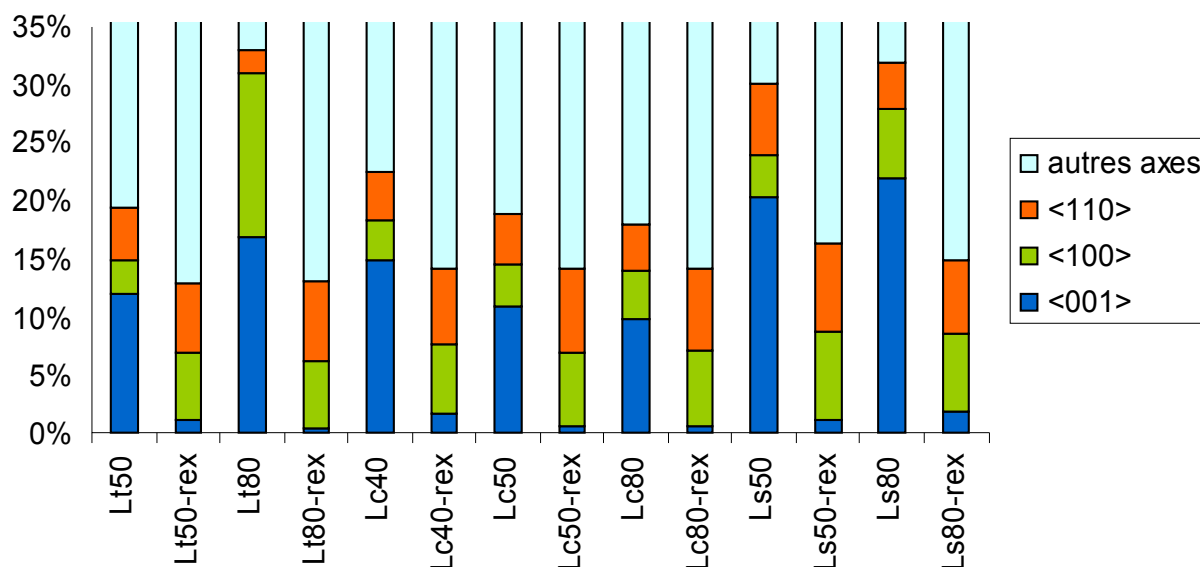


Figure 4-23: Proportions des axes de désorientations $\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ mesurées dans les différents états déformés (pour les échantillons les plus déformés, l'information sur les désorientations est très partielle en raison des taux d'indexations faibles) puis recristallisés

3.b.2 Influence du mode de laminage

Dès 50% de réduction, des différences notables se dessinent entre les microstructures laminées dans différentes directions. Outre la différence de morphologie entre les grains laminés dans différentes directions, on note

- pour le laminage simple (Fig. 4-2), certains grains ne semblent pas avoir subi la déformation, alors que des zones lamellaires relativement allongées (quelques dizaines de microns) se dessinent,
- dans le cas du laminage transverse (Fig. 4-3), l'ensemble de la microstructure semble avoir accommodé la déformation. On peut toutefois observer des anciens grains encore reconnaissables ainsi que des zones fragmentées assez allongées.
- pour le laminage croisé (Fig. 4-1), la fragmentation telle qu'elle a été observée à 40% semble s'accroître et la microstructure aux abords des joints de grains est plus perturbée, mais la distinction entre zones lamellaires et grains moins déformés est moins évidente que dans les cas de laminage unidirectionnels.

La microstructure initiale étant équiaxe, la différence entre les deux modes de laminage unidirectionnels ne peut s'expliquer que par l'orientation des grains par rapport au procédé. En effet, on peut imaginer que les grains défavorablement orientés pour une réduction par laminage simple soient plus aisément déformés en laminage transverse.

Chapitre 4: Premiers stades de la recristallisation

Francilette a calculé, à l'aide d'un modèle auto-cohérent, les activités des différents systèmes dans ces conditions [Fra01], sur la base d'un rapport de contrainte critique de 2,5 entre le glissement prismatique (facile) et les autres (pyramidaux et basal). Il a trouvé une chute de l'activité du glissement prismatique et une prédominance du glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$ dans le cas du laminage transverse à environ 30% de réduction, ce qui montre bien que les systèmes activés dans la cas du laminage simple et transverse sont différents.

Ceci expliquerait également la plus grande homogénéité des microstructures laminées croisées, car l'application de la déformation dans deux directions de laminage permet de réduire la probabilité de rencontrer une orientation défavorable (une orientation défavorable à la déformation devrait l'être pour les deux directions de laminage). Outre l'homogénéité relative à la cristallographie, la microstructure du laminage croisé possède également une plus grande homogénéité de morphologie, avec des structures étirées suivant les deux directions de laminage. La possibilité de créer une structure équiaxe au lieu de lamellaire en utilisant ce type de déformation avait déjà été reportée pour de l'aluminium par Juul Jensen [Juu91]. De fait, la microstructure de laminage croisé à 80% montre également des fractions moins importante de zones très perturbées (Fig. 4-5).

On peut également noter une différence entre les grains moins déformés du laminage simple et du laminage transverse: tandis que ceux issus du laminage simple ont tous une forme en « cigare » allongée suivant la direction de laminage, la morphologie des grains du laminage transverse est moins régulière, et leur direction préférentielle est moins prononcée (Fig. 4-4). À l'heure actuelle, on ne peut dire si cette différence de forme résulte d'une déformation moins prononcée de ces grains ou de leur fragmentation dans la direction normale.

4.4. Conclusions

Nous avons pu constater au cours de ce chapitre, les effets du taux de réduction et de la direction de laminage sur l'établissement des microstructures déformées. L'influence de ces microstructures déformées sur le phénomène de germination a également été montrée:

- pour les cas de laminage simple et croisé à partir de 50% -où la texture évolue peu durant la recristallisation primaire- nous avons pu constater que la germination se

produit de manière non orientée. L'analyse des textures en nombre des nouveaux grains laisse toutefois penser qu'une corrélation taille/orientation apparaît dès les premiers stades de recristallisation dans certains cas,

- pour les déformations plus faibles, et dans le cas de laminage transverse. les changements de texture plus rapides résultent vraisemblablement d'un phénomène de germination orientée.

Dans le cas du laminage croisé à 40%, qui a été analysé en détail, nous avons montré que le mécanisme de germination orientée était dû à la faible variété de sites de germination. Dans cette microstructure assez homogène, les grains déformés sont relativement équiaxes et seuls les fragments formés à leurs périphéries constituent un gradient d'orientation suffisant à l'apparition de nouveaux grains. Nous avons montré que ces fragments, qui apparaissent principalement par création de sous-joints d'axe de désorientation [00.1], sont globalement désorientés de la composante majoritaire autour de cet axe. Il s'ensuit une texture des nouveaux grains différente de la texture de déformation, avec des maxima étalés autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

Cette texture se renforce au cours de la recristallisation alors que les grains, initialement bien répartis dans la microstructure, grossissent principalement au détriment de la matrice déformée. Nous avons alors suggéré que ce renforcement est causé par un avantage de désorientation de ces grains dans la matrice.

Pour les matériaux issus du laminage transverse, nous avons montré que les zones très déformées qui se développent dès 50% de réduction sont responsables de la croissance anormale des sous-grains à l'origine de la germination orientée. Aux premiers stades de la recristallisation, la germination est dense et concentrée dans ces zones. La fonction de différence de texture entre la texture globale (mesurée par DRX) et la texture mesurée par EBSD sur un échantillon laminé transverse à 50% a laissé apparaître qu'elles présentent l'orientation de recristallisation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$. Aucune relation de ce genre n'ayant été constatée jusqu'alors dans les cas de laminage simple, nous déduisons que la plus grande rapidité des changements de texture après laminage transverse résulte de cette préférence d'orientation des zones les plus déformées, où la croissance anormale des nouveaux grains est favorisée en début de recristallisation.

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

Les textures partielles basées sur les tailles de grains en fin de recristallisation ont été montrées au chapitre 3 (Fig. 3-9 à 3-11). Il a été constaté une corrélation entre la taille et l'orientation des grains dans les cas où des changements ultérieurs de texture étaient observés, et une absence de corrélation dans les cas où la texture est plutôt stable en croissance de grains.

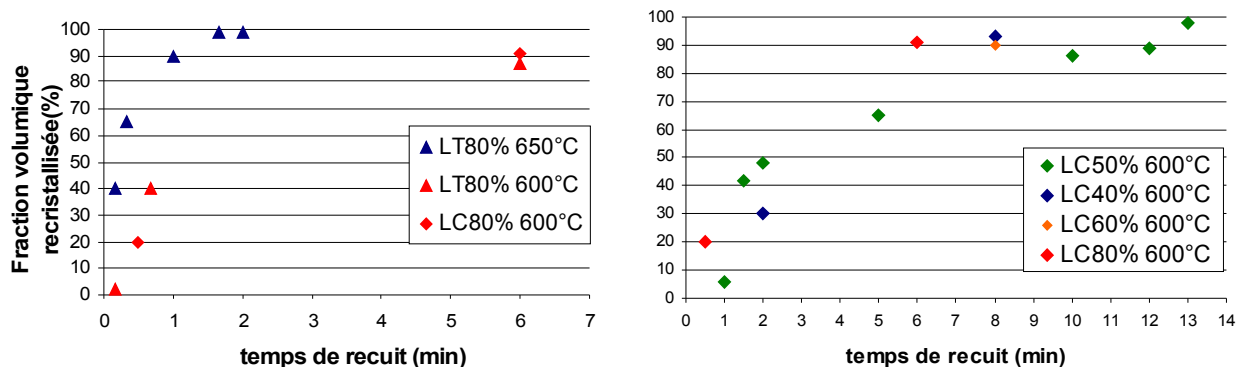
De plus, nous avons montré au cours du chapitre 4 les textures en nombre des premiers grains au tout début de la recristallisation, qui semblaient indiquer que cette corrélation apparaît très tôt dans le processus.

Nous allons maintenant étudier les mécanismes de recristallisation dans les différents cas, et tenter d'expliquer les raisons de cette corrélation.

5.1. Évolution de microstructure et de texture au cours de la recristallisation

1.a) Cinétiques de recristallisation

La figure 5-1 montre des cinétiques de recristallisation pour différents cas de déformation. Pour les cas de déformation à 80% (a) la durée de la recristallisation ne semble pas dépendre du mode de déformation. La dépendance en température est également montrée sur ce graphique et on observe une recristallisation très rapide à 650°C (2 minutes pour atteindre la recristallisation totale).



a)

b)

Figure 5-1: cinétiques de recristallisation pour différents cas de déformation

La recristallisation est plus lente pour les taux intermédiaires, mais les courbes de cinétiques possèdent les caractéristiques communes d'évolution rapide en début de

recristallisation, puis de ralentissement en fin de procédé. Les 90% de recristallisation, atteints après 6 minutes à 600°C dans le cas du laminage croisé à 80%, sont atteints pour 60% de réduction à 8 minutes, et 12 minutes pour 50%. L'augmentation monotone de la durée de recristallisation avec la diminution de la déformation initiale est un phénomène bien connu, lié notamment à la densité de germination [Cah74]. Toutefois, les données dans le cas de laminage croisé à 40% semblent échapper à cette règle (8 minutes).

Les évolutions des tailles moyennes de grains en fonction de la fraction recristallisée sont montrées sur la figure 5-2. Outre le fait que la taille de grains finale dépend du taux de déformation initial, on remarque des évolutions légèrement différentes au cours du procédé. En effet, alors que les tailles de grains évoluent plutôt linéairement avec la fraction recristallisée pour les faibles taux de déformation, on note une croissance plus lente au début de la recristallisation pour les taux plus importants.

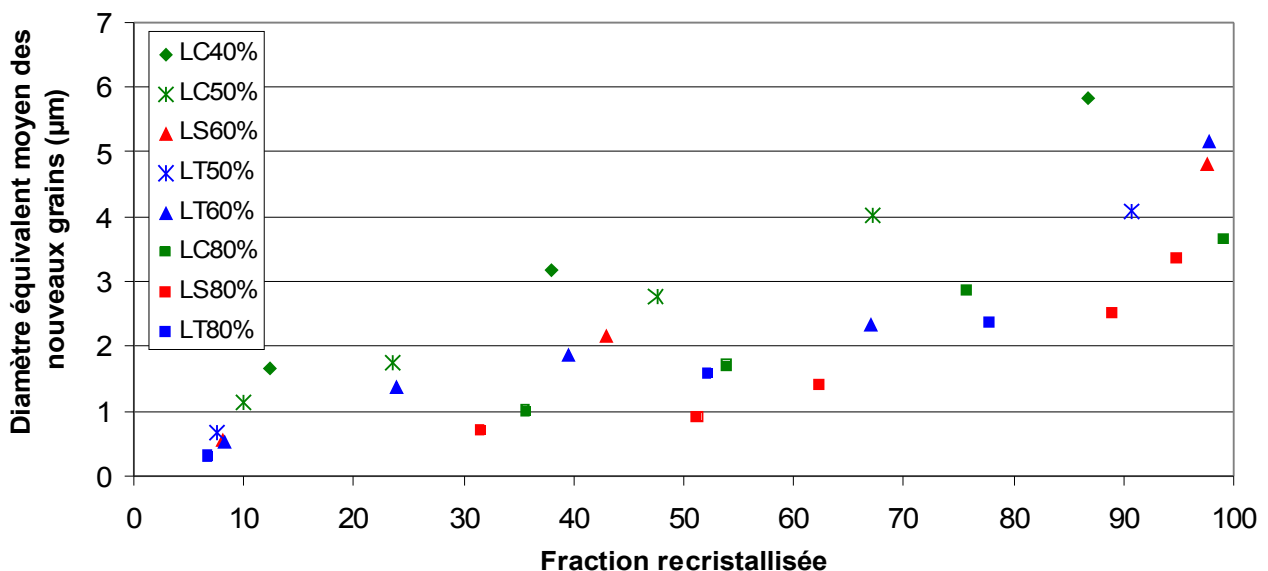


figure 5-2: évolutions de la taille des grains recristallisés au cours de la recristallisation

1.b) Orientations des grains recristallisés

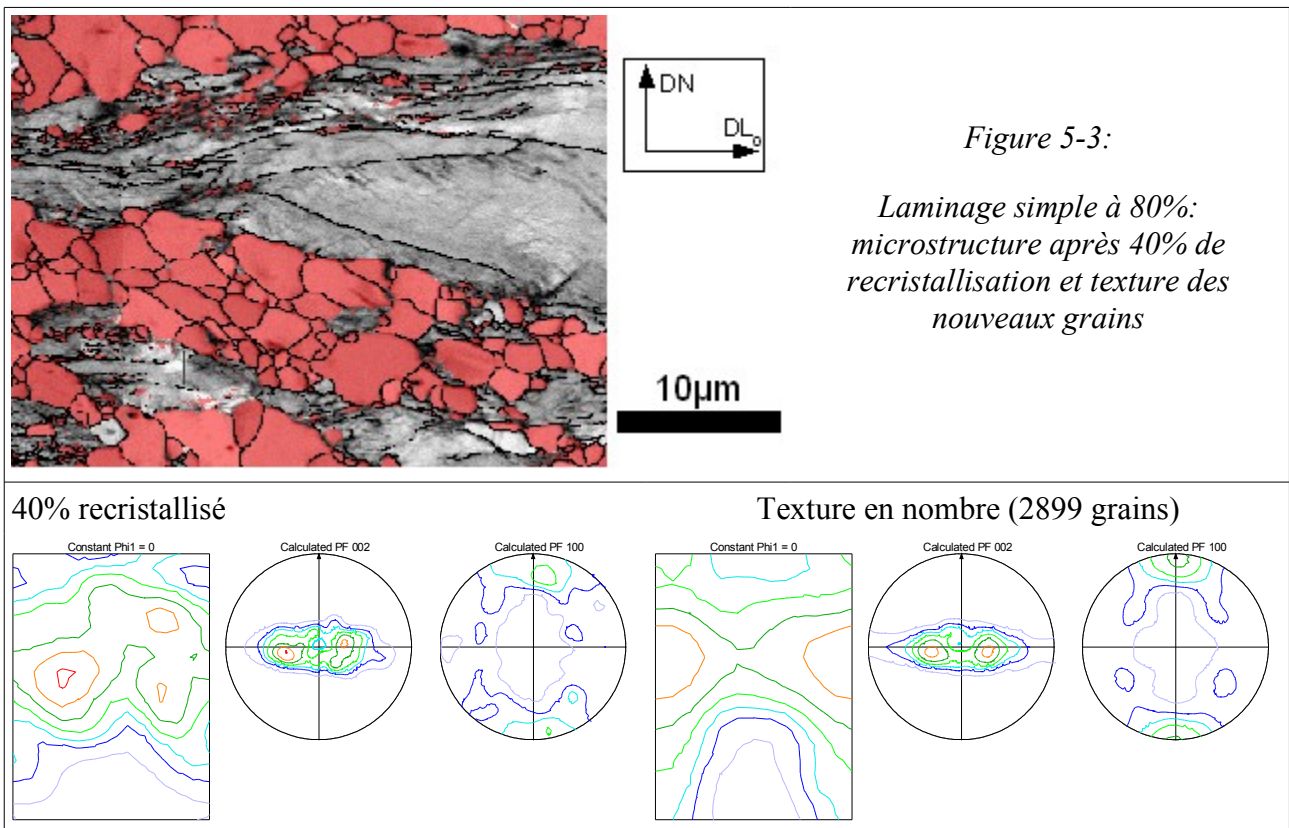
On présente ici les textures des populations de nouveaux grains aux alentours de la moitié de la recristallisation pour les différents cas étudiés.

1.b.1 Laminage simple

Dans le cas du laminage simple à 80%, la texture des nouveaux grains aux premiers stades de la recristallisation semblaient montrer un affaiblissement de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=0^\circ\}$ par rapport à leur texture en nombre, ce qui -malgré le faible nombre de

grains mesurés (<900)- laissait penser que la corrélation taille orientation était déjà présente. Les textures présentées sur la figure 5-3 confirment cela.

À 40% de recristallisation, la texture des nouveaux grains montre des maxima légèrement différents de la composante de déformation. La comparaison avec la texture en nombre indique que les grains dont l'orientation est différente de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=0^\circ\}$ ont un avantage de taille. La microstructure à ce stade est également montrée. On peut y voir des amas de nouveaux grains qui encerclent les grains déformés; sur la partie inférieure du gros grain déformé, un front de recristallisation quasiment rectiligne, ce qui illustre bien la faiblesse de la force motrice pour la croissance des nouveaux grains dans cette zone, et qui rappelle le concept de « geometrical pinning » [Reg01]. À sa frontière supérieure se trouvent des parois lamellaires au sein desquelles on remarque que la germination n'est pas terminée.



La figure 5-4 montre ces mêmes textures dans le cas de réductions plus faibles. Pour 60% de laminage simple on observe une composante de déformation très affaiblie dans la texture des nouveaux grains qui montre, ainsi que précédemment, un avantage de taille des grains d'orientations $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2 \neq 0^\circ\}$.

Dans le cas du laminage simple à 50% en revanche, la texture et la texture en nombre des

nouveaux grains sont très similaires en termes de position et d'intensité des maxima. On note cependant que les composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ et $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ sont légèrement plus importante pour la texture en nombre.

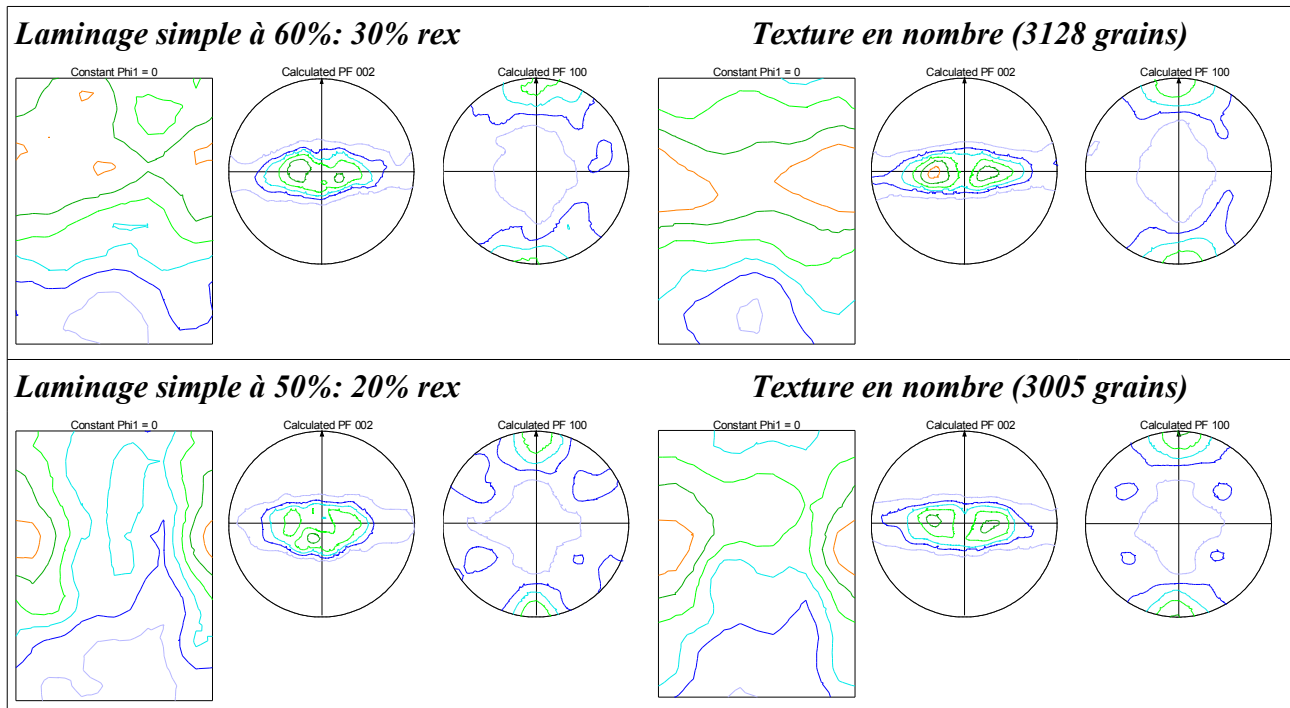


Figure 5-4: Laminage simple à 50% et 60% en cours de recristallisation, textures et textures en nombres des nouveaux grains

1.b.2 Laminage croisé

La figure 5-5 montre un aperçu de la microstructure en cours de recristallisation après 80% de laminage croisé. La section DL_0-DT_0 de la microstructure illustre bien l'effet « pancake » discuté au chapitre 4 pour les grains moins déformés issus du laminage croisé, tandis que la section $DN-DT_0$ montre une répartition des nouveaux grains qui semble plus homogène que dans les cas de laminage unidirectionnel.

La texture des nouveaux grains (déjà montrée au chapitre 4) est également légèrement différente de la texture en nombre, et on peut observer sur les coupes de FDO l'avantage de taille des grains d'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=15^\circ\}$.

Dans le cas du laminage croisé à 50%, l'évolution de texture au cours de la recristallisation affiche un renforcement de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=25^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, par rapport à la texture de déformation qui était très étalée en φ_2 (Fig. 3-6). On peut apercevoir sur la figure 5-6, que la croissance des nouveaux grains semble avantager légèrement les

grains avec $\langle 10.0 \rangle$ proche de DL_0 .

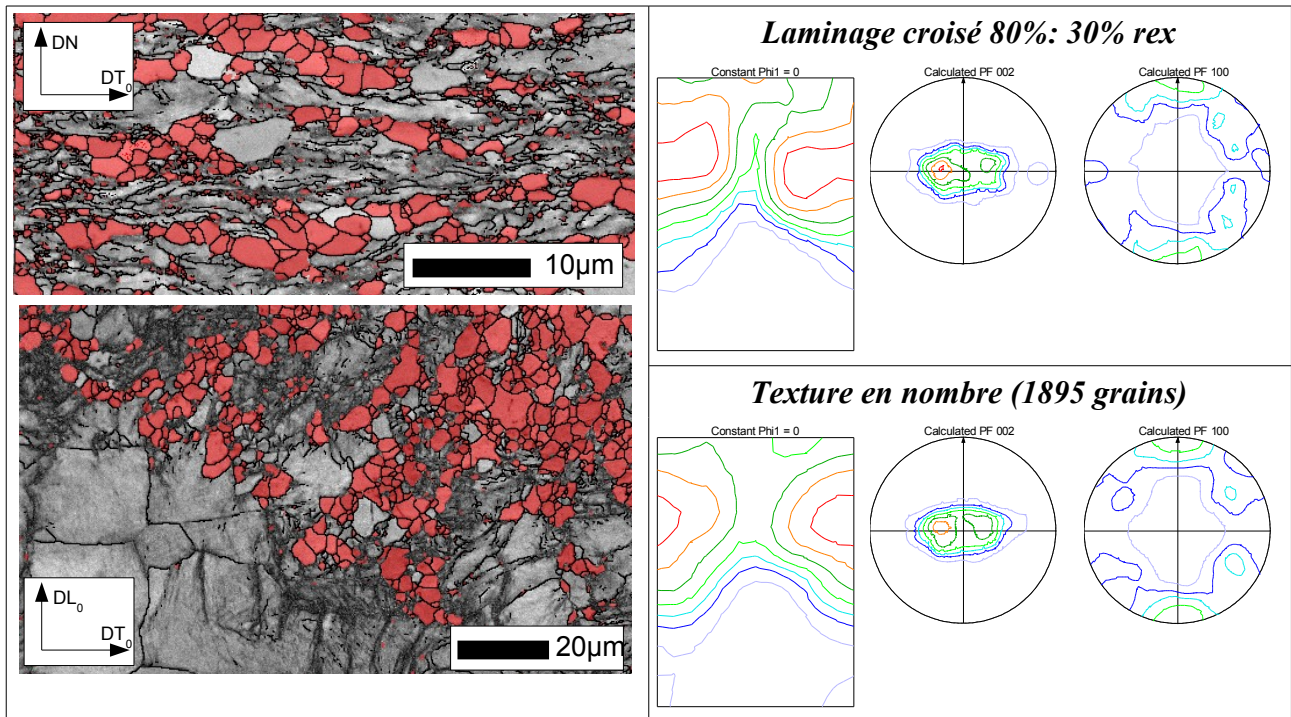


Figure 5-5: laminage croisé à 80%: microstructure, texture et texture en nombre des nouveaux grains à 30% de fraction recristallisée

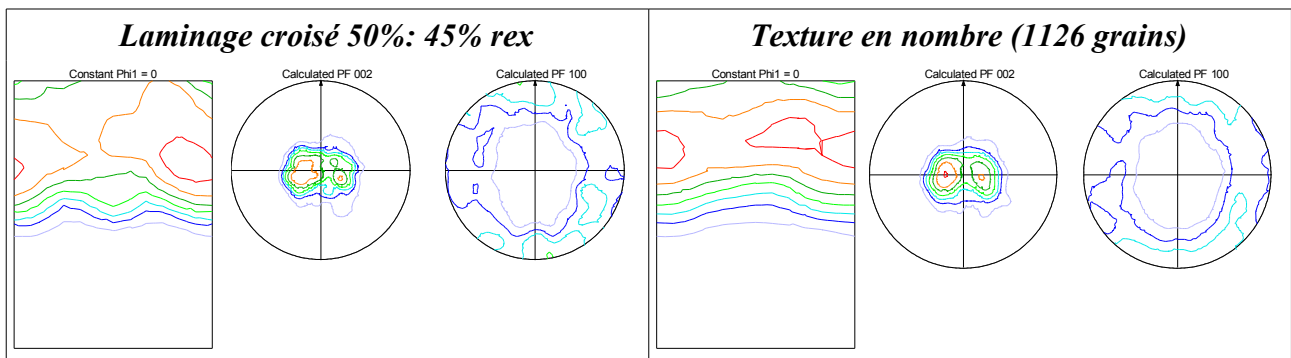


Figure 5-6: laminage croisé à 50% en cours de recristallisation: texture et texture en nombre des nouveaux grains

1.b.3 Laminage transverse

Le laminage transverse à 80% produit une microstructure composée de zones très perturbées et de grains résistant à la déformation. Cette microstructure favorise une recristallisation très localisée et, à 50% de recristallisation la microstructure est composée de chapelets de nouveaux grains entourant les zones de plus faible déformation, comme le montre la figure 5-7.

Il a été montré que le changement de texture est plus rapide dans ce matériau que dans

les matériaux laminés simple et croisé à 80% (Fig. 3-8). On peut apercevoir qu'à ce stade de la recristallisation la texture des nouveaux grains est différente de la texture de la matrice déformée qui subsiste, puisqu'elle montre préférentiellement des orientations de type $\langle 10.0 \rangle // DL_0$ contre $\langle 11.0 \rangle // DL_0$ pour les zones déformées.

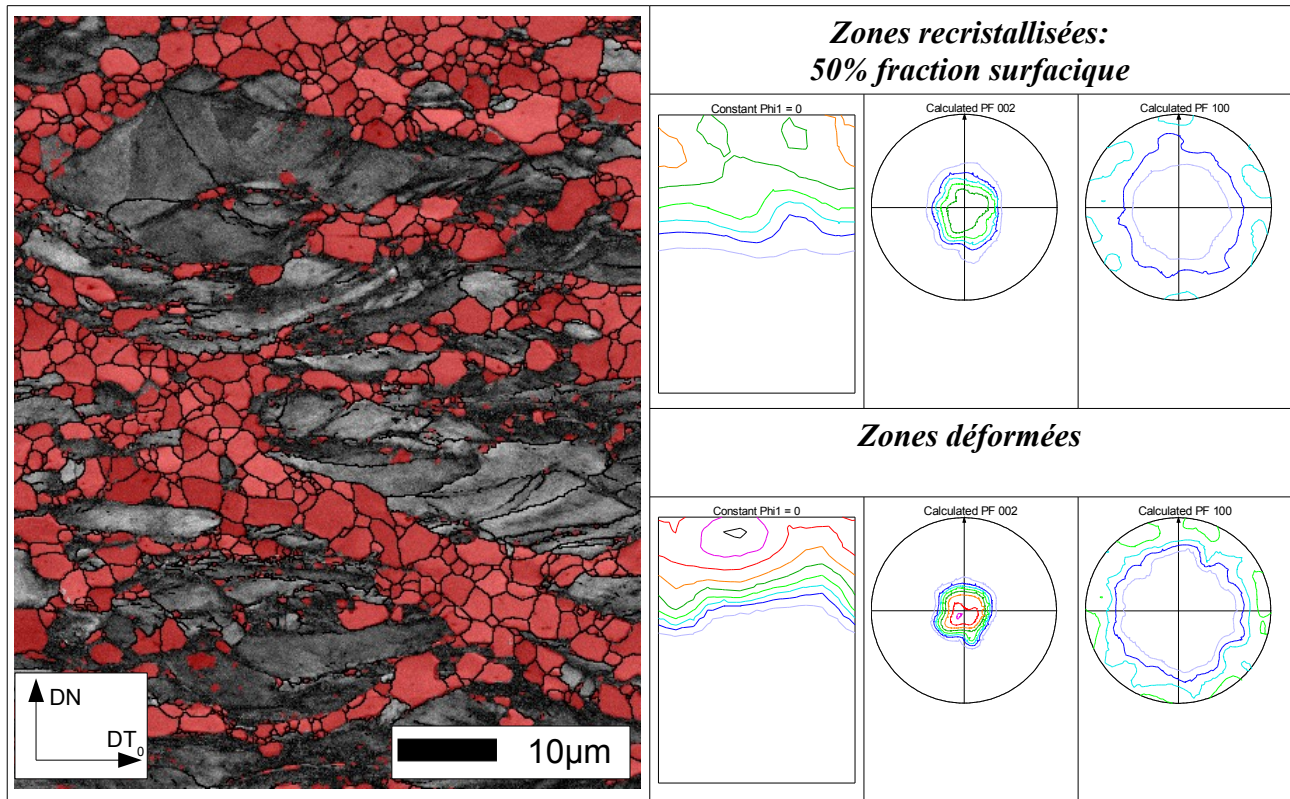


Figure 5-7: Laminage transverse à 80%: microstructure et textures des zones recristallisées et non recristallisées à 50% de recristallisation

1.c) Microstructures en fin de recristallisation

1.c.1 Distributions de tailles des grains

Au cours des derniers instants de la recristallisation, les nouveaux grains ont remplacé presque tout le volume déformé, et adoptent une structure globalement équiaxe typique de la croissance normale de grains.

Les distributions normalisées des tailles de grains deviennent donc plus ou moins semblables, quel que soit le taux, et le mode de déformation, comme le montrent les courbes de la figure 5-8. On note cependant que les distributions sont légèrement plus « étalées » pour les cas à 50% et 60% qu'à 80%, et que les cas de laminage à 40% montrent des dispersions encore plus importantes.

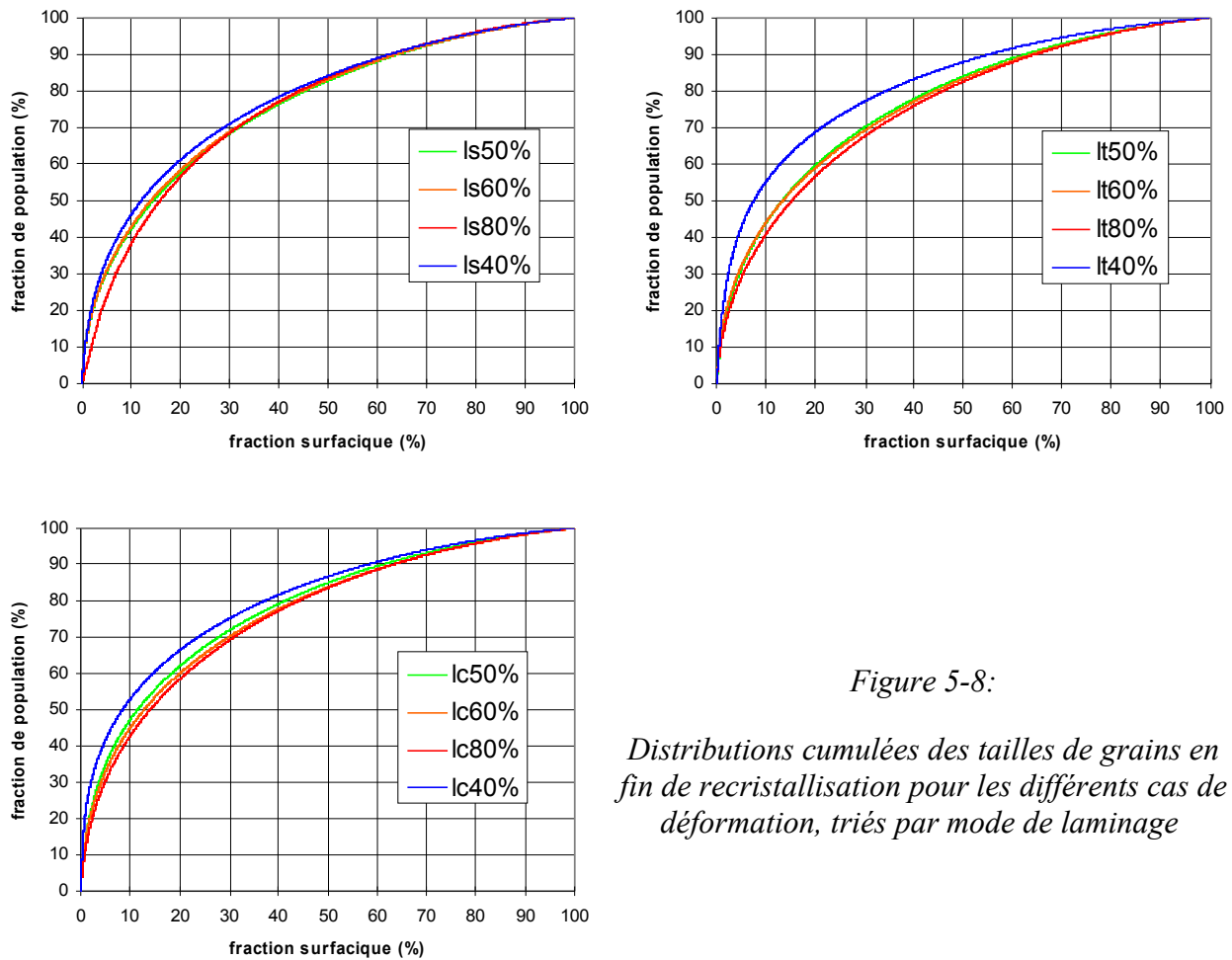


Figure 5-8:

Distributions cumulées des tailles de grains en fin de recristallisation pour les différents cas de déformation, triés par mode de laminage

1.c.2 Caractéristiques des joints de grains

Les distributions de désorientations mesurées (entre les grains) dans les microstructures recristallisées varient en fonction des textures auxquelles elles sont associées.

Quel que soit le mode de déformation préalable, la distribution des désorientations mesurées aux joints de grains est très semblable à celle, décorrélée, calculée à partir de paires d'orientations tirées au sort dans la microstructure.

Ceci peut être vérifié sur la figure 5-9, où on observe par exemple que les cas de laminage croisé à 50% et 80%, qui montrent des textures similaires en fin de recristallisation, présentent des distributions de désorientations presque identiques.

Ces distributions ont comme caractéristique commune de présenter un large maximum autour de 30°, qui peut être plus ou moins resserré selon l'acuité de la texture ou selon la position des maximums des figures de pôles [00.1]. Ainsi le cas du laminage transverse à 80%, qui montre la plus forte concentration de pôles [00.1] // DN, montre également la

plus faible proportion de désorientations supérieures à 30°.

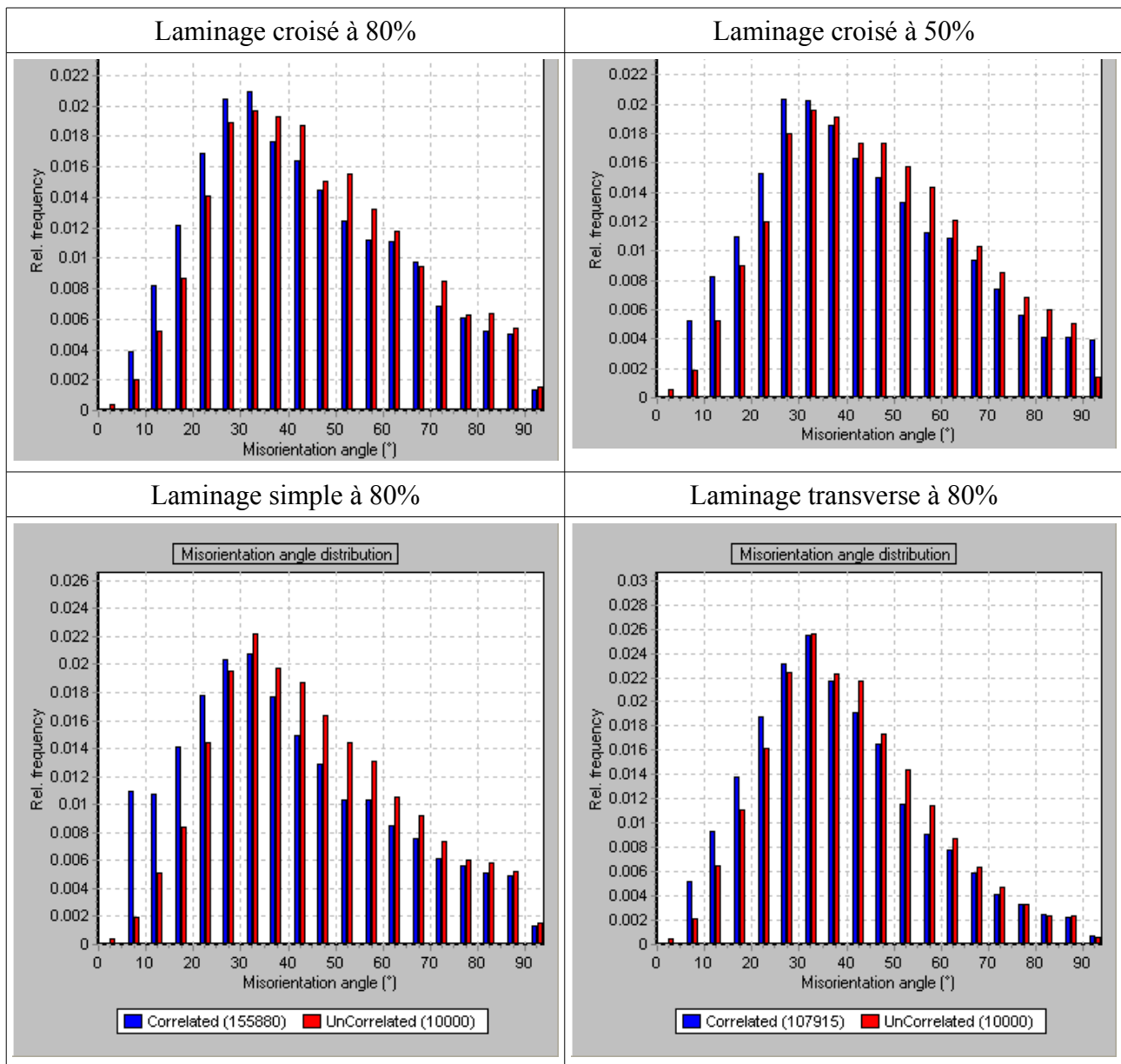


Figure 5-9: Exemples de distribution des angles de désorientations en fin de recristallisation (bleu: corrélé, rouge: décorrélée)

Une autre caractéristique commune à toutes ces distributions est une proportion de faibles désorientations plus importante dans la microstructure que dans les distributions « décorrélées » correspondantes. Ces joints de faibles désorientations peuvent:

- être créés par le réarrangement des dislocations (sous joints) lors de la restauration de zones déformées, qui continue pendant la croissance des nouveaux grains,
- résulter de la rencontre de grains d'orientations similaires, lors de la compétition de

croissance.

Il sera évoqué au cours du chapitre 6 quels types de joints tendent à se développer préférentiellement pendant la croissance de grains dans le Zirconium.

À la vue des distributions de désorientations, la déformation initiale ne semble donc pas avoir une influence significative sur les joints de grains que contiennent les microstructures recristallisées. Toutefois si l'on observe l'aspect topologique des microstructures (Fig. 5-10), on note une différence dans la structure des joints de grains:

- pour les forts taux de déformation, cette structure paraît déjà relativement stable et équiaxe
- pour les faibles taux, beaucoup de joints sont encore fortement courbés et la microstructure n'a pas un aspect totalement équiaxe.

Ces différences topologiques proviennent du fait que la croissance de grains a débuté prématurément dans le matériau déformé à 80%, comme il a été discuté précédemment.

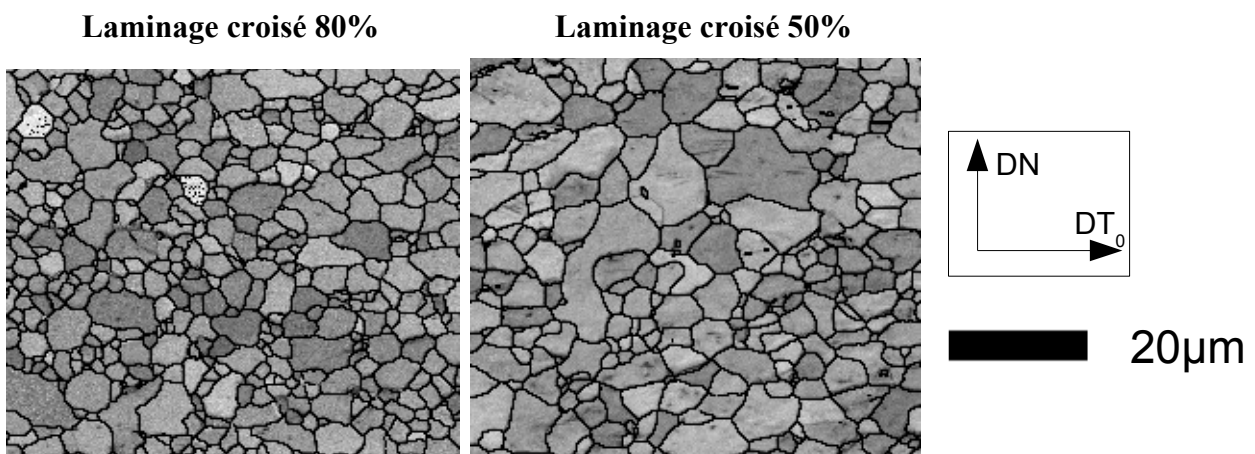


Figure 5-10: microstructure en fin de recristallisation, dans les cas de laminage croisé à 50% et 80%

Il est intéressant de noter que, bien que les distributions de désorientations et les distributions de tailles de grains soient semblables dans les microstructures recristallisées, certaines de ces microstructures sont caractérisées par une corrélation taille/orientation et certaines ne le sont pas.

Nous allons maintenant analyser plus en détail les mécanismes de recristallisation observés dans les différents cas, afin de découvrir l'origine de cette corrélation.

5.2. Observation expérimentale des mécanismes de recristallisation

2.a) Recristallisation continue

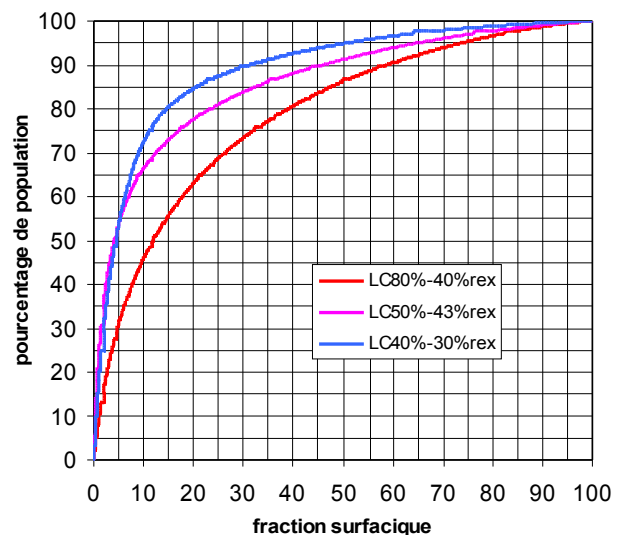
Les distributions de tailles des grains recristallisés au cours du recuit sont un bon indicateur de l'importance relative des phénomènes continus et discontinus qui dirigent la recristallisation [Hum97a].

Dans le cas du laminage croisé, on montre sur la figure 5-11 les distributions cumulées de tailles des grains en cours de recristallisation (30-40% de fraction recristallisée) pour différents taux de réduction.

On aperçoit nettement la différence de dispersion entre les distributions de tailles de ces nouveaux grains, cette dispersion étant plus importante à mesure que la réduction initiale est faible.

On peut lire par exemple que les plus gros grains, correspondant à 15% de la population, occupent 55%, 70% et 80% de la surface recristallisée dans les cas respectifs de réduction à 80%, 50% et 40% de déformation. Dans le dernier cas, une telle fraction implique que ces grains, qui ont des tailles nettement supérieures à la taille moyenne, ont connu une croissance rapide par rapport à celle des autres grains, ou sont apparus beaucoup plus tôt.

Dans le cas du laminage à 80% en revanche, la distribution de tailles est moins étalée, et montre de fortes similitudes avec celle, montrée en figure 5-8, de fin de recristallisation. Dans les cas de fortes déformations, nous savons qu'à ce stade de la recristallisation les premiers grains ont une croissance ralentie par la compétition de croissance, tandis que la germination continue dans des zones d'énergie stockée moindre (qui procure donc une force motrice relativement faible pour leur croissance). Cette situation rend la distribution de taille des nouveaux grains plus homogène que dans le cas des faibles déformations, où



Figures 5-11: Distributions cumulées des tailles des nouveaux grains vers 30-40% de recristallisation, pour le laminage croisé à différents taux, et microstructures correspondantes a) 40%, b) 50% et c) 80% de réduction

la croissance des premiers grains est peu ralentie, comparativement.

Cette croissance plus homogène, dans la mesure où elle suit une germination non orientée, tend à ralentir l'évolution de texture pendant la recristallisation, même dans le cas où une sélection d'orientation s'opère au cours de cette croissance.

Dans les microstructures issues du laminage à 80%, les germes apparaissent en paquets dans les zones très déformées (cf. Fig. 4-8), avec de fortes chances de grossir de manière homogène, ce qui est compatible avec la recristallisation continue. Ces microstructures sont donc défavorables à l'évolution de texture.

Toutefois, pour le laminage simple et croisé à 50%, les tailles des grains sont plus dispersées mais ne s'accompagnent pas d'une évolution de texture plus importante. Il existe donc des mécanismes actifs dans ces microstructures qui permettent la rétention de texture en dépit des vitesses de croissance plus variées des nouveaux grains.

2.b) Restauration poussée

La restauration poussée, ou recristallisation in situ, a été évoquée comme possible mécanisme de recristallisation dans le Zr702 laminé à 80%, essentiellement pour la fin de recristallisation lorsque la cinétique est ralentie et que seuls subsistent les grains moins déformés [Dew06]. Nous avons tenté d'en obtenir la preuve directe par l'utilisation de traitements séquentiels, en observant la disparition de ces grains.

La figure 5-12 résume les observations faites sur un grain déformé par l'entremise de cette méthode. On peut observer que ce grain, qui semble d'abord résister à la recristallisation, finit par se faire envahir par les nouveaux grains. En parallèle, nous pouvons observer que son profil d'orientation est identique en début et en fin d'observation. Toutes nos tentatives d'observer la restauration poussée des grains moins déformés pour ces taux de déformation se sont soldées par le même constat. Cependant, il n'est pas exclu que la restauration poussée se produise, mais qu'il soit impossible de l'observer directement dans nos conditions expérimentales.

En effet, après avoir observé des migrations de joints à la surface libre de l'échantillon, alors que les désorientations continues dans les grains déformés étaient strictement invariantes, nous pensons que la surface libre de l'échantillon piège les dislocations de manière plus forte que les joints de grains, ce qui biaiserait l'information obtenue sur cette surface.

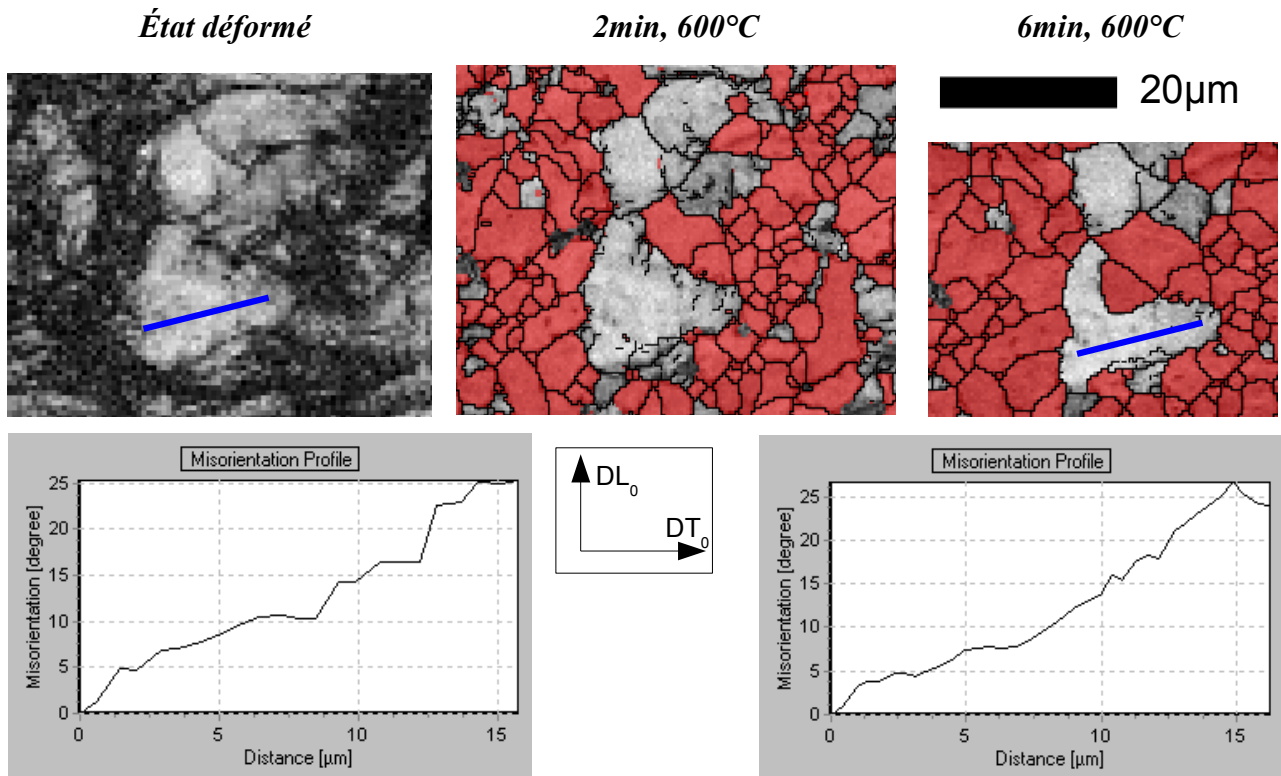


Figure 5-12: traitement séquentiel sur Ic80%: observation en trois étapes de la disparition d'un grain déformé, et profil d'orientation dans ce grain avant et après les recuits

Un indice indirect de l'occurrence de la restauration se trouve dans les profils de désorientation au sein des grains recristallisés. En effet, bien que la précision du dispositif d'EBSO soit de l'ordre de 1° , on trouve dans certains grains recristallisés des profils de désorientations bruités dont l'amplitude peut atteindre 2 à 3° , ce qui les rend difficiles à différencier des grains déformés par le critère de désorientation moyenne. La figure 5-13 rend compte de cette ambiguïté: on y voit une microstructure recristallisée après un faible taux de déformation, dont certains grains montrent une désorientation interne supérieure à 2° . Comme il a été discuté au chapitre 1, le critère de désorientation interne de 2° a été choisi pour différencier les grains recristallisés du reste de la microstructure car:

- dans la plupart des microstructures recristallisées, 90% des grains montrent une désorientation moyenne inférieure à 1° ,
- les grains possédant plus de 2° de désorientation interne sont généralement déformés.

Toutefois, dans cette situation certains grains possèdent une désorientation interne élevée mais pas de gradient d'orientation (Fig. 5-13).

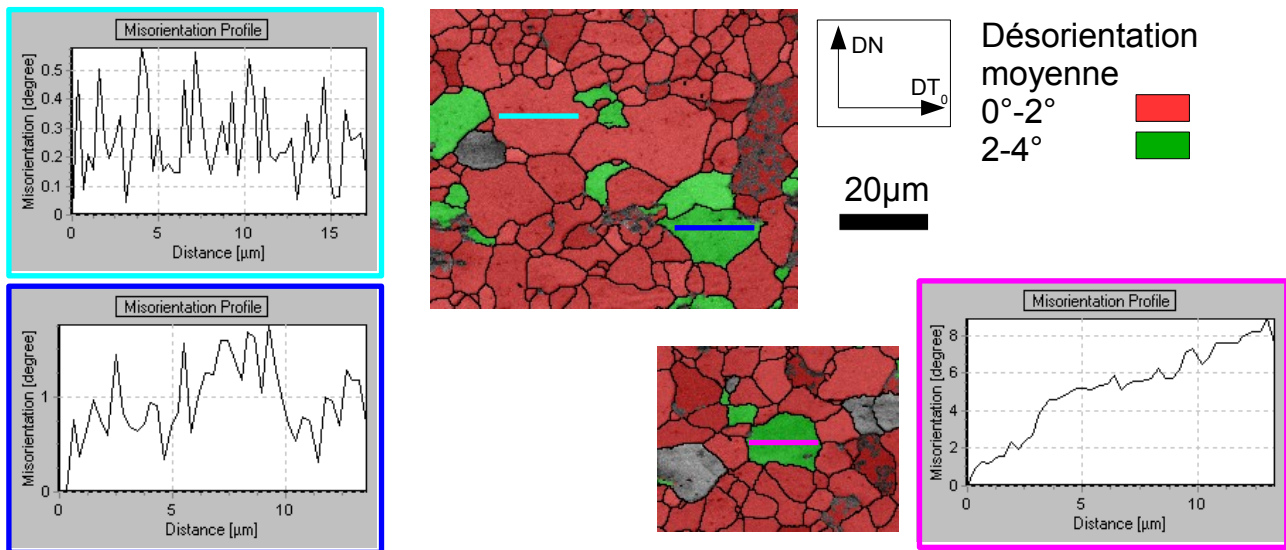


Figure 5-13: cartographie de désorientation interne moyenne en fin de recristallisation après 40% de laminage croisé, et profils de désorientations dans des grains non-déformés (segments bleus), et dans un grain déformé (segment rose)

Au cours de la recristallisation les nouveaux grains se développent par la migration de leurs joints au sein du matériau. Ces joints sont généralement de forte désorientation, et laissent derrière eux un cristal relativement propre de défaut (d'orientation homogène). Or, nous sommes ici en présence de grains non déformés dont la structure interne semble contenir une plus grande quantité de défauts. On suppose alors que ces grains ne se sont pas formés par croissance de germes de recristallisation, mais par restauration. Naka a déjà montré dans le Titane, à travers l'observation in-situ en MET à très haute tension, que certains grains déformés changeaient de structure interne tout en conservant leur orientation [Nak78].

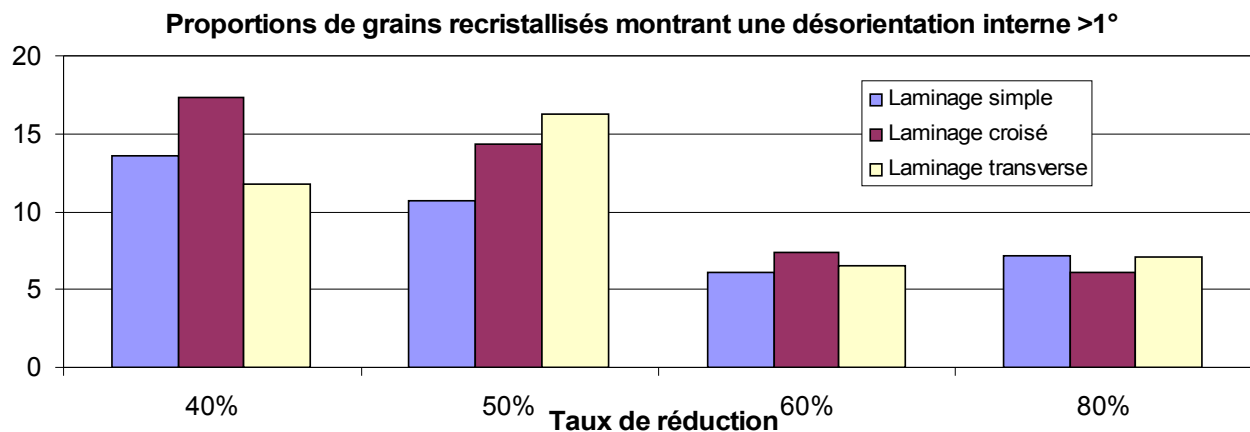


Figure 5-14: Proportions de grains recristallisés présentant une désorientation interne supérieure à 1° dans les microstructures en fin de recristallisation

Comme tentative de quantification de ce phénomène, la proportion de ces grains « mal

recristallisés » est montrée pour toutes les microstructures produites (figure 5-14). Malgré toutes les incertitudes liées à ce type de paramètres (énoncées en chapitre 1), on peut observer comme tendance générale que le nombre de ces grains décroît avec l'augmentation de la déformation initiale. En particulier, on observe une plus grande proportion de ces grains après des taux de réduction de 40% et 50%.

Les dislocations résiduelles responsables de ces désorientations sont également une source d'énergie supplémentaire dans la microstructure. Elles procurent donc une force motrice additionnelle pour la croissance des grains voisins.

Ceci contribue à l'explication de la plus grande dispersion dans les distributions de tailles des grains en fin de recristallisation pour les matériaux ayant subi des réductions faibles, car cette force motrice supplémentaire ne concerne qu'une partie de la population, et contribue donc à creuser les écarts de taille entre les différents grains.

2.c) Croissance des grains dans la matrice déformée

La figure 5-15 montre un exemple de croissance d'un grain recristallisé au sein de la matrice déformée dans matériau laminé croisé à 50%. La croissance de ce grain semble très rapide en regard de celle des grains recristallisés voisins. Ce qui illustre bien la liberté de croissance des grains possédant un voisinage déformé en comparaison de ceux qui rencontrent d'autres grains recristallisés.

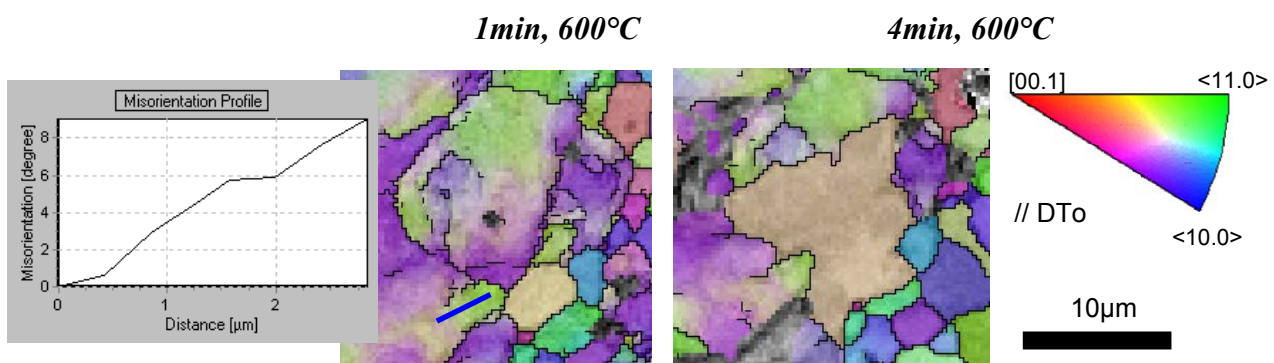


Figure 5-15: traitement séquentiel sur LC50%: exemple de développement exagéré d'un grain recristallisé dans la direction de la matrice déformée

Il est communément admis que la propagation des grains dans les zones de plus forte densité de dislocations s'opère préférentiellement, à condition qu'ils en soient fortement désorientés. Toutefois, le grain montré sur la figure 5-15 semble contourner une zone déformée (en vert) de laquelle il est pourtant désorienté de plus de 20°. Le gradient

d'orientation dans cette zone, montré sur la gauche de la figure, est de $4^\circ/\mu\text{m}$ environ ce qui n'est pas négligeable.

Une fois de plus, nous suspectons l'influence la surface libre sur le phénomène observé. On pense en particulier aux mouvements se produisant sous cette surface, qui ne peuvent être observés.

Dans les microstructures partiellement recristallisées après des taux de réduction intermédiaires, plusieurs cas de recristallisation par SIBM ont été observés. Ce mécanisme, dont un exemple est montré sur la figure 5-16, consiste en l'apparition d'une excroissance s'initiant à l'interface entre deux grains déformés, et possédant la même orientation que le grain dont elle est issue [Bel77].

La cartographie d'orientation de la figure 5-16 laisse penser que cette protubérance bleue appartient au grain déformé de même couleur, toutefois si l'on regarde les profils d'orientations à l'intérieur du grain on réalise qu'il s'agit bien d'un grain déformé et d'une zone recristallisée, car les gradients de désorientation y sont totalement différents.

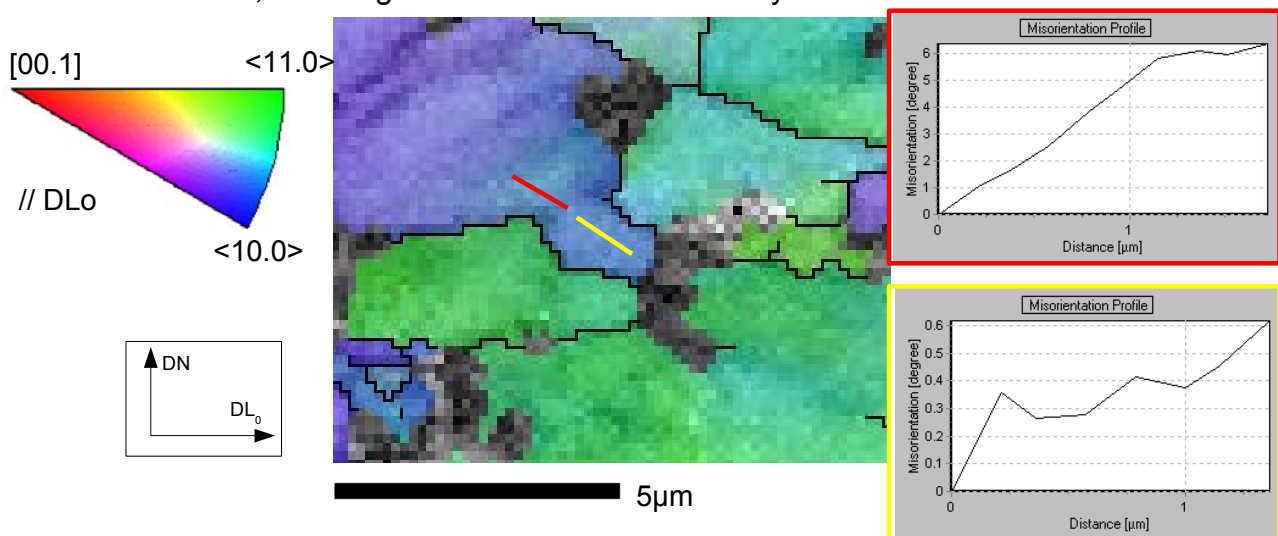


Figure 5-16: exemple de recristallisation par SIBM détecté dans le lc50 recristallisé à 10% (note: différence d'échelle entre les deux profils de désorientation)

2.d) Compétition de croissance entre grains recristallisés

La compétition de croissance de grains commence localement dès les premiers stades de recristallisation, lorsque les nouveaux grains ne sont pas répartis de manière homogène dans la microstructure. Elle est d'autant plus importante que ces grains étaient initialement concentrés et dans ce cas, les grains défavorisés par cette compétition peuvent disparaître avant la fin de la recristallisation primaire.

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

Si l'on tente d'estimer l'importance de cette compétition dans un cas de forte hétérogénéité, alors le laminage transverse à 80% représente un cas d'étude approprié:

- lorsque 50% de ce matériau est recristallisé (1min à 600°C), on observe des amas de grains de taille assez conséquente (dont un exemple peut être observé sur la figure 5-7). La taille moyenne des grains au sein de ces amas est de 2.5 μm .
- la fin de recristallisation primaire nécessite environ 5 minutes supplémentaires à 600°C. Pendant ce temps les cinétiques de croissance de grains [Dew04] prévoient que le diamètre moyen atteindra 3.5 μm dans ces amas (ce qui est proche de la taille moyenne effectivement mesurée dans la microstructure complètement recristallisée),
- le volume des grains augmentant comme le cube du diamètre sera donc, en moyenne, multiplié par 2.7 en fin de recristallisation. En supposant que ces amas complètement entourés de grains recristallisés évoluent à volume constant (hypothèse simplificatrice), le nombre de grains y est donc réduit d'un facteur 2.7, ce qui correspond à une diminution de la population de $(1-1/2.7)=62\%$.

Dans les microstructures très hétérogènes comme celle-ci, à 50% de fraction recristallisée les amas de nouveaux grains peuvent représenter 30 à 40% du matériau. En première approximation, les mécanismes de croissance de grains s'y produisant pourraient donc donner lieu à la réorientation, au maximum, de $0,62 \times 0,40 = 24\%$ du matériau.

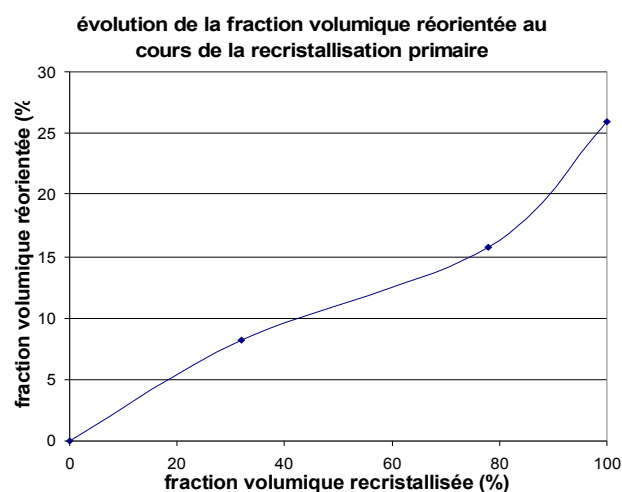


Figure 5-17 cinétique de la réorientation dans le cas du laminage simple à 80% (données de Dewobroto, obtenues à partir de différences de textures mesurées par DRX [Dew04])

La figure 5-17 montre la cinétique de la réorientation au cours de la recristallisation primaire dans le cas du laminage simple à 80%. On peut y lire que la réorientation s'accélère en fin de recristallisation, puisque la moitié du changement total de texture s'opère au cours du dernier quart du processus de recristallisation (en fraction recristallisée).

De plus, les dernières zones déformées sont supposées recristalliser sans changement d'orientation (restauration poussée), l'influence des mécanismes de croissance de grains sur le changement de texture à ce stade de la recristallisation serait donc prépondérant. Dans le cas du laminage simple à 80%, les grains de la composante majoritaire de déformation sont les plus nombreux, ce qui favorise un changement de texture par « orientation pinning » [Dew04], et donc l'affaiblissement de cette composante.

5.3. Discussion: mécanismes jouant un rôle dans l'obtention de l'avantage de taille

La corrélation taille/orientation observée en fin de recristallisation primaire dans certains cas (laminage simple et croisé à plus de 50%) est responsable du changement de texture au cours de la croissance de grains. Cette corrélation, qui consiste en un avantage de taille des grains d'une composante de texture particulière (qu'on notera $g(\text{rex})$), peut avoir différentes origines:

- une hétérogénéité de la densité de germination qui permettrait aux grains d'orientation $g(\text{rex})$ d'apparaître avec une taille plus importante
- une croissance de ces grains favorisée par les différents mécanismes de recristallisation.

Nous allons dans un premier temps présenter une synthèse des mécanismes de recristallisation observés dans les différents cas, puis essayer d'évaluer leurs rôles respectifs dans l'obtention de l'avantage de taille dans le cas de fortes réductions.

Enfin, nous tenterons d'expliquer pourquoi cet avantage de taille ne se produit pas dans le cas de taux de réduction plus faibles.

3.a) Synthèse des mécanismes de recristallisation observés

3.a.1 Mécanismes aidant à la rétention de texture

Les études récentes menées par N. Dewobroto et K. Zhu [Dew04, Zhu06] ont montré que les mécanismes de recristallisation étaient variés dans le Zirconium laminé. L'analyse produite au cours de ce chapitre semble montrer que ces mécanismes agissent dans des proportions diverses en fonction de la déformation initiale.

Les microstructures produites par le laminage à froid sont connues pour être hétérogènes,

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

compris à l'intérieur des grains [Han01]. Les hétérogénéités de déformation, qui se développent avec l'augmentation de la réduction, sont principalement responsables du choix des mécanismes qui contrôlent la recristallisation. La germination se produit préférentiellement dans les zones les plus déformées, et engendre des grains dont la croissance n'est pas libre [Hum96].

De fait, les nouveaux grains recristallisés dans les matériaux fortement déformés sont sujets à la recristallisation continue [Hor79]. La recristallisation continue est alors caractérisée par la croissance homogène des nouveaux grains qui, si ils ne possèdent pas d'orientation particulière, aident à retenir la texture de déformation.

La texture des parties les plus déformées des microstructures de Zr fortement laminé n'a pu être mesurée directement par EBSD jusqu'à présent, mais il a été établi indirectement (au vu des germes qui y apparaissent) que les orientations qui y coexistent ne constituent pas une texture différente de la texture globale [Dew04, Zhu06, Nak78].

L'occurrence de la recristallisation continue dans la microstructure est liée à l'étendue des zones très fragmentées dans lesquelles elle se produit, et donc peut être reliée au taux de déformation initial. Toutefois, malgré la faible fraction de ces zones dans les microstructures des matériaux laminés simple et croisé de 50% -qui connaissent une recristallisation discontinue marquée du fait d'une croissance non homogène des grains dans la matrice déformée- les textures ont montré une très grande stabilité au cours du recuit.

La rétention de texture s'explique dans ce cas par une plus grande occurrence d'autres mécanismes de recristallisation, comme le SIBM et la restauration poussée.

La SIBM est connue comme ne provoquant pas de changement forts de la texture globale [Doh97b, Hum96]. et d'une manière générale, ce mécanisme est attribué aux matériaux faiblement déformés [Hum96, Bel77]. Dans le cas du Titane, Naka a montré qu'il était prépondérant lors de la recristallisation d'échantillons laminés à 40% de réduction [Nak78].

L'activité du SIBM est difficile à quantifier expérimentalement, toutefois nous avons plus fréquemment observé ce genre de mécanisme lors de l'observation d'échantillons laminés simple et croisé à 50%, les autres microstructures étant moins favorables à l'apparition de ce mécanisme:

- pour les matériaux déformés à 40%, les observations ont principalement montré la

germination aux joints de grains, par croissance anormale des fragments formés par des sous joints (cf. chapitre 4), et s'opérant au détriment des deux grains adjacents,

- pour les matériaux plus déformés, les joints des anciens grains sont plus perturbés, et souvent entourés de zones lamellaires. Au cours de la germination ces zones sont rapidement envahies par les nouveaux grains

La restauration poussée est également suspectée de participer à la rétention de texture au cours de la recristallisation. Le Zirconium, métal à forte énergie de faute d'empilement (240mJ.m^{-2}), est favorable à la restauration car la montée des dislocations y est relativement facile [Der81]. Dans notre cas, l'invasion des dernières zones déformées par les grains recristallisés est ralentie en raison d'une force motrice moindre. Elle peut de plus être gênée par la présence de précipités qui ralentissent la migration des joints de grains [Doh97b]. Ces conditions sont favorables à la restauration poussée de ces zones qui aiderait à créer en fin de recristallisation des grains conservant l'orientation du grain déformé.

Bien qu'il n'ait pas été possible d'en obtenir une preuve directe, les hypothèses concernant le rôle de la restauration en fin de recristallisation sont à présent renforcés par l'observation des microstructures post-mortem (cf. figs. 5-13 et 5-14).

Dans les aciers ferritiques laminés, il a été montré que les grains des fibres alpha et gamma présentent des gradients d'orientation différents [Reg01], dans ce cas la restauration pourrait favoriser la rétention d'une composante particulière, comme c'est le cas pour l'aluminium [Eng99]. Dans le cas du Zirconium faiblement laminé nous n'avons pas observé, pour les grains les moins déformés, d'orientation préférentielle marquée différente de la texture globale. Il est donc attendu que la restauration de ces grains agisse dans le sens d'une rétention de la texture globale.

En plus de la SIBM et de la restauration, les événements de recristallisation symétrique [Luc70] peuvent expliquer également en partie la stabilité de la texture, même dans les cas où la recristallisation procède par migration de joints à forte désorientation. En effet, nous sommes en présence de composantes de texture symétriques, fortement désorientées, ayant strictement les mêmes chances de croître/disparaître.

3.a.2 Mécanismes induisant une sélection d'orientation

Récemment, Sebald et Gottstein [Seb02] dans un travail de modélisation des textures de

recristallisation, ont mis en avant la forte influence de la germination sur la croissance des grains recristallisés. Une des conclusions de ce travail est que:

- si les désorientations des germes avec la matrice déformée sont dispersées, alors la croissance des nouveaux grains dépend fortement des paramètres de mobilité des joints,
- si au contraire, la variété de ces désorientations est faible, alors c'est principalement les valeurs d'énergie stockée qui déterminent la croissance des grains.

En d'autres termes, la croissance orientée d'une population de grains au sein d'une matrice déformée peu texturée est tributaire des propriétés des joints de grains.

D'après Engler, lorsqu'un matériau se déforme sur un système de glissement unique, les orientations des nouveaux grains peuvent être déduites par une simple rotation depuis la texture de déformation [Eng88]. Dans ces conditions, les grains favorisés sont ceux qui ont la « meilleure » relation d'orientation avec le reste de la texture.

Les travaux de Francillette [Fra97] ont établi que le glissement était presque exclusivement prismatique pour le Zr702 dans un cas proche de celui du laminage simple (compression plane).

En effet, il a pu calculer par modélisation que l'activité du glissement prismatique dans ce cas était 4 fois supérieure à celle du glissement pyramidal, ce qui n'est pas le cas en « laminage transverse », où l'activité du glissement pyramidal serait 1.5 fois plus importante que celle du glissement prismatique [Fra97]. Dans le cas de laminage simple, la variété des systèmes activés est donc très pauvre, et les conditions pour la recristallisation sont proches du cas limite exposé par Engler. On pense alors que si un avantage de croissance apparaît, il résulte d'une désorientation favorable.

Les données établies par Francillette peuvent également fournir une explication à la différence de comportement entre le laminage transverse et simple: le plus grand nombre de systèmes de glissement activés aidant à une plus grande variété des germes de recristallisation pour le cas du laminage transverse.

Ces données n'expliquent cependant pas la différence de comportement entre le laminage simple à 50% et à 80%, i.e. l'apparition -ou non-apparition- de la corrélation taille/orientation pour un même mode de laminage.

3.a.3 Importance de la compétition de croissance de grains

Nous avons montré (Fig. 5-8) que les distributions de taille de grains étaient très similaires en fin de recristallisation, alors qu'elles montraient de grandes différences de dispersions au cours de la recristallisation (Fig. 5-11).

Le fait de converger vers des distributions identiques est expliqué par la théorie de Hillert, qui prévoit des allures de distributions invariantes pour une même teneur en impuretés [Hil65]. En effet, lorsque la matrice déformée disparaît, il n'existe plus de différence majeure au niveau des cinétiques de croissance entre les assemblages de grains issus des différents taux de laminage (d'autant qu'ils montrent peu de différences de texture). De fait, les distributions normalisées de taille des grains convergent vers une distribution similaire quel que soit le taux de laminage, à condition qu'il n'y ait plus de force motrice autre que la réduction des énergies d'interfaces.

Après de fortes réductions, la compétition de croissance de grains commence très tôt, et de fait, les distributions de taille après 40% de recristallisation ressemblent déjà fortement aux distributions finales (cf. Fig. 5-11 pour l'exemple du laminage croisé).

Dans le cas de réductions plus faibles, les distributions normalisées au même stade de la recristallisation sont sensiblement plus dispersées, en raison d'une croissance plus libre des grains dans la matrice déformée (Fig. 5-11).

On peut également constater cette plus faible importance de la compétition de croissance dans les microstructures en fin de recristallisation, où la dispersion légèrement plus forte dans les cas de faibles réductions nous indique que les grains n'ont pas été exposés à la compétition de croissance suffisamment longtemps pour posséder la distribution de taille caractéristique de la croissance de grains.

3.b) Origine de l'avantage de taille dans les matériaux fortement laminés

Une étude assez complète des mécanismes de recristallisation a été fournie par N. Dewobroto, à partir de l'étude du laminage simple à 80% du Zr702. Les principales conclusions de cette thèse étaient que la texture était stable en raison d'une germination non orientée, et que l'évolution provenait d'une sélection de croissance résultant du pinning de l'orientation majoritaire.

Plus récemment encore, la thèse de Kangying ZHU a fourni une étude détaillée des

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

mécanismes de déformation et de recristallisation dans un autre alliage de Zirconium (Zr-2Hf). De manière à vérifier l'hypothèse d'une croissance orientée gouvernée par des différences d'énergie stockée, des mesures d'énergie stockée par diffraction des rayons X puis des neutrons ont été entreprises. Les résultats de ces mesures n'ayant pas permis d'établir une corrélation entre l'énergie stockée et l'orientation, Zhu et ses collaborateurs ont alors montré que la qualité des clichés obtenues par EBSD présentaient une corrélation avec l'orientation, ce qui a été interprété comme une corrélation énergie stockée/orientation. Ayant de plus montré que les grains en fin de recristallisation montraient cette caractéristique, ils ont également émis l'hypothèse que le changement de texture en croissance de grain serait dû en partie à une densité de dislocations résiduelle plus importante dans les grains de la composante majoritaire de la texture de déformation. L'idée d'une croissance orientée contrôlée par une énergie stockée résiduelle n'est pas contredite par nos résultats expérimentaux et, au contraire, peut donner une explication cohérente à la croissance orientée qui survient dans les cas où les grains recristallisés subissent une compétition de croissance prématurée. Une telle situation avec l'énergie stockée responsable de la croissance d'une composante Goss en fin de recristallisation a été montrée par Bennett dans le cas d'un alliage Fe-1%Si [Ben06]. Dans cette étude, il a été montré que les grains de la composante Goss possédaient des désorientations internes plus faibles que les autres grains, et cette différence de désorientations internes a été attribuée à une différence de densité de dislocations résiduelles, responsable du développement cette composante.

Des désorientations internes importantes peuvent être un bon indicateur de la présence de dislocations résiduelles. Dans le cas du Zr702 fortement laminé, les niveaux de désorientations internes dans les grains recristallisés étaient relativement faibles, et les tentatives de corrélérer leur amplitude à l'orientation des grains recristallisés se sont soldées par le constat que le niveau de ces faibles désorientations, qui résultent en grande partie de la qualité des clichés, sont liées à l'orientation du cristal par rapport au dispositif de mesure (cf. chapitre 1).

Nous avons vu que l'avantage de taille intervient principalement après des taux de réduction importants. Dans ces cas là, les trois stades de la recristallisation -au cours desquels il pourrait hypothétiquement apparaître- sont:

- premièrement: la germination dense dans les zones très déformées,

- deuxièmement: la compétition de croissance, alors que la germination continue dans les zones moins fragmentées
- troisièmement: les dernières zones déformées résistent à la fin de recristallisation, et la croissance continue dans le reste du matériau

On a vu que la corrélation taille/orientation apparaît très tôt dans le processus. On rejette donc l'hypothèse du seul avantage de croissance dans les dernières zones déformées en fin de recristallisation. Et comme les premiers germes dans les zones très déformées reproduisent qualitativement la texture de déformation, l'avantage de taille ne peut se produire qu'au cours de la deuxième étape, soit:

- les grains avantagés apparaissent dans les premier amas, au sein desquels ils croissent avec plus de facilité par rapport aux autres grains ou,
- ils apparaissent plus tard, dans les zones ou la germination est moins dense, ce qui leur procure plus d'espace pour grossir.

La densité de germination est généralement corrélée à l'énergie de déformation stockée localement. Pour les matériaux cubiques, la corrélation entre énergie stockée et orientation a été établie pour divers modes de déformation. Les aciers à bas carbone, par exemple [Reg01], ou l'aluminium [Gui04], montrent une classification énergétique des différentes composantes de texture qui explique bien l'évolution de la texture globale. En outre, des mécanismes de recristallisation différents peuvent parfois être attribués à ces composantes [Ker84].

Cette dépendance entre orientation et mécanisme de recristallisation n'a jamais été observée à notre connaissance dans le cas des métaux hexagonaux comme le Zirconium et le Titane, et la corrélation entre énergie stockée et orientation n'a pas pu être vérifiée de manière univoque par le passé. En outre, nous avons comparé les orientations des grains naissant dans les zones à forte densité de germination et celles des grains bordant les zones moins déformées, et n'avons constaté aucune différence majeure. Nous sommes donc fort probablement en présence d'un phénomène de croissance orientée causé par un avantage de croissance des grains de la composante $g(\text{rex})$, qui dans ce contexte peut avoir différentes origines:

- croissance plus rapide dans la matrice déformée,

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

- avantage de croissance parmi les autres grains recristallisés.

Pour les forts taux de réductions, quand l'avantage de taille apparaît, les quantités de grains soumis à de la croissance pure ou avoisinant des zones déformées sont à peu près équilibrées. Dans le cas du laminage croisé à 80% par exemple, après 30% de recristallisation, on a mesuré 5535 grains recristallisés dont 2523 n'ont pas de frontières avec les zones déformées.

Cependant, mêmes les grains ayant une frontière avec la matrice déformée sont concernés par la compétition de croissance, car ils partagent généralement plusieurs frontières avec les autres grains recristallisés. De ce fait, si l'on s'intéresse à la quantité de joints dans ce même exemple, on trouve 9130 μm de joints de grains à l'intérieur des amas contre 5150 μm à leurs frontières.

Les figures 5-13, 5-15 et 5-17 illustrent cette situation. On y observe des chapelets de grains dont les frontières peu courbées semblent indiquer que leur capacité d'expansion dans les zones déformées sont limitées, et que les autres grains apparaissant dans le voisinage vont probablement croître jusqu'à les rencontrer, provoquant ainsi des amas de plus en plus gros.

De fait, on pense que la compétition de croissance inter-grains joue un rôle primordial dans l'apparition de la croissance orientée. La sélection de croissance est dans ce cas induite par les propriétés des joints de grains, en particulier une plus grande vitesse de migration des joints entourant la composante g(rex).

Une plus grande vitesse de ces joints pourrait être liée à la nature spéciale du joint (type CSL) comme il a été mentionné dans les travaux de Zhu [Zhu06]. Dans ce cas les joints de types $\Sigma 13$, si ils avaient une forte mobilité, permettraient aux grains d'orientation $\langle 11-20 \rangle_{DL}$ de croître rapidement dans les grains d'orientation $\langle 10-10 \rangle_{DL}$. Les grains de cette dernière composante étant plus nombreux sont désavantagés par cette mobilité, puisqu'ils ont de plus fortes probabilités de posséder des voisins d'orientation proche de la leur, ce qui crée un orientation pinning [Juu95, Doh97]

Le rôle d'une telle relation paraît peu crédible dans le cas de la croissance des grains au détriment de la matrice déformée car on ne sait comment la relation d'orientation « parfaite » peut évoluer dans un cristal avec un gradient d'orientation [Hum96]; cependant il n'est pas exclu qu'elle puisse donner un avantage ponctuel au début de la

recristallisation à certains germes [Zhu06], ou jouer un rôle au cours de la compétition de croissance entre les nouveaux grains.

Toutefois, la relation observée entre les grains les plus gros et la composante majoritaire n'est pas une rotation de 30° au début de la recristallisation. Les différences entre textures et textures en nombre, dans le cas de laminage simple et croisé à 80%, ont montré que les grains avantagés aux stades précoces semblent être d'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=15^\circ\}$ (Figs. 5-3 et 5-5), la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$ étant plutôt détectée dans les gros grains en fin de recristallisation (Fig. 3-9)

Ce changement d'orientation graduel semble donc plus vraisemblablement lié à la texture qu'à une propriété de joints de grains spéciaux. En effet, on observe de manière claire un désavantage pour la composante majoritaire de texture mais il n'est en revanche pas établi avec certitude que la composante favorisée soit la même depuis la germination jusqu'à la croissance de grains. Nous sommes alors amenés à penser que la croissance avantage les grains suffisamment désorientés de la composante de déformation, puis des composantes qui deviennent majoritaires par la suite.

Cette explication est également satisfaisante au regard de l'absence de croissance orientée dans le cas de laminage à 50%. En effet, à l'état déformé ce matériau est caractérisé par:

- une fraction beaucoup plus faible des zones très déformées (cf. chapitre 4),
- une texture beaucoup moins marquée (cf. chapitre 3)

Nous avons montré que la faible importance des zones déformées permettait une germination mieux répartie dans la microstructure, qui procure aux grains une plus grande liberté de grossir au sein de la matrice déformée. Cette relative absence de compétition de croissance, à laquelle s'ajoute une texture de déformation peu marquée, permet aux grains de la composante $\langle 10.0 \rangle // DL$ de grossir sans être trop désavantagés par leur caractère « faiblement majoritaire », ce qui permet une bonne reproduction de la texture par les différentes populations de grains recristallisés.

5.4. Conclusions

Ce chapitre nous a permis de mettre en évidence les caractéristiques d'évolutions des microstructures pour quelques cas choisis parmi les matériaux étudiés. Il a été mis en

Chapitre 5: Mécanismes de recristallisation

avant que le taux de réduction joue un rôle primordial dans le choix des mécanismes de recristallisation.

La grande stabilité de la texture au cours de la recristallisation s'explique notamment par la prédominance des mécanismes de la recristallisation continue, qui s'exprime par:

- la recristallisation in-situ des zones très déformées dans le cas des fortes réductions,
- la restauration poussée des grains moins déformés dans le cas de faibles taux de laminages.

En addition, le mécanisme de SIBM a été montré plus actif après des taux de réductions intermédiaires.

Nous avons également expliqué en partie l'origine de la corrélation entre taille et orientation qui survient dans le cas des fortes réductions:

L'analyse des orientations des nouveaux grains a montré que cette corrélation résulte d'une croissance orientée, qui semble intervenir dès les premiers stades de recristallisation.

L'importance de la compétition de croissance entre les nouveaux grains dans ces matériaux a été également montrée tout au long du chapitre, et nous pensons à présent qu'elle joue un rôle primordial dans le mécanisme de croissance orientée par l'intermédiaire de l'orientation pinning. En outre, cette hypothèse est compatible avec l'absence de croissance orientée dans le cas de réductions intermédiaires, qui connaissent une compétition de croissance moins importante ainsi qu'une composante majoritaire de texture moins forte.

L'analyse des mécanismes de croissance de grains, et en particulier des mécanismes responsables des changements de texture, va permettre de vérifier ces hypothèses.

Chapitre 6: Croissance de grains

Au cours du chapitre 3, nous avons montré que les évolutions de texture globale étaient variées au cours du recuit des échantillons de Zr702 déformés sous différentes conditions. Les évolutions au cours de la croissance de grains sont analysées plus en détail ici, et nous nous intéressons aux mécanismes qui sont responsables des changements de texture observés.

En premier lieu, nous allons montrer les évolutions de texture dans le Titane commercialement pur, dont la cristallographie est très proche de celle du Zirconium. Nous allons également inspecter les microstructures des échantillons de Zirconium qui ont montré un changement de texture au cours des recuits prolongés.

Enfin, nous tenterons de modéliser l'évolution de texture des premiers stades de la croissance de grains dans le Zirconium, à partir d'hypothèses simples.

Par l'analyse des différents résultats expérimentaux et de la modélisation, nous tenterons d'apporter une explication globale aux évolutions de texture observées au cours de la croissance de grains.

6.1. Observations expérimentales

1.a) Évolutions de textures et microstructure en croissance de grains

Dans un premier temps, nous allons montrer les changements de texture en croissance de grains dans le cas du T40 laminé à 80%. Ce matériau présente un comportement très similaire à celui du Zr702 déformé dans les mêmes conditions [Phi87, Dew04], et va donc nous permettre d'analyser plus en détail l'évolution de texture en croissance de grains survenant directement après la fin de recristallisation qui a été expliquée par la corrélation taille/orientation dans les microstructures recristallisées.

Nous avons vu au cours du chapitre 3 qu'une deuxième tendance dans l'évolution de texture apparaît après un recuit prolongé dans le Zirconium, que nous avons nommé « deuxième étape » de croissance. Nous montrerons dans un deuxième temps les microstructures de ces états de recuit prolongé dans les cas où des changements de texture conséquents ont été observés, afin de comprendre les raisons de ces changements de texture.

1.a.1 Cas du titane commercialement pur

D'après les travaux de Dewobroto [Dew04] les deux différences majeures d'évolutions de texture entre le Titane et le Zirconium laminé simple à 80% sont:

- premièrement, la distribution des pôles [00.1] présente deux pics bien distincts dans la cas du Titane dont l'acuité augmente au cours du recuit, alors que le Zirconium montre une fraction non négligeable, et stable, des orientations basales,
- deuxièmement l'évolution de texture est beaucoup plus lente dans le cas du Titane: on peut constater que la composante $\langle 11.0 \rangle // DL$ devient majoritaire dans le Zirconium quand la taille de grains est multipliée par 2-3 alors que dans le Titane elle ne domine qu'une fois que la taille de grains multipliée par 10-20.

Cette relative lenteur de l'évolution de texture est toute bénéfique pour l'analyse des mécanismes de croissance de grains. En effet, elle permet d'effectuer des examens à des étapes différentes -et clairement distinctes- de l'évolution de texture, ce qui est plus difficile dans le cas du Zirconium où la texture change très rapidement après la fin de recristallisation.

De plus, les travaux menés au LETAM en collaboration avec Grzegorz Sawina, doctorant sous la co-tutelle de l'Institute of Metallurgy and Materials Science de la Polish Academy of Science nous ont amenés à mesurer par EBSD de grandes quantités de données sur des échantillons de Titane recuit, qui peuvent apporter une information non négligeable sur la corrélation entre orientations et tailles des grains.

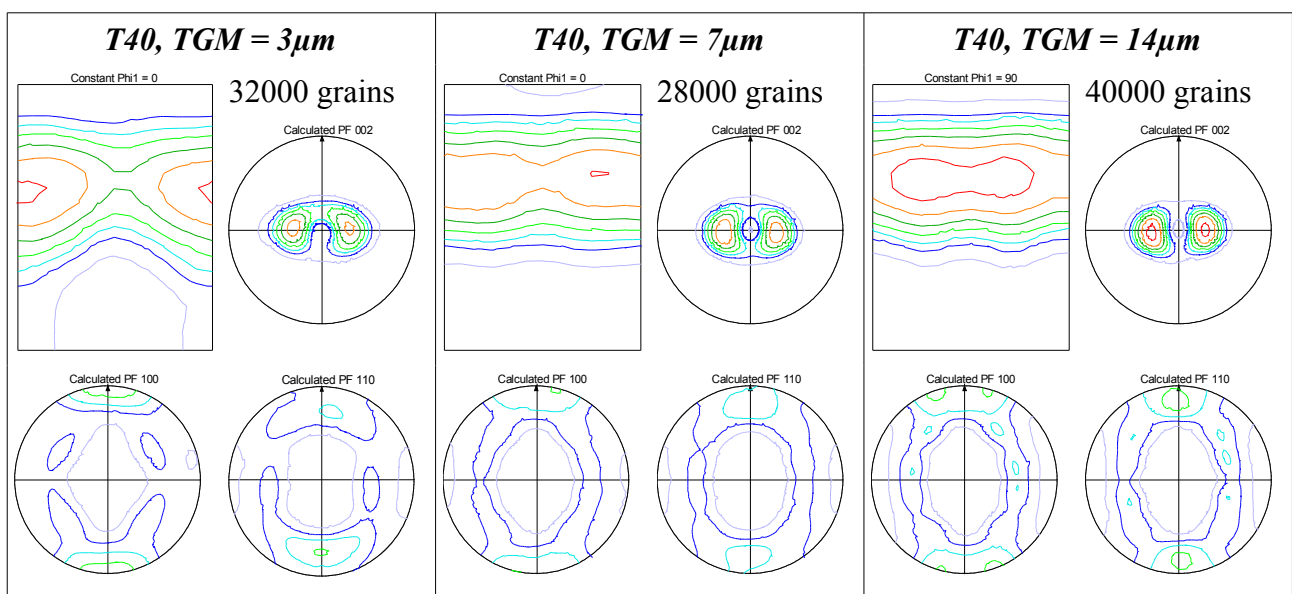


Figure 6-1: évolution de texture mesurées par EBSD au cours de la croissance de grain dans le cas de T40 laminé simple à 80%.

La figure 6-1 résume les résultats de ces mesures en termes de texture globale. L'échantillon de taille de grain $3\mu\text{m}$ est au stade de fin de recristallisation, et le changement de texture observé après $14\mu\text{m}$ n'est pas complet par rapport aux mesures par DRX effectuées par Dewobroto, qui a constaté un renforcement continu de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ jusqu'à une taille de grain moyenne atteinte de $64\mu\text{m}$.

L'observation de cette figure montre que l'évolution de texture consiste en la disparition des composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ suivie d'une rotation progressive de la composante majoritaire depuis la composante de déformation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ vers la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. Sur les figures de pôles, on peut observer que ce changement correspond au remplacement progressif des pôles $\langle 10.0 \rangle$ par les pôles $\langle 11.0 \rangle$ au voisinage de la direction de laminage. Pendant ce temps, sur les figures de pôle $[00.1]$ la composante minoritaire dans le plan (DN,DL) disparaît au profit d'un renforcement des maxima à 30° de DN dans le plan (DN,DT).

La continuité de cette évolution peut également être lue sur la figure 6-2, qui montre les textures des populations de petits et gros grains à chacune de ces étapes. On remarque encore une fois la corrélation taille-orientation qui apparaît de manière évidente, et semble gouverner l'évolution de texture.

Ainsi, on peut observer que la composante majoritaire des grains les plus gros à $3\mu\text{m}$ de taille va devenir la composante majoritaire à $7\mu\text{m}$ de taille, puis sera l'orientation majoritaire des plus petits grains à $14\mu\text{m}$ de taille, alors qu'elle sera supplantée par les grains d'orientation $\langle 11.0 \rangle // \text{DL}$ dans la texture globale. Il est également à noter que la texture des plus gros grains à $14\mu\text{m}$ de taille laisse présager que le renforcement des maxima de la distribution des pôles $[00.1]$ va continuer.

Cette évolution laisse penser que la composante de texture favorisée par la croissance n'est pas toujours la même. Pourtant, si l'on restreint la taille des populations de gros grains utilisées pour le calcul des textures (cf. fig. 6-3), on réalise que les grains de l'orientation finale $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ possèdent déjà un avantage de taille au début de la croissance de grains, puisque l'intensité de cette composante est plus importante dans la texture des grains les plus gros. Cependant, ces grains sont probablement trop peu nombreux pour imposer leur orientation comme maximum de la fonction de texture.

Chapitre 6: Croissance de grains

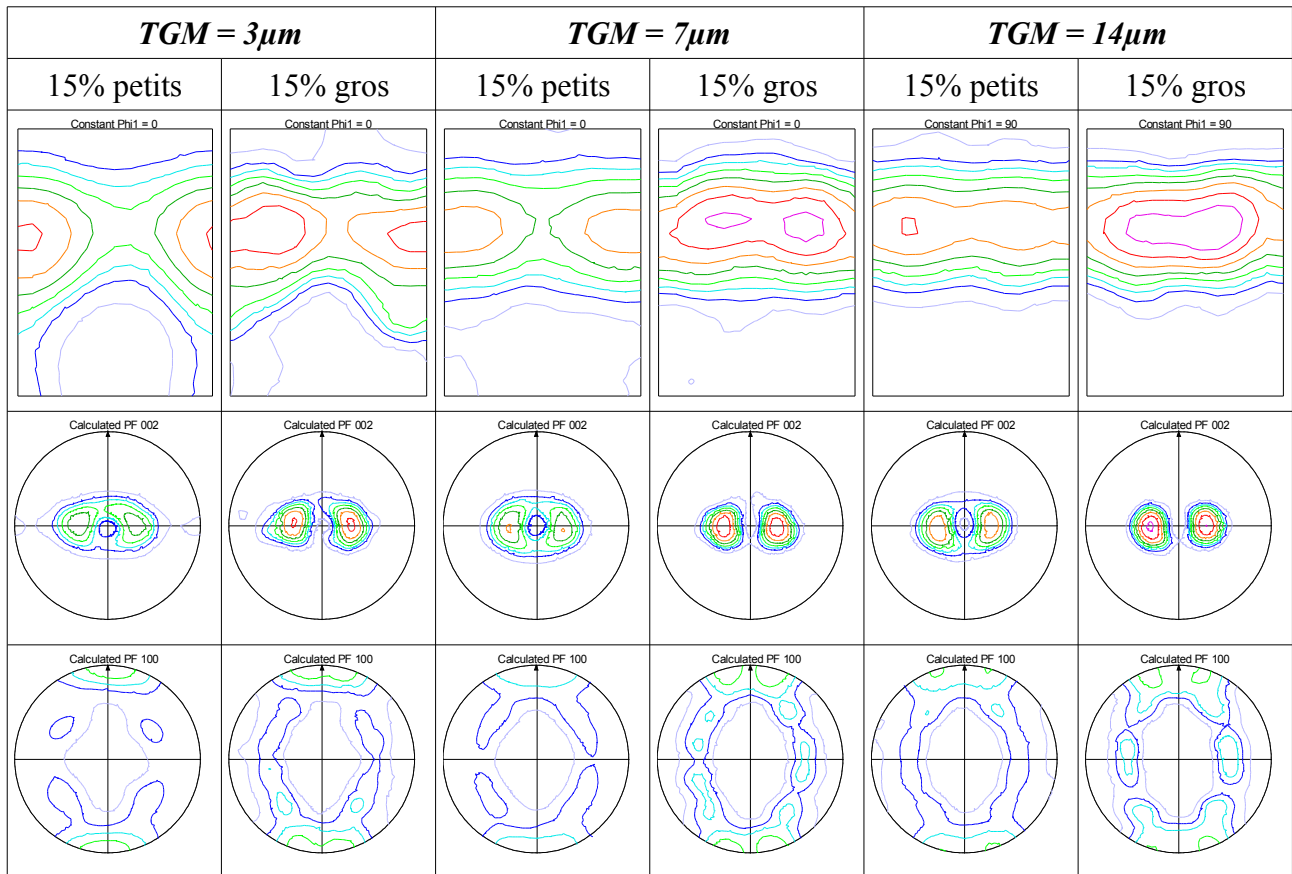


Figure 6-2: T40 lamine simple à 80%: textures partielles basées sur les tailles de grains, pour les 3 étapes présentées en figure 6-1

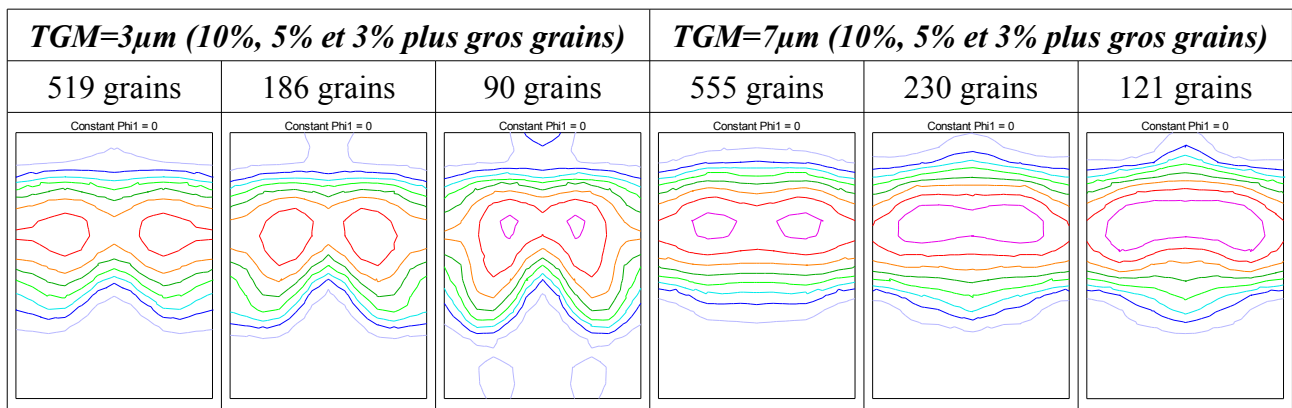


Figure 6-3: T40 LS80: Textures partielles des plus gros grains à 3 μ m et 7 μ m de taille moyenne, basées sur des populations restreintes (note: une symétrie d'échantillon orthorhombique a été appliquée pour permettre une meilleure lisibilité, en raison du faible nombre de grains)

Un rapide calcul permet d'estimer la population à même de provoquer l'évolution de texture:

- entre 3 μ m et 14 μ m, le diamètre moyen des grains est multiplié par un facteur 4.7,
- le gain en volume correspondant est proche de 100, dans un échantillon au volume

constant, le nombre de grains est donc divisé par 100 entre ces deux étapes,

- c'est donc -théoriquement- le 1% correspondant aux plus gros grains de l'étape initiale qui possède les orientations à même de reproduire la texture finale

De fait, pour prédire l'évolution de texture à partir de la microstructure recristallisée, l'obtention de 1000 grains finaux nécessite la mesure d'un million de grains initiaux. Les dispositifs de mesure actuels ne nous permettent pas d'obtenir une telle information en un temps raisonnable.

Cette évolution de texture très lente peut en revanche nous aider à mieux comprendre le mécanisme de sélection d'orientation: en particulier, l'influence d'une désorientation spéciale (type CSL ou autre couple axe/angle de forte mobilité) paraît improbable, du fait du déplacement très progressif des maxima de la fonction de texture au cours de la croissance.

1.a.2 Recuits prolongés du Zr702

Les figures 3-5 à 3-8 puis 3-12 à 3-14 du chapitre 3 ont détaillé l'évolution de texture globale de façon systématique dans les cas étudiés. On a pu observer notamment que dans le cas de réductions à 40%, les textures développées après la recristallisation primaire étaient très stables, c'est pourquoi elles ne seront pas revues en détail ici.

Parmi les autres cas, principalement deux types d'évolutions de texture coexistent qui peuvent être approximés par:

- rotation de la composante majoritaire de 30° autour des axes [00.1],
- rotation des axes [00.1] de la composante majoritaire vers la direction normale de la tôle.

Nous montrons ici les microstructures correspondantes à ces états de recuit prolongé.

Laminage simple à 80%

Les résultats énoncés dans la thèse de Dewobroto dans le cas du Zr702 laminé simple à 80% ont montré que l'évolution de texture en croissance normale de grains consistait majoritairement en une rotation de 30° de la composante majoritaire autour de l'axe <c>. Des recuits entrepris à 800°C (Température de transus=856°C) ont également montré que la croissance anormale était possible, et qu'elle entraînait le développement des

Chapitre 6: Croissance de grains

orientations proches de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ [Dew04]. Cette croissance anormale avait alors été attribuée à la haute température à laquelle les échantillons étaient préparés, qui aurait permis la dissolution des précipités.

La figure 6-4 montre un aperçu de la microstructure obtenue après 24h de traitement thermique à 700°C pour le même matériau. On y aperçoit clairement des grains ayant grossi anormalement dont le diamètre approche 10 fois le diamètre moyen du reste de la microstructure.

La texture de ces grains anormaux est également donnée, et on peut lire que leur orientation préférentielle est $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$, ce qui est cohérent avec les données de Dewobroto. On peut dès lors affirmer que la croissance anormale dans ce matériau peut se produire à des températures plus faibles que 800°C.

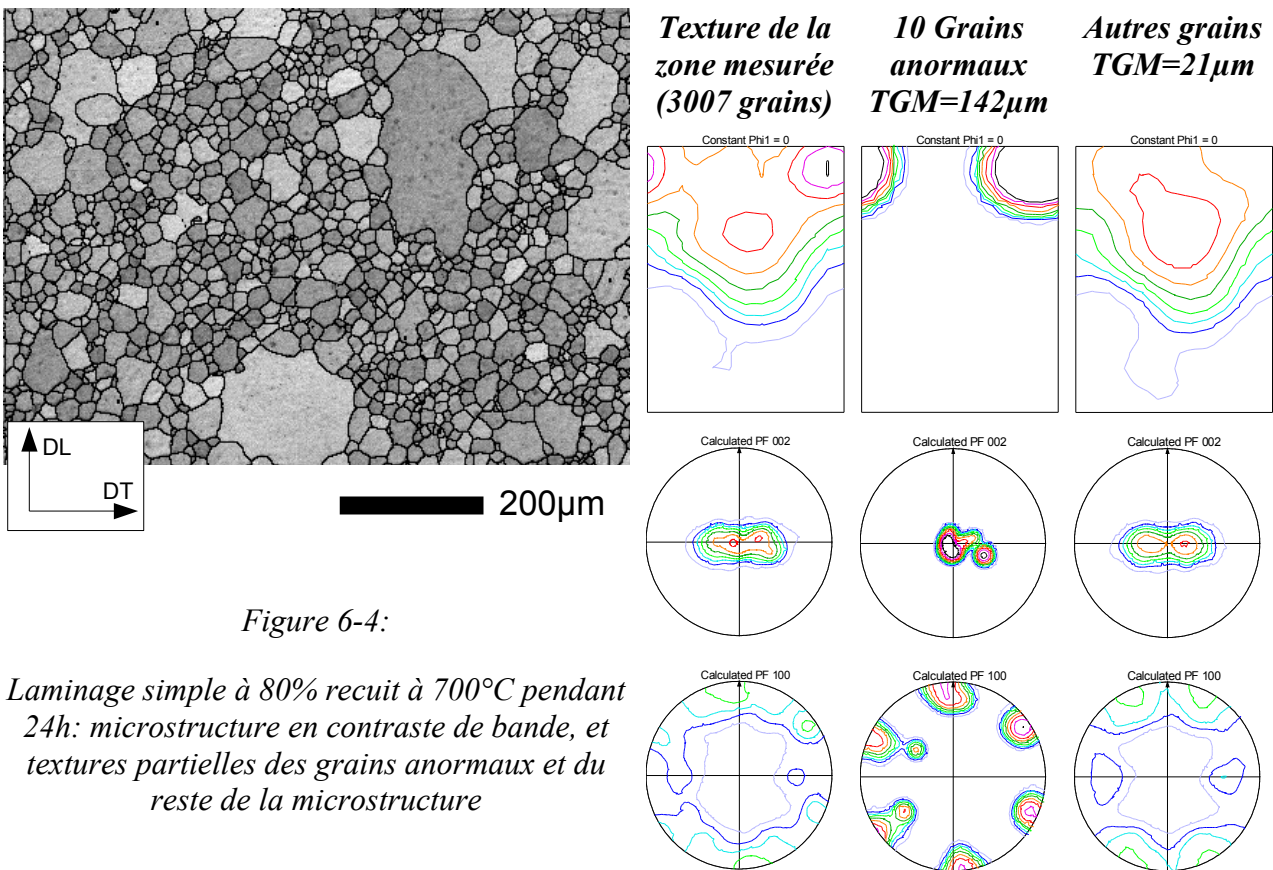


Figure 6-4:

Laminage simple à 80% recuit à 700°C pendant 24h: microstructure en contraste de bande, et textures partielles des grains anormaux et du reste de la microstructure

Nous avons montré au cours du chapitre 3 que la texture de ce matériau était plutôt stable après un recuit prolongé -en terme de position $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ des maxima- mais que la fraction volumique de la fibre basale augmentait notablement. Il est à présent établi que la cause de cette augmentation est la croissance anormale des grains d'orientation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

Laminage croisé

La forte texture basale développée par les grains anormaux dans les conditions pré-citées a été également mesurée dans la texture des échantillons issus du laminage croisé à différents taux.

Dans le cas du laminage croisé à 50%, la texture -qui avait peu évolué après 8h de traitement thermique à 700°C- voit apparaître la croissance de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ dont l'intensité égale celle de la composante de recristallisation $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ après 24h de traitement. Cette composante étant la même que celle développée dans le cas de croissance anormale énoncé précédemment, on s'intéresse à la microstructure et aux textures partielles des deux états de recuits afin d'établir si le changement de texture est dû à la croissance anormale.

La figure 6-5 montre les textures des populations de petits et gros grains qui composent ces microstructures. On peut constater de légères différences entre ces textures, pour les deux conditions de recuit, probablement dues aux poids « excessifs » de quelques grains. Le changement de texture semble donc pouvoir être assimilé à la disparition graduelle des orientations $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20^\circ, \varphi_2=20-40^\circ\}$, suivie d'un développement progressif de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$. L'examen des microstructures n'a montré aucun signe évident de croissance anormale dans ce cas, les distributions de taille de grains sont exposées dans la section suivante (Fig. 6-11).

L'évolution de texture au cours de la croissance de grain après 60% de laminage croisé est différent des autres cas, dans le sens où les textures globales ont clairement montré deux évolutions consécutives consistant en des rotations de 30° autour du même axe [00.1], la combinaison de ces deux rotations résultant en une texture à 24h de recuit qui est proche de la texture initiale.

La figure 6-6 illustre l'évolution de texture et de microstructure mesurée par EBSD après 16h et 24h de recuit à 700°C pour ce matériau. On observe à présent la croissance anormale des grains, qui se produit ici après 16h de traitement thermique. La différence entre la texture des petits et des gros grains dans ce matériau montre bien que cette croissance anormale est responsable du deuxième changement de texture, et l'orientation développée dans les grains anormaux est une fois encore la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

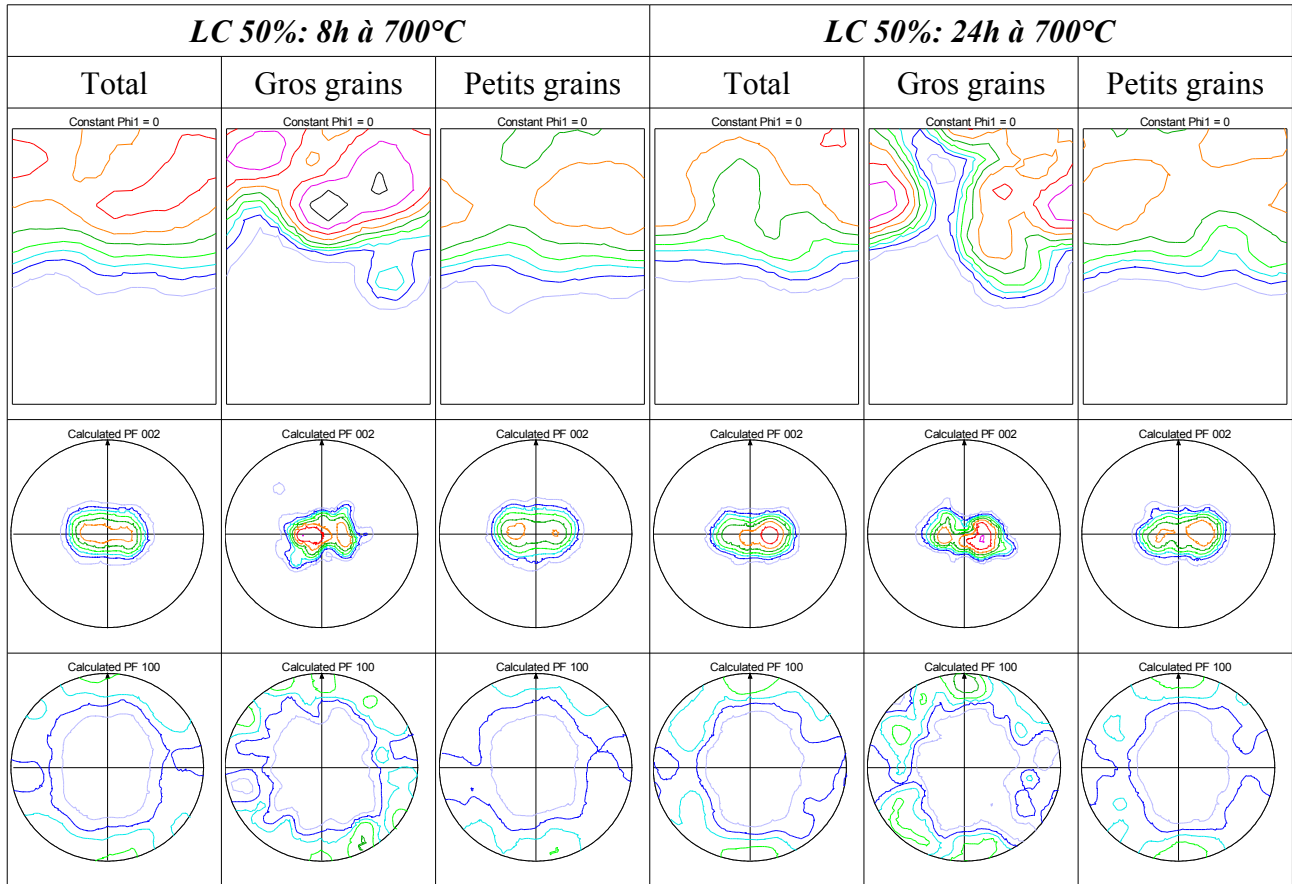


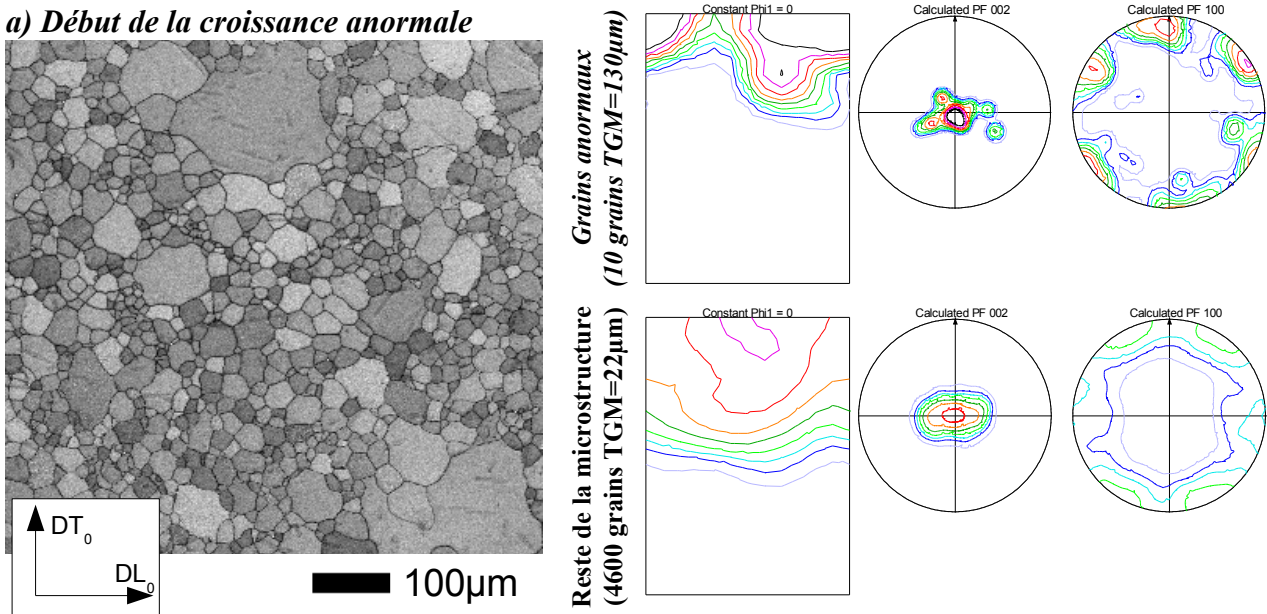
Figure 6-5: textures mesurées par EBSD dans le cas du laminage croisé à 50% après croissance de grain (les populations partielles représentent 15% de la surface mesurée)

Lorsque cette recristallisation secondaire est achevée (24h), la texture globale du matériau est $(00.1)\langle 10.0 \rangle$. Cette texture semble stable puisqu'il n'y a plus de différence observable entre les orientations des petits et des gros grains.

Cette double rotation autour de l'axe $[00.1]$ n'a pas été observée dans le cas du laminage croisé à 80% de réduction, pour les mêmes conditions de recuits. En termes de modification de texture globale, la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ se développe par rapprochement des axes $[00.1]$ vers la direction normale de la tôle entre 8h et 24h de recuit à 700°C . La figure 6-7 montre la microstructure obtenue après ce dernier traitement thermique. La croissance anormale semble s'y produire de la même façon que dans les exemples précédents. En particulier, on remarque la forte similitude avec la situation du laminage simple à 80%, puisque l'orientation des grains anormaux est différente de la composante globalement majoritaire -ce qui signifie que la croissance anormale débute et que le changement de texture globale n'est pas achevé. On peut donc prédire pour des recuits encore plus longs que l'évolution de texture sera similaire à celle montrée

précédemment (60% de réduction).

a) Début de la croissance anormale



b) après la croissance anormale

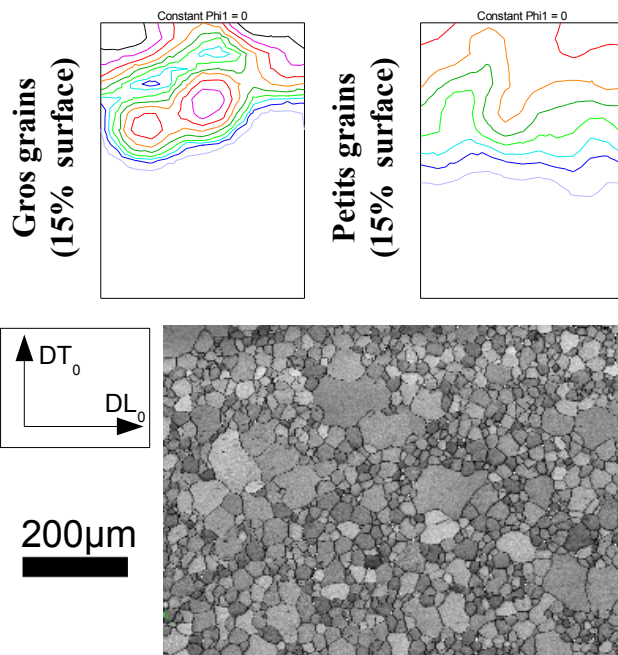


Figure 6-6: croissance de grains dans le cas du laminage croisé à 60%:

a) microstructure après 16h de recuit à 700°C et texture des grains anormaux,
 b) textures des petits et gros grains après 24 de recuit à 700°C

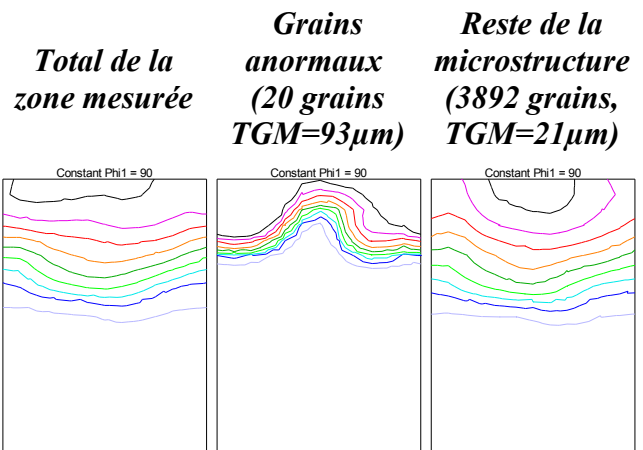


Figure 6-7: laminage croisé à 80% microstructure et textures partielles après 24h de recuit à 700°C

Le fait que cette similitude n'ait pas été détectée sur les évolutions de texture globales n'est pas surprenant. En effet la déformation initiale ayant été plus forte dans ce cas, la taille de grain achevée en fin de recristallisation était plus faible. Il est donc cohérent que

la taille limite à la croissance normale soit plus longue à atteindre.

Laminage transverse

Les textures développées au cours du recuit après laminage transverse à différents taux de réductions sont très similaires. Indépendamment du taux de réduction, une forte composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ domine la texture et semble très stable puisqu'elle a été observée à toutes les étapes de recuit examinées. Toutefois, dans le cas de la réduction à 80%, la figure 6-8 semble indiquer qu'un changement de texture intermédiaire s'est produit entre les deux étapes examinées précédemment.

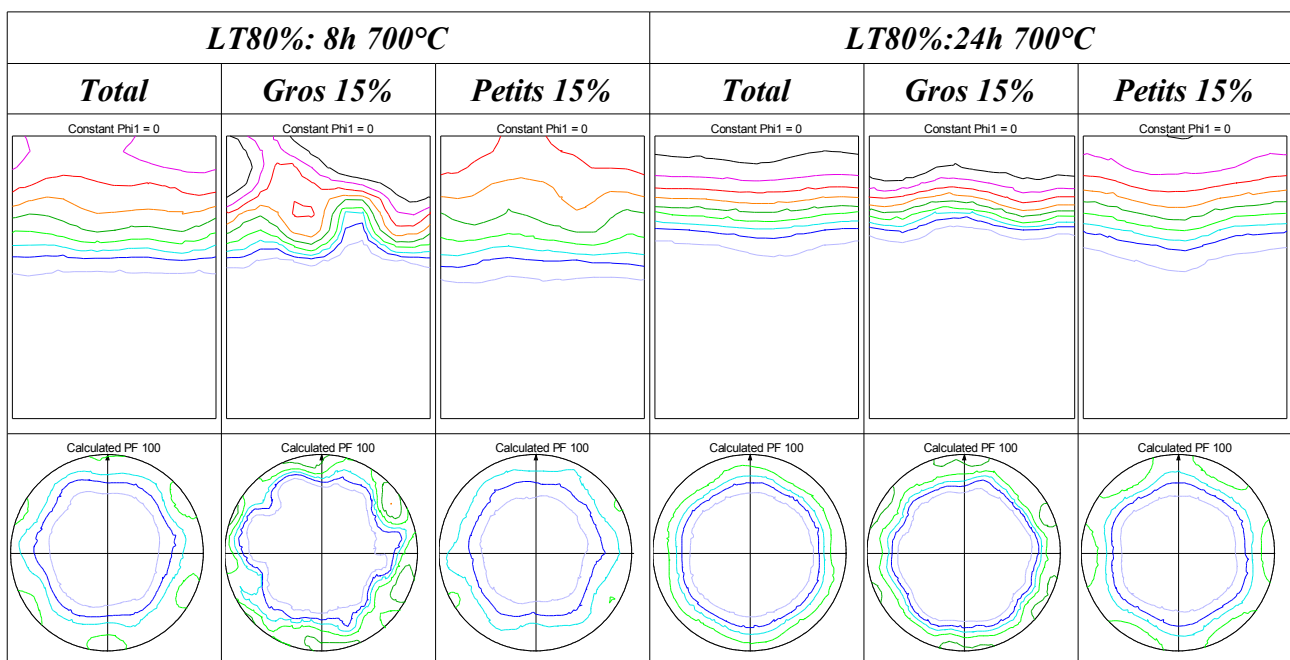


Figure 6-8: Corrélation taille orientation au cours de la croissance de grain dans le cas du laminage transverse à 80% (populations partielles: 15% en surface)

En effet, on y observe une différence entre les distributions de pôles $\langle 10.0 \rangle$ des populations des gros et petits grains aux deux étapes d'observation:

- après 8h de recuit, la texture des gros grains est un peu tournée de la composante majoritaire, ce qui implique une évolution de texture,
- après 24h de recuit, la texture des plus petits grains est assez marquée autour de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$.

Ceci semble indiquer que la texture lors d'un état intermédiaire montrait une prédominance de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$.

La texture des gros grains est quand à elle plus proche de la texture mesurée en DRX. Il

est à noter qu'à ce dernier stade, la texture calculée à partir de tous les grains mesurés par EBSD consiste en une fibre $[00.1]//DN$ dans laquelle il est très difficile de distinguer une orientation préférentielle.

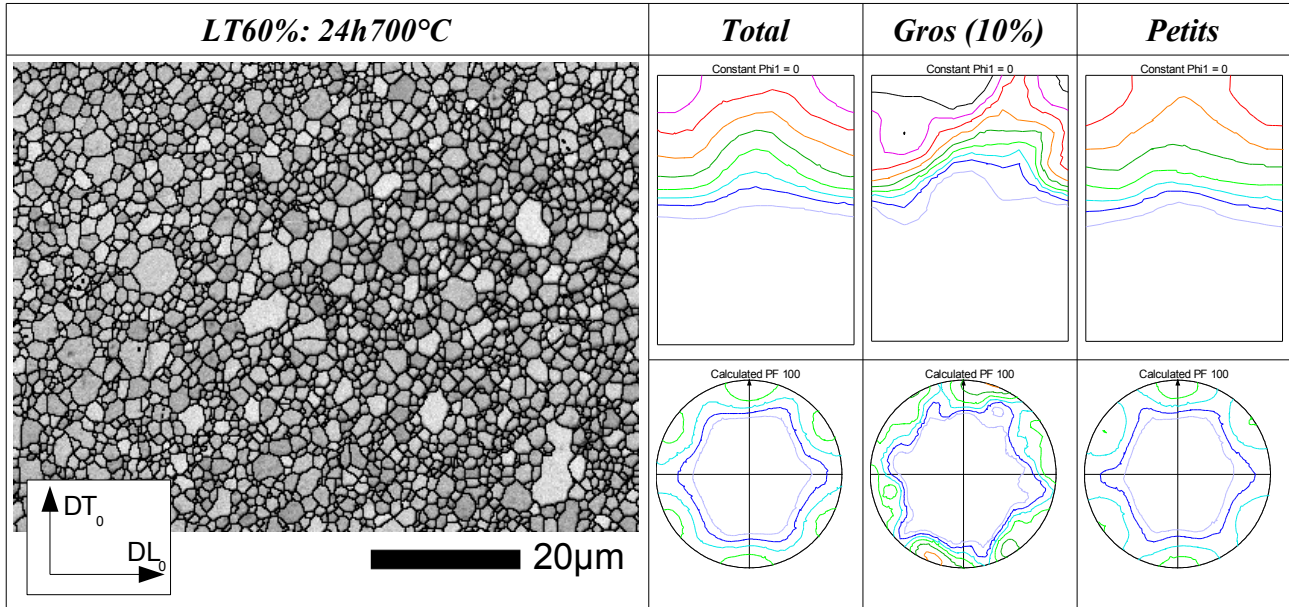


Figure 6-9: Microstructure et corrélation taille orientation au cours de la croissance de grain dans le cas du laminage transverse à 60%

La texture semble suivre la même évolution dans le cas de 60% de réduction. L'échantillon recuit 24h à 700°C montre la même texture qu'après 8h de recuit, mais les orientations des gros grains indiquent que la texture globale est sur le point d'être modifiée (Fig. 6-9).

Aucune occurrence évidente de croissance anormale n'a été constatée par l'observation des microstructures dans les cas de laminage transverse observés. On vérifiera tout de même les distributions de taille de grains dans la suite du chapitre, afin de comparer ces populations de grains à celles issues de la croissance dite « normale ».

1.b) Caractérisation des microstructures

1.b.1 Distributions de tailles de grains

Les distributions de tailles de grains sont connues pour être stables dans le Zirconium et le Titane, en l'absence de croissance anormale [Dew04]. Nous allons ici observer uniquement les distributions cumulées, qui sont appropriées pour faire apparaître les faibles différences entre les populations de grains. Les distributions des tailles étant liées à

Chapitre 6: Croissance de grains

la force motrice pour la croissance des grains, leurs comparaisons nous permettra éventuellement une meilleure compréhension du phénomène.

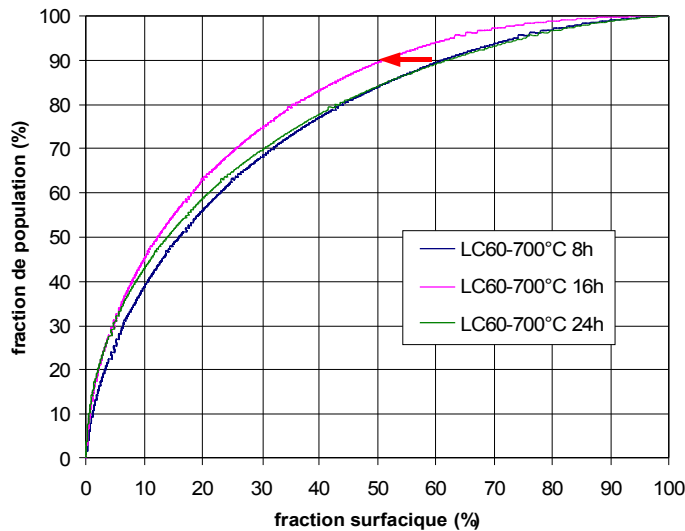


Figure 6-10: Laminage croisé à 60%: distribution de tailles de grains avant (8h), pendant (16h), et après (24h) la croissance anormale.

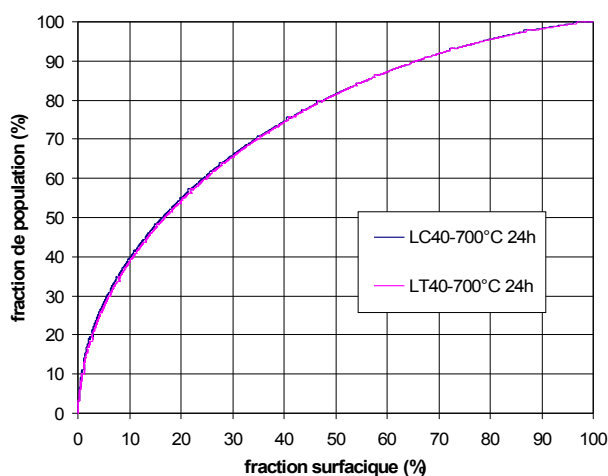
La figure 6-10 montre un exemple de l'effet de la croissance anormale sur ces distributions. La courbe rose représente la distribution de tailles au moment où les grains anormaux apparaissent (cf. fig. 6-4a). On remarque le net élargissement de la distribution, qui porte de 40% à 50% (flèche rouge) la fraction surfacique des plus gros grains (10% en nombre).

Lorsque toute la microstructure est recouverte par les grains anormaux, leurs tailles convergent à nouveau vers la distribution initiale. On peut voir alors un complet accord de la distribution des gros grains (en haut à droite) entre les courbes bleue et verte.

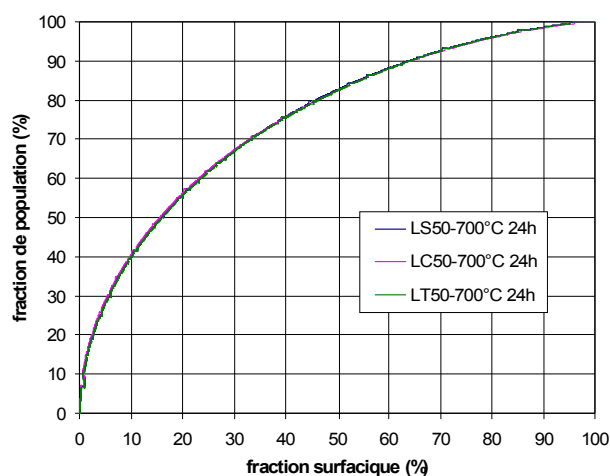
On peut également noter le léger écart entre les populations de petits grains avant et après cette croissance anormale. Ces grains sont légèrement plus nombreux, et plus petits par rapport à la taille moyenne après la croissance anormale. Il s'agit probablement d'anciens grains « normaux » dont la disparition n'est pas encore achevée.

Les figure 6-11 a) et b) montrent les distributions de tailles mesurées après 24h de traitement à 700°C sur des échantillons faiblement déformés. On remarque que les courbes cumulées sont identiques pour le laminage croisé et transverse à 40%, et qu'elles sont également identiques aux courbes des populations de grains des matériaux réduits à 50%. Sur la figure 6-11 c), on peut observer ces mêmes distributions dans le cas du laminage à 80% dans les différentes directions. On remarque que la distribution est bien élargie dans le cas du laminage simple, ce qui est en rapport avec la microstructure montrée dans la figure 6-4. En revanche, la distribution des tailles de grains dans le cas du laminage croisé est peu différente des distributions « normales » montrées en a) et b). Ce qui laisse penser que le phénomène observé n'est pas exactement le même que dans le

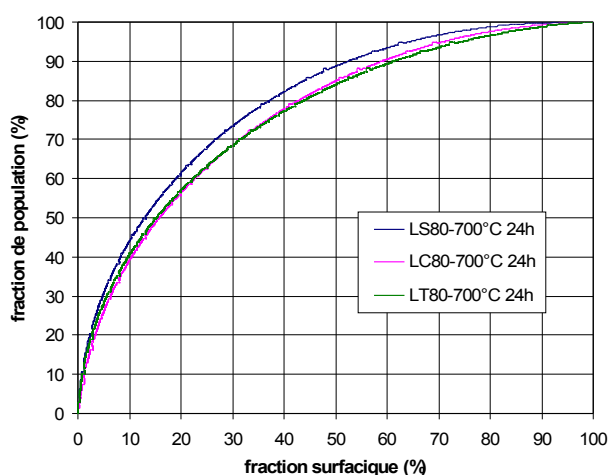
cas du laminage simple. Ceci concorde avec le fait que les tailles mesurées de ces gros grains sont moins importantes (90 μ m contre 140 μ m dans le cas du laminage simple).



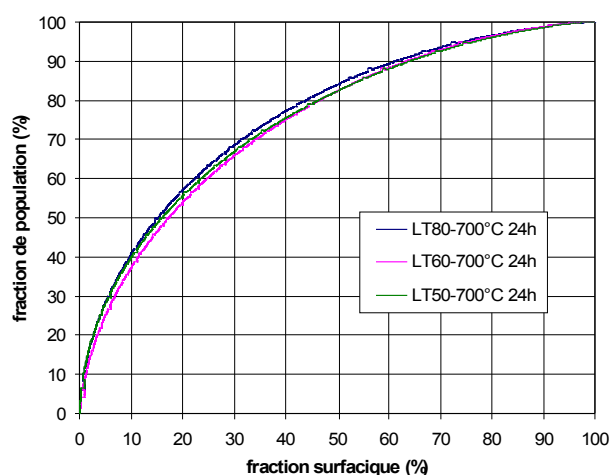
a) laminage à 40%



b) laminage à 50%



c) laminage à 80%



d) laminage transverse

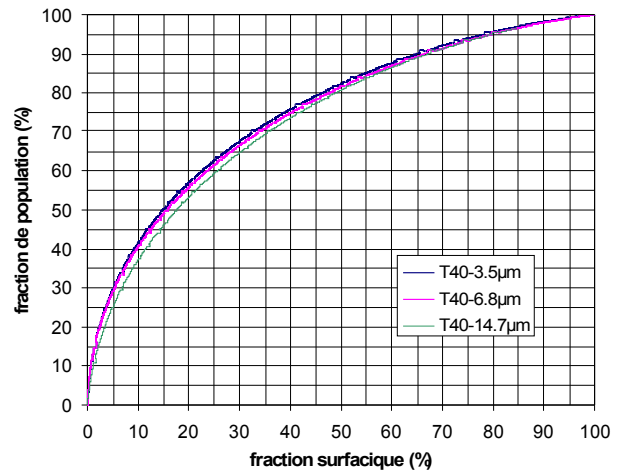
Figure 6-11: Zr702: distribution de tailles de grains après 24h de traitement à 700°C pour différents cas de déformation

La dispersion des tailles des gros grains est légèrement moins importante pour le laminage transverse à 80% que pour le laminage croisé au même taux. L'examen de la figure 6-11 d) montre par ailleurs la forte similitude entre les distributions pour les différents taux de laminage transverse, ce qui est cohérent avec le fait que nous n'ayons constaté de croissance anormale dans aucun de ces cas.

En ce qui concerne le Titane, les distributions de taille des grains sont similaires à celles du Zirconium, et sont assez stables au cours de la croissance. Un examen attentif de la figure 6-12 permet de noter une très légère diminution de la population des plus petits

grains, correspondant à 5% de fraction surfacique, et qui tombe de 30% à 25% de la population au cours de la croissance.

Figure 6-12: distributions cumulées des tailles de grains dans le Titane aux différentes étapes mesurées de la croissance de grains



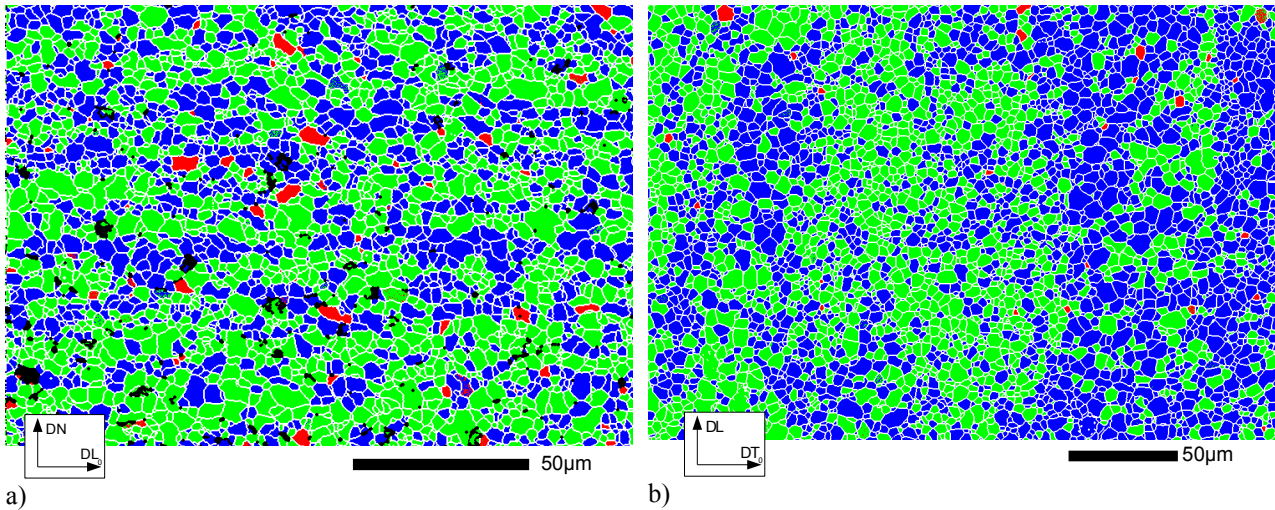
1.b.2 Hétérogénéités de texture

La corrélation entre texture et microstructure est déterminante dans l'évolution de texture en croissance de grains puisque, à travers son influence sur la distribution des désorientations, elle peut affecter les cinétiques de croissance des différentes composantes.

Dans le cas des tôles de Zirconium, le chapitre précédent a montré que les distributions d'angles de désorientations en fin de recristallisation étaient très liées aux textures des échantillons, ce qui est un indice de la bonne distribution des différentes composantes de texture dans la microstructure. Cependant, il a également été noté que la proportion des joints de faibles désorientations était plus importante dans la microstructure que ce qu'elle devrait être si les orientations étaient distribuées aléatoirement dans les grains.

On peut constater sur la figure 6-13a) que ce matériau présente des hétérogénéités de texture, qui consistent en des regroupements ou « clusters » de grains des deux « types d'orientation » : $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2\}$ et $\{\varphi_1=180^\circ, \Phi, \varphi_2\}$ (c'est à dire les composantes symétriques par rapport à la symétrie d'échantillon). La figure 6-13b) montre, dans une section différente, que la situation est similaire dans le Titane.

Dans un souci de simplicité, ces deux types d'orientation ($[00.1]$ incliné vers $\pm DT_0$) seront nommés « type A » et « type B » par la suite.



c) figure de pôles [00.1]

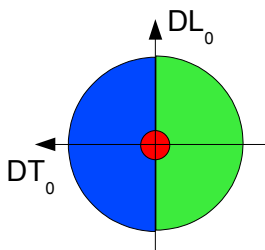


Figure 6-13: cartographie simplifiée montrant la répartition hétérogène des pôles [00.1] en fin de recristallisation
 a) cas du Zr702 laminé croisé à 80% en section transverse,
 b) cas du T40 dans le plan de laminage,
 c) légende: la fibre basale définie par la zone rouge correspond à une distance maximum de 10° avec la direction normale

Les clusters ont une forme aplatie de taille plus ou moins importante: plusieurs dizaines de grains dans les directions du plan de la tôle sur quelques grains dans l'épaisseur. La figure 6-13 illustre bien la forme de ces clusters, en montrant la microstructure dans différentes sections des tôles

Une forte hétérogénéité dans la distribution des pôles [00.1] a déjà été constatée dans le cas du Zr701 [Boz07b]. À l'heure actuelle, l'origine de ces clusters n'est pas connue de manière précise, mais il est fort probable qu'ils résultent de l'aplatissement et la fragmentation de gros grains au cours de la fabrication des tôles (laminage à chaud).

1.b.3 Distribution des désorientations

Les distributions d'angles de désorientation dans le Zirconium sont liées à la texture comme il a été montré précédemment (Fig. 5-9). Les changements de texture provoqués en croissance de grain ont un effet peu marqué sur ces distributions [Dew04, Zhu04]. Dans le cas du Titane, elles sont plus étalées en comparaison, et montrent une répartition bimodale [Dew04]. Cette distribution bimodale résulte de la plus forte désorientation entre les orientations de type A et B (60° contre 30° à 50° dans le cas du Zirconium) couplée à une très faible fraction volumique de la composante basale.

Chapitre 6: Croissance de grains

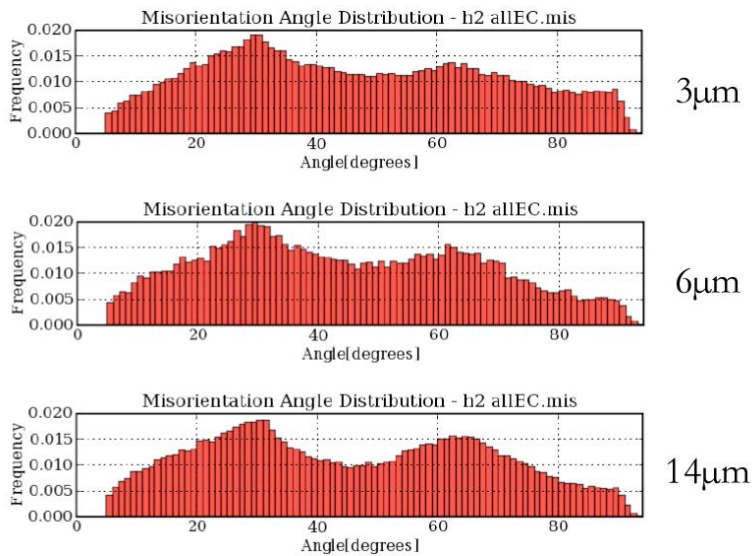


Figure 6-14: évolutions des distributions d'angles de désorientations dans le T40 au cours de la croissance de grains (d'après [Saw07])

Ce renforcement est lié au renforcement de la texture de croissance de grains. On peut constater que l'affaiblissement des désorientations « minoritaires » se fait principalement au profit des désorientations autour de 60°, ce qui indique que la proportion d'interface entre les grains de type A et B augmente.

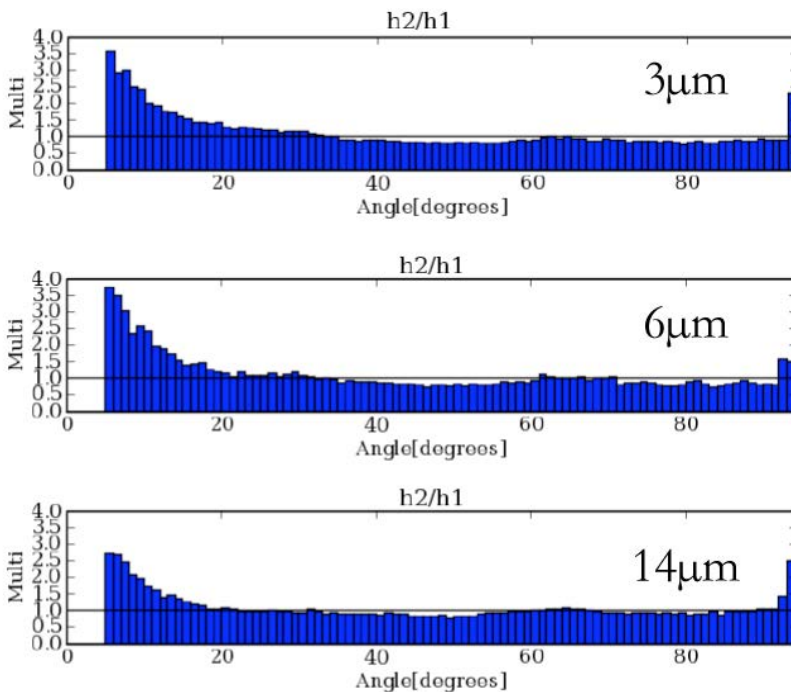


Figure 6-15: évolution de la distribution des désorientations induites par la microstructure, au cours de la croissance de grains du Titane

Le premier maximum, autour de 30° correspond donc aux désorientations entre les grains d'un même cluster.

Le maximum à 60° correspond lui aux désorientations entre ces deux clusters.

On remarque que ces deux pics se renforcent au détriment des désorientations autour de 50° et 80° pendant la croissance.

L'évolution des désorientations induites par la microstructure, également issue des travaux de Sawina [Saw07] sont montrées sur la figure 6-15. Il s'agit des distributions de la figure 6-14, normalisées par les distributions décorréliées (obtenues à partir de tirage aléatoire de couples de grains dans la microstructure). Les valeurs supérieures à 1 signifient donc que les désorientations correspondantes sont plus fréquentes dans la microstructure.

On remarque que les désorientations inférieures à 30° le sont, mais que leur avantage diminue au cours de la croissance de grains

Les clusters de type A et B constituent les seules hétérogénéités de texture constatées, et sont donc fort probablement responsables de la proportion importante des joints de faible désorientations. Comme nous avons montré précédemment (Fig. 6-14) que la proportion d'interface entre les grains de type A et B augmente, nous pouvons relier la diminution des faibles désorientations « induites par la microstructure » à la diminution du nombre de grains dans les clusters.

En effet, si la migration des frontières des clusters s'opère de manière symétrique, leur taille moyenne doit être stable, ce qui n'a pas été contredit par nos observations. À mesure que les grains grossissent, ils sont donc moins nombreux à l'intérieur d'un même groupement, par conséquent la proportion d'interfaces entre ces joints diminue.

6.2. Modélisation de la croissance de grains

Dans cette section, nous modélisons la croissance de grains afin de mieux comprendre les changements de texture qu'elle provoque. L'utilisation de la simulation va notamment nous permettre de découpler les effets sur l'évolution de texture:

- de la corrélation taille orientation,
- des hétérogénéités de texture,
- de l'anisotropie des propriétés des joints de grains.

Le point de départ choisi pour la simulation est l'étape de fin de recristallisation et par conséquent, on s'intéressera principalement au premier stade de la croissance.

2.a) Mise en oeuvre de la simulation

Le modèle de Monte-Carlo utilisé est décrit au chapitre 1, section 1-3. Il consiste en une microstructure artificielle dont on fait grossir les grains. Pour pouvoir observer l'évolution de texture, on assigne une orientation à chaque grain, et on calcule la texture à partir de ces orientations pondérées par la taille des grains à différentes étape de la croissance. Les orientations utilisées dans l'agrégat de départ sont issues des orientations individuelles de grains mesurées par EBSD.

Pour pouvoir simuler les évolutions de texture réelles du Titane, qui sont complètes après

Chapitre 6: Croissance de grains

que la taille moyenne des grains soit multipliée par 6-7, il faut un très grand nombre de grains initial. En effet une augmentation de diamètre de 6 correspond à une augmentation de volume de plus de 200, soit une perte en nombre de grains en proportion. Sachant qu'un millier de grain est une limite raisonnable pour pouvoir établir une texture finale de manière qualitative, le nombre de grains initial devrait donc être de l'ordre de 200 000.

Les capacités de mémoire vive dont nous disposons nous permettent de simuler des microstructures ne contenant guère plus de 8000 orientations initiales. Pour pallier cette difficulté, plusieurs solutions ont été envisagées:

- remise à l'échelle de la microstructure, à chaque fois que le nombre de grains devient trop faible,
- utilisations de plusieurs simulations, afin de multiplier le nombre de grains final.

Pour la remise à l'échelle de la microstructure, la simulation est arrêtée lorsque le nombre de grains initial est divisé par 4 ou 8. La population restante est alors multipliée par le nombre correspondant afin de redevenir égale au nombre de grains de la microstructure initiale. Pour ce faire, on applique les opérations de symétrie orthorhombique aux orientations des grains:

- miroir (DN;DL),
- miroir (DN;DT),
- éventuellement, miroir (DL;DT),

les poids respectifs de ces orientations, correspondant aux volumes des grains, sont conservés. La texture du matériau étant orthorhombique à grande échelle, cette opération ne représente pas de contradiction forte avec le phénomène réel.

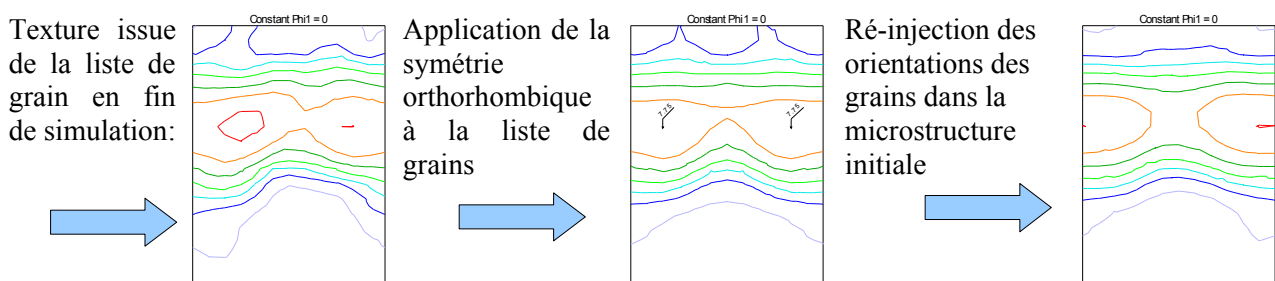


Figure 6-16: étapes de la remise à l'échelle de la microstructure et son effet sur la texture

La figure 6-16 donne un exemple du résultat de cette opération. On remarque que si

l'application de la symétrie orthorhombique ne change pas les caractéristiques principales de la texture, l'étape de réassignation des orientations dans la microstructure initiale semble modifier leur distribution. La raison de cette modification réside dans la variation de la distribution des tailles de grains au cours de la simulation. En effet, il a été constaté que ces distributions de tailles deviennent plus dispersées au cours de la croissance par rapport à la microstructure initiale. Le fait d'assigner les orientations individuelles des grains finaux aux grains initiaux atténue alors l'avantage de taille acquis pendant la croissance des plus gros grains, modifiant ainsi la texture globale.

Cependant, cette méthode permet de modéliser une croissance bien plus importante (théoriquement illimitée) que la deuxième méthode. Bien qu'elle soit légèrement biaisée, nous en ferons usage dans certains cas pour étudier l'effet de certains paramètres à long terme.

La deuxième méthode consiste à simuler la croissance dans plusieurs microstructures auxquelles on a affecté des orientations issues d'une grande population. On utilise ensuite toutes les orientations finales afin de calculer la texture résultante. Pour cette méthode, il faut une grande population de grains qu'on divise par un nombre entier, afin d'obtenir des nombres de grains similaires à la microstructure artificielle:

- cette population de grains peut être issue d'un grand jeu de données d'EBSID ou,
- si l'on dispose d'une quantité plus restreinte de données, la symétrie orthorhombique peut être appliquée sur les données initiales (comme précédemment).

Bien que les conditions aux limites périodiques de la microstructure nous permette de réduire fortement le nombre de grains sans être pénalisé par les effets de bords, cette méthode ne nous permet pas de recréer une évolution aussi longue que la précédente. Toutefois elle est, par son principe, plus réaliste.

2.b) Prise en compte de spécificités du Zirconium et du Titane

Afin d'évaluer les mécanismes d'évolution de texture d'une manière convenable, nous devons rendre les conditions de la simulation aussi réalistes que possible. Pour cela on tente de reproduire avec rigueur les caractéristiques de microstructure et de texture particulières à ces matériaux.

2.b.1 Corrélation taille/orientation

La corrélation entre taille des grains et orientation résulte de la croissance orientée qui se produit au cours de la recristallisation primaire. Cette corrélation initiale est considérée comme responsable de l'évolution de texture au cours de la croissance de grains [Boz05].

La méthode pour recréer cette corrélation est illustrée sur la figure 6-17. Elle consiste à découper la microstructure artificielle -triée par taille- en sous-population identiques (en nombre). Chacune de ces sous- population représente une fraction du volume total, et ces fractions sont utilisées pour découper les données expérimentales à leur tour. Les orientations issues des sous-populations expérimentales sont alors assignées aux sous-populations de grains artificiels correspondant.

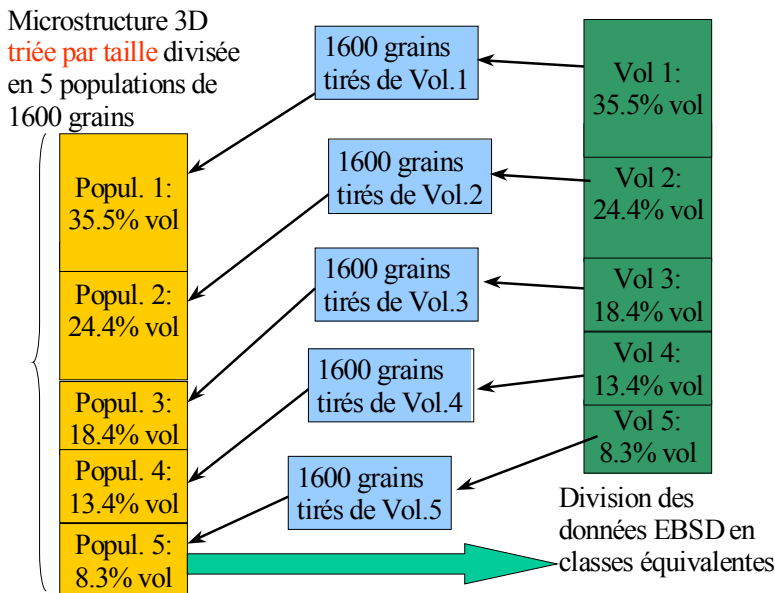


Figure 6-17: schéma illustrant la méthode utilisée pour recréer la corrélation taille/orientation dans le cas d'une microstructure artificielle de 8000 grains, divisée en 5 classes de 1600 grains. (les données expérimentales sont découpées en 5 classes de fraction volumique équivalente).

Cette méthode permet bien d'assigner aux petits et gros grains de la microstructure artificielle les orientations des petits et gros grains de la microstructure réelle. On réalise également que plus le découpage en classe est fin et plus fidèle sera la reproduction de la texture globale, la limite étant un découpage en classes de 1 grain.

Dans le cas idéal, cette méthode consiste donc à utiliser des microstructures expérimentales et artificielles contenant le même nombre de grain, et possédant des distributions de taille identiques.

L'influence de cette corrélation est montrée sur la figure 6-18 dans le cas de la simulation du comportement d'une population partielle de grains. La méthode décrite plus haut est alors appliquée sur une population initiale formée des 4000 plus gros grains d'une

population de 32000 grains de T40 recristallisé.

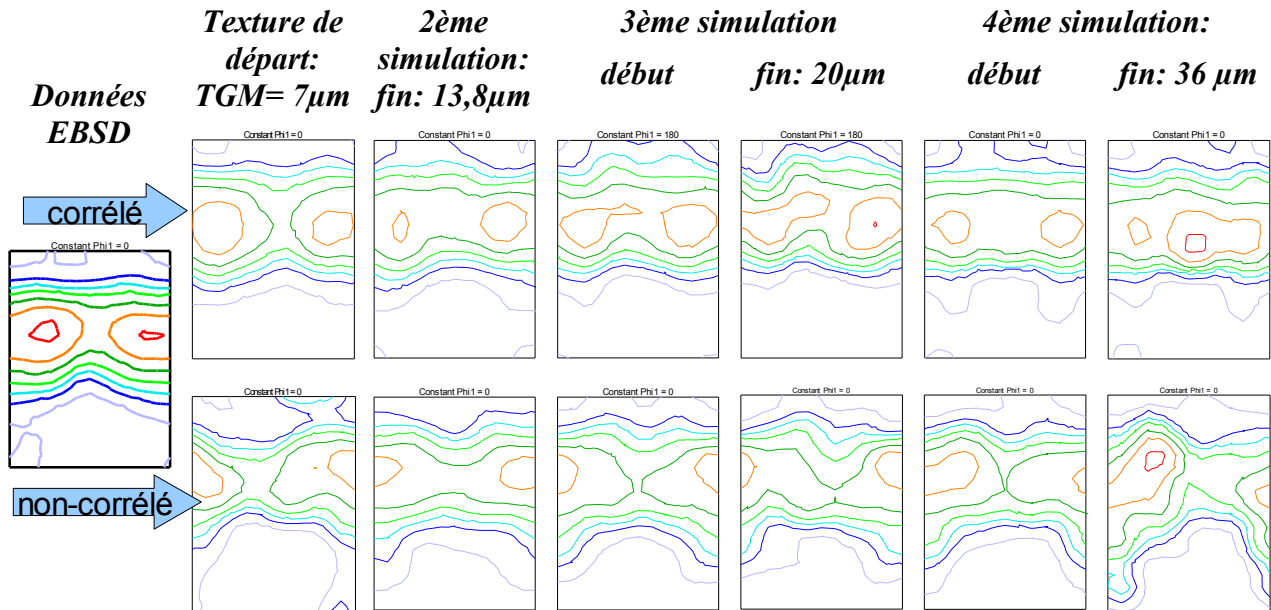


Figure 6-18: évolution de texture simulée d'une population de gros grains issus du Titane recristallisé: en haut avec, et en bas sans corrélation taille/orientation initiale ($\theta_m=15^\circ$, paramètre défini sur la figure 6-20)

Pour cette simulation, on a procédé à 3 remises à l'échelle successive de la microstructure, dont on peut voir l'influence entre la fin des simulations 2 et 3 et le début des simulations 3 et 4 respectivement. Malgré cet effet, on peut observer la différence de comportement entre la microstructure corrélée à la texture et celle qui ne l'est pas: non seulement l'absence de corrélation ne permet pas de reproduire correctement la texture initiale, mais elle empêche également d'achever l'évolution de texture observée dans le cas avec corrélation.

Par la suite, nous utiliserons donc systématiquement la corrélation taille/orientation au cours de la simulation.

2.b.2 Distribution de taille de grains

En raison de la corrélation taille/orientation -et de la manière dont on la reproduit-, les distributions de taille de grains de la simulation doivent scrupuleusement respecter les distributions expérimentales pour permettre une bonne reproduction de la texture globale. Nous avons pour cela construit des microstructures dont les distributions de tailles sont similaires à celles du Zirconium et du Titane. Ces microstructures sont réalisées à l'aide du programme Mbuilder, également développé à CMU Pittsburgh.

Les distributions de tailles que nous tentons de faire correspondre aux distributions expérimentales sont issues de coupes de cette microstructure (6-19b), qui sont bidimensionnelles au même titre que les données issues de l'EBSD. La figure 6-19 a) montre que les distributions obtenues sont en bon accord avec les distributions réelles.

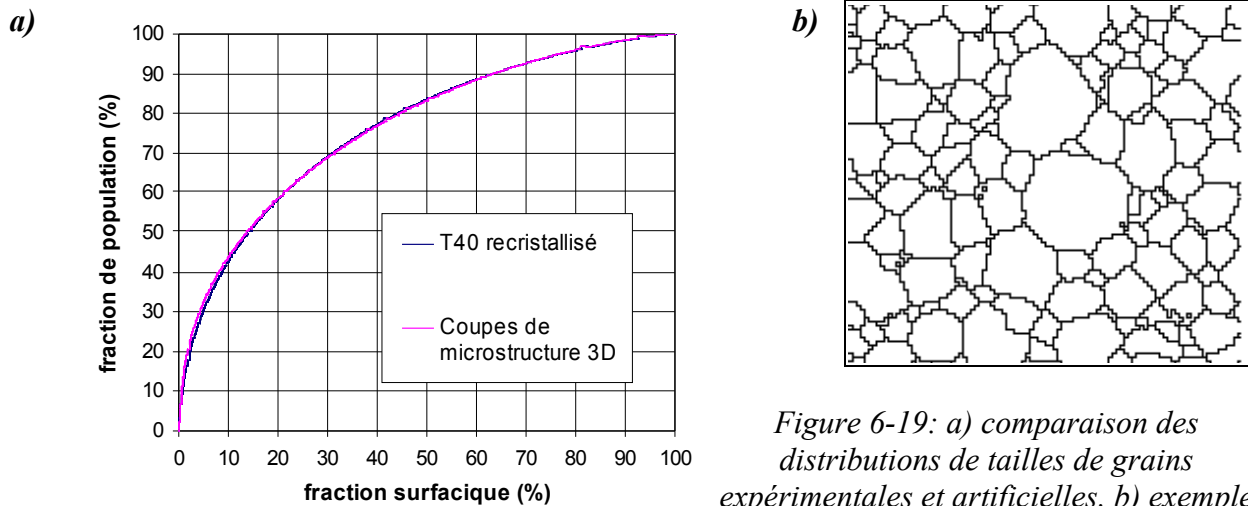


Figure 6-19: a) comparaison des distributions de tailles de grains expérimentales et artificielles, b) exemple de coupe de la microstructure 3D

2.b.3 Anisotropie des propriétés des joints de grains

L'anisotropie des propriétés des joints est une des causes fondamentales de l'évolution de texture en croissance de grains. En particulier, l'anisotropie des propriétés est tenue pour responsable de l'établissement des textures de recristallisation dans la plupart des matériaux cubiques [Got99, Hum96].

En ce qui concerne le Titane et le Zirconium, aucune description complète de l'anisotropie d'énergie et de mobilité des joints n'a été conduite jusqu'alors. Cependant, dans ces matériaux hexagonaux comme pour le reste des matériaux métalliques, les joints de faibles désorientations sont formés de dislocations, on peut donc supposer que leur énergie augmente avec la désorientation, jusqu'à une valeur maximum atteinte pour un « angle limite », définissant une structure plus chaotique du joint.

Ces hypothèses simplificatrices nous conduisent à utiliser une fonction d'énergie de type Read-Shockley (bien que cette fonction ait été établie dans le cas de cristaux cubiques) telle qu'elle est définie sur la figure 6-20. Nous utiliserons par ailleurs une définition isotrope de la mobilité (mobilité constante), les examens des textures et des microstructures n'ayant jusqu'alors pas révélé l'existence de « joints de forte mobilité ».

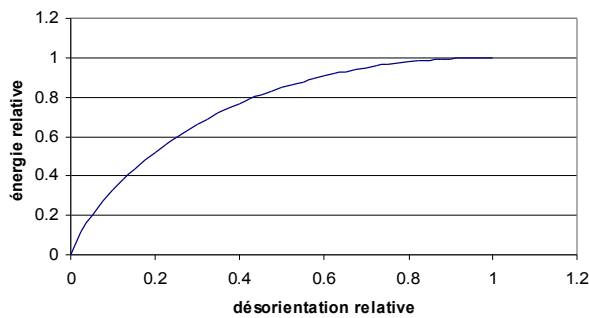


Figure 6-20: Fonction d'énergie pour les joints de flexion de faible désorientation dans les matériaux cubiques, d'après Read et Shockley [Rea53]

Fonction d'énergie normalisée:

$$\gamma = \gamma_m \frac{\Theta}{\Theta_m} \left(1 - \ln \left(\frac{\Theta}{\Theta_m} \right) \right), \text{ si } \Theta < \Theta_m$$

$$\gamma = \gamma_m \text{ si } \Theta > \Theta_m$$

Énergie relative: rapport de l'énergie γ du joint à l'énergie maximale γ_m

Désorientation relative: rapport de l'angle de désorientation θ à l'angle définissant les joints de fortes désorientations θ_m .

Il faut toutefois garder à l'esprit que la définition de « faible désorientation » basée sur un critère d'angle est assez réductrice. En particulier, il est à souligner que pour un cristal hexagonal:

- la désorientation maximum autour d'un axe de type [00.1] est de 30°,
- la désorientation maximum autour d'un axe de type <10-10> est de 90°.

Un exemple de modélisation utilisant la fonction définie précédemment avec $\theta_m=30^\circ$ est montré sur la figure 6-21. L'évolution de texture atypique que l'on peut y observer résulte d'une quasi incapacité des joints d'axe de désorientation [00.1] à se mouvoir, ce qui résulte en une rétention, puis un renforcement exagéré de la composante majoritaire de texture initiale. On peut également observer sur cette figure l'effet d'une totale isotropie de l'énergie des joints (c'est à dire $\gamma=\gamma_m$, quel que soit θ). La simulation dont les résultats sont exposés en figure 6-21 a été réalisée, avec corrélation dans les mêmes conditions que celle montrée en figure 6-18 ($\theta_m=15^\circ$ sur la figure 6-18), en comparaison avec cette dernière figure, on note que l'évolution dans des conditions isotrope provoque:

- premièrement, une croissance préférentielle des grains les plus gros, dont l'orientation est $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=15^\circ\}$
- deuxièmement, comme cet avantage de taille est atténué par l'effet de remise à l'échelle, un étalement de la texture.

Ces deux évolutions de texture ne sont pas satisfaisantes, mais donnent un aperçu des bornes envisageables pour θ_m . Par la suite, nous utiliserons principalement un critère de

15°

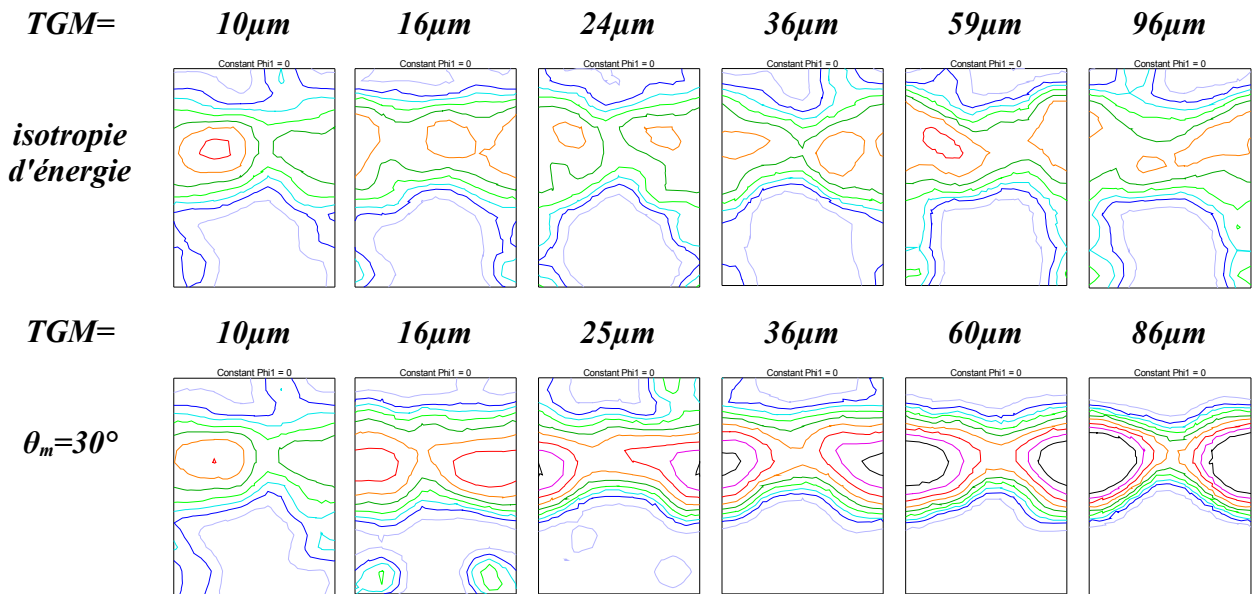


Figure 6-21: évolution de texture simulée d'une population de gros grains issus du Titane recristallisé (cf fig. 6-19), avec corrélation taille-orientation: en haut cas isotrope, en bas $\theta_m=30^\circ$

2.b.4 Hétérogénéités de texture

Au cours de la recristallisation et de la croissance de grains, les textures conservent la symétrie d'échantillon orthorhombique. Les phénomènes symétriques sont donc toujours opérants, on parlera alors de « croissance symétrique ».

Ce phénomène consiste dans notre cas en une croissance des grains de type A au détriment des grains de type B, et inversement de manière symétrique, aucune de ces composantes ne possédant d'avantage particulier. Or on a montré sur la figure 6-13 que ces orientations étaient regroupées en clusters pouvant contenir plusieurs centaines de grains. Il est évident que ces clusters limitent la recristallisation symétrique, car les grains s'y trouvant ont peu de chance de rencontrer des grains de la composante symétrique.

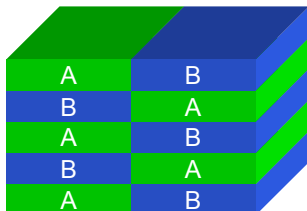


Figure 6-22: illustration de la prise en compte des clusters dans la microstructure

Dans un sens, ces hétérogénéités sont donc favorables à l'évolution de texture, c'est pourquoi nous les avons incorporées à la simulation (Fig. 6-22). Nous pourrions également faire varier leur taille afin de mieux évaluer leur influence.

À titre d'exemple de l'influence de ces hétérogénéités, on montre dans la figure 6-23

l'évolution de texture au sein même des clusters, dans le cas d'absence totale d'interface entre les composantes A et B.

Il s'agit de l'évolution de 32000 grains de Titane recristallisé, qui sont découpés en groupes (de 8000 grains) dont on simule les évolutions séparément. Dans un cas les populations sont similaires (droite), et dans l'autre cas les grains des composantes A et B sont séparés (gauche). Ces simulations ont été effectuées en prenant en compte la corrélation de taille initiale et un angle $\theta_m=15^\circ$.

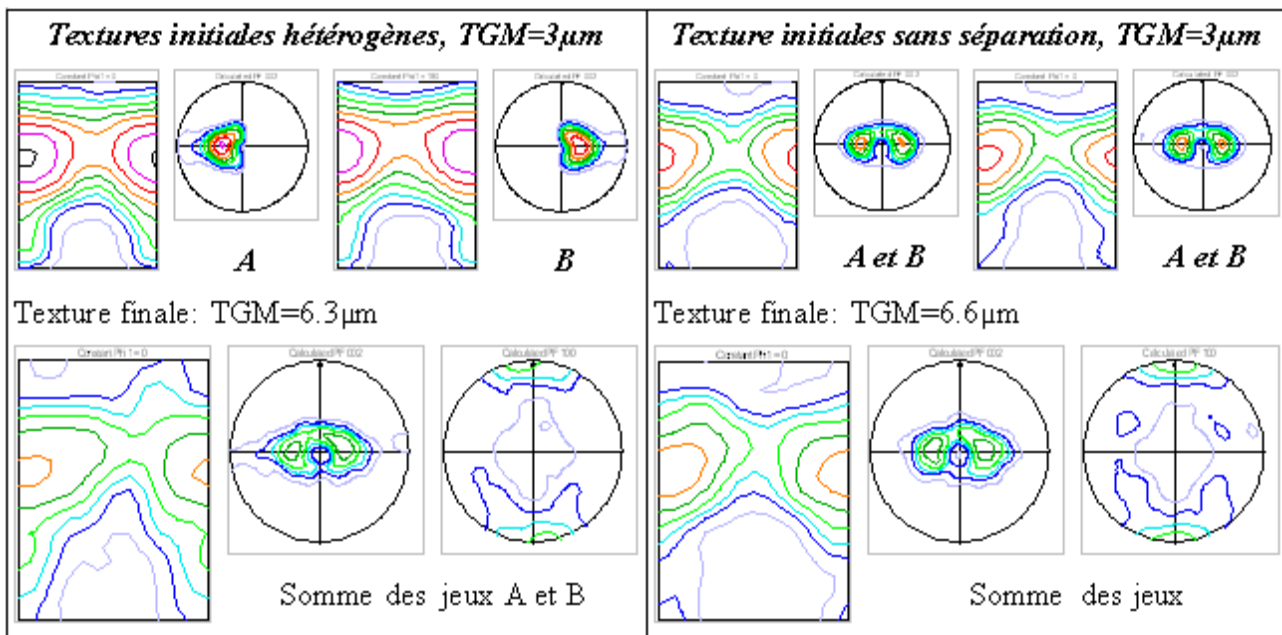


Figure 6-23: Exemple d'évolution de texture au sein des clusters de grains d'orientations A et B (corrélation taille/orientation, $\theta_m=15^\circ$)

L'observation des évolutions de textures sur la figure 6-23 montre que:

- l'évolution au sein des clusters est favorable à la rotation autour de l'axe [00.1], qui fait partie des axes de plus grande désorientations dans cette configuration compte tenu de la texture,
- l'évolution au sein des clusters ne semble pas favorable à la disparition de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

Cet exemple montre bien que les clusters, en limitant la croissance symétrique, sont favorables à l'évolution de texture au cours de la croissance.

On note également que l'évolution de taille est légèrement ralentie dans les clusters, ce qui peut s'expliquer par une plus forte proportion des joints de faible désorientation.

6.3. Résultats de la simulation d'évolution de texture du Zirconium

Nous présentons ici les principaux résultats des simulations, qui permettront d'alimenter la discussion sur les mécanismes responsables de l'évolution de texture. Les résultats présentés sont tous issus de la combinaison de plusieurs simulations effectuées en parallèle, et permettent de fait une évaluation plus réaliste de l'influence des divers paramètres étudiés.

3.a) Zr702 laminé simple à 80%

Dans un premier temps, on montre l'évolution de texture au cours de la simulation de croissance de grains dans le cas du laminage simple à 80%, les orientations étant distribuées de manière homogène dans la microstructure initiale (fig. 6-24).

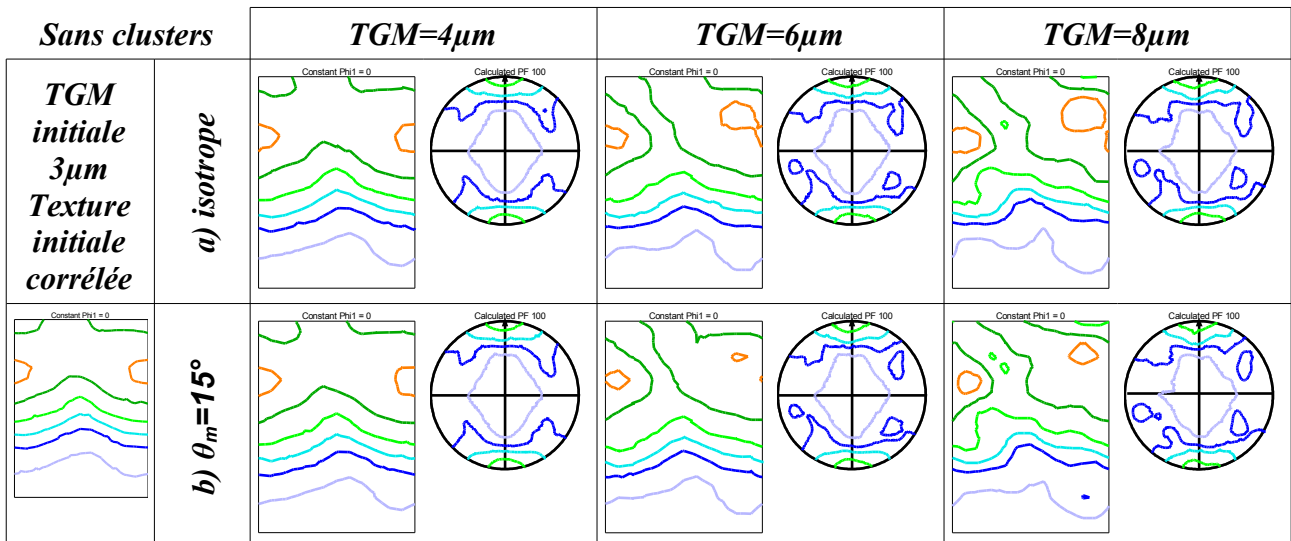


Figure 6-24: laminage simple à 80%: influence de l'anisotropie d'énergie sur l'évolution de texture au cours de la simulation de croissance, sans hétérogénéités de texture

On peut lire que les évolutions de texture sont très similaires dans les deux cas montrés, ce qui laisse penser que dans ce cas simple, et pour cette première phase de croissance, l'anisotropie d'énergie ne joue pas un rôle important.

En comparaison, le même type d'évolution est présenté sur la figure 6-25, dans le cas d'une microstructure composée de 20 clusters de 400 grains environ, chacun contenant des grains de la composante A ou B (cf. Fig. 6-22). Dans ces conditions, l'anisotropie d'énergie a une influence plus forte que précédemment

En effet, les composantes $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ et $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ sont légèrement accrues dans le cas isotrope et pour $\theta_m=15^\circ$, mais dans ce dernier cas le

renforcement de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ est moins important.

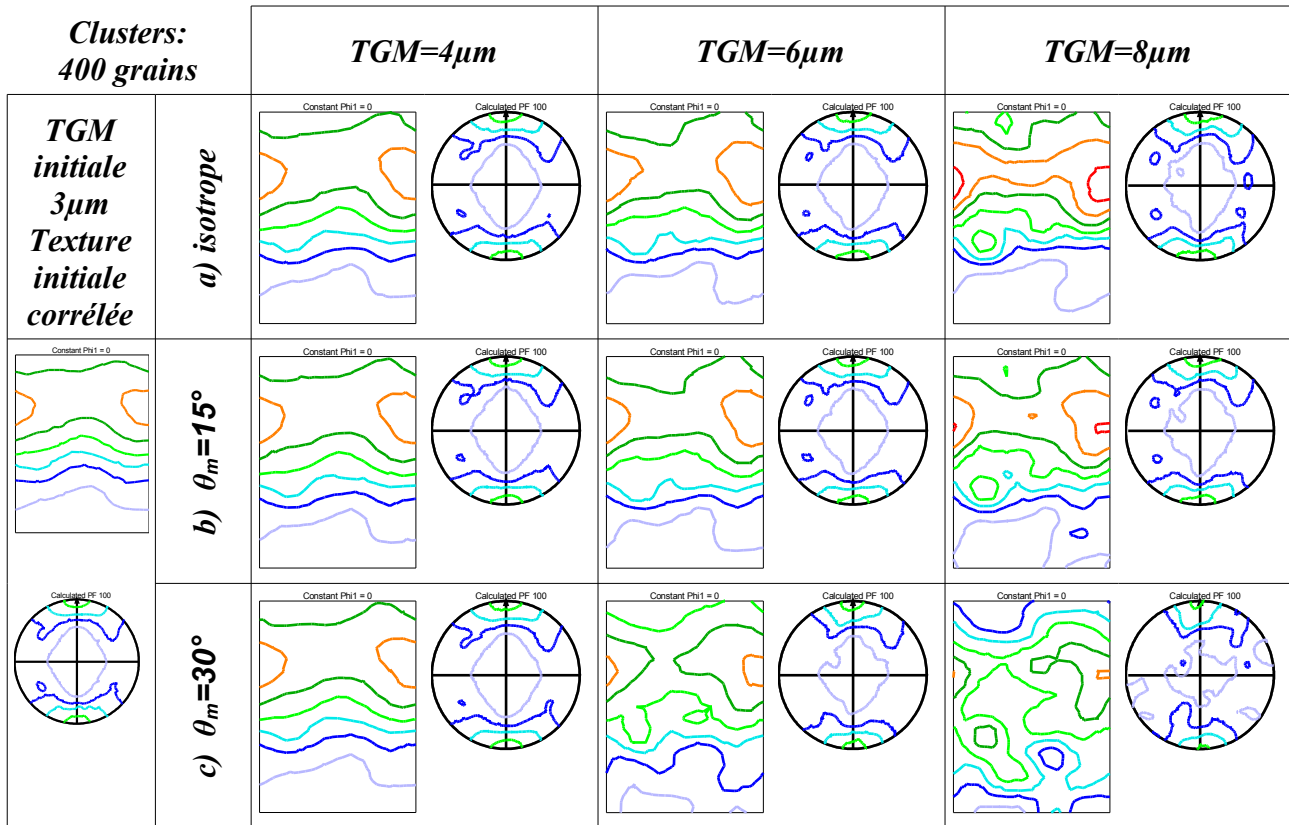


Figure 6-25: LS 80%: influence de l'anisotropie d'énergie des joints sur l'évolution de texture d'une microstructure hétérogène (20 clusters de 400 grains)

Le cas d'une anisotropie définie par un angle de 30° montre une atténuation de la composante de déformation, suivi par un étalement de la texture dû à la croissance des composantes à fortes valeurs de Φ .

Pour montrer l'influence de cette hétérogénéité de répartition des composantes A et B sur l'évolution de texture globale, on présente dans la figure 6-26 les évolutions de texture dans le cas de clusters de différentes tailles. Ces évolutions de texture ont été obtenues avec $\theta_m=15^\circ$, et peuvent donc être comparées à l'évolution montrée sur la figure 6-25b. Les clusters de taille plus importante sont favorables à l'évolution de texture, puisqu'on observe une rotation non négligeable de la composante majoritaire sur la partie a) de la figure 6-26.

Il est intéressant de noter que la séparation totale des composantes A et B (Fig. 6-26b) provoque une rétention de la composante de déformation accompagné d'une croissance assez forte de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$.

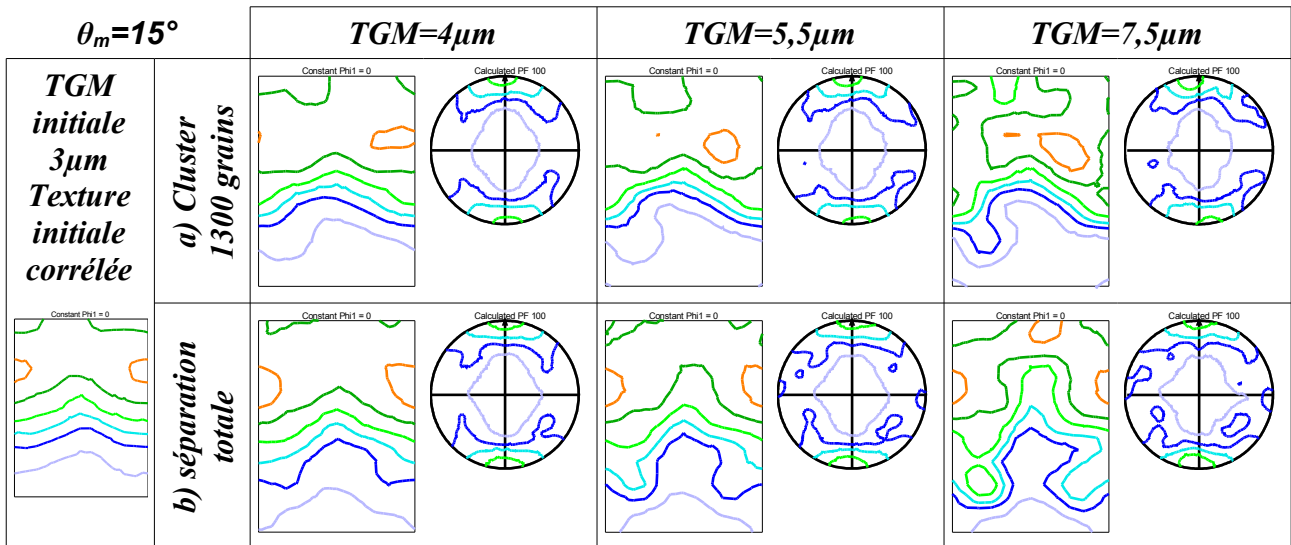


Figure 6-26: LS80% influence des hétérogénéités de texture sur l'évolution de texture au cours de la simulation de croissance

3.b) Laminage croisé à 80%

Le matériau laminé croisé à 80% présente une texture initiale légèrement différente de celle issue du laminage simple, et connaît donc des différences d'évolution au cours du recuit. Les influences séparées des hétérogénéités de texture et de l'anisotropie ont été évaluées pour ce matériau (Fig. 6-27 et 6-28).

La figure 6-27a montre une rétention de la texture de déformation dans les conditions où l'on pouvait observer une rotation de la composante majoritaire dans le cas du laminage simple. La séparation totale des populations A et B en revanche (6-27b) semble avoir le même effet que précédemment, avec l'apparition d'une composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$, néanmoins plus forte.

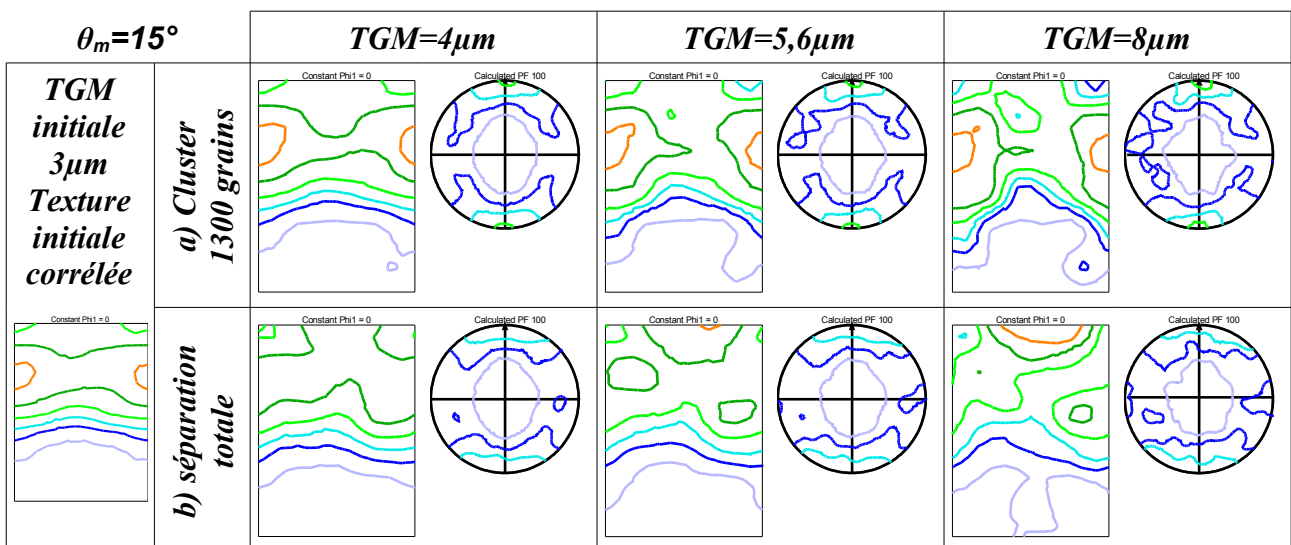


Figure 6-27: LC80% influence des hétérogénéités de texture sur l'évolution de texture au cours de la simulation de croissance

Dans le cas de clusters de 1300 grains, l'influence de l'anisotropie est montrée sur la figure 6-28. On y remarque que la fraction volumique de la composante $\langle 11.0 \rangle // DL_0$ devient légèrement plus importante lorsque $\theta_m = 5^\circ$ que dans le cas d'un critère de 15° . Cependant l'intensité de la composante de déformation reste suffisamment forte pour dominer la texture.

Dans le cas d'un critère de 20° , la figure 6-28b) l'évolution est peu différente de celle donnée par un critère de 15° (6-27a).

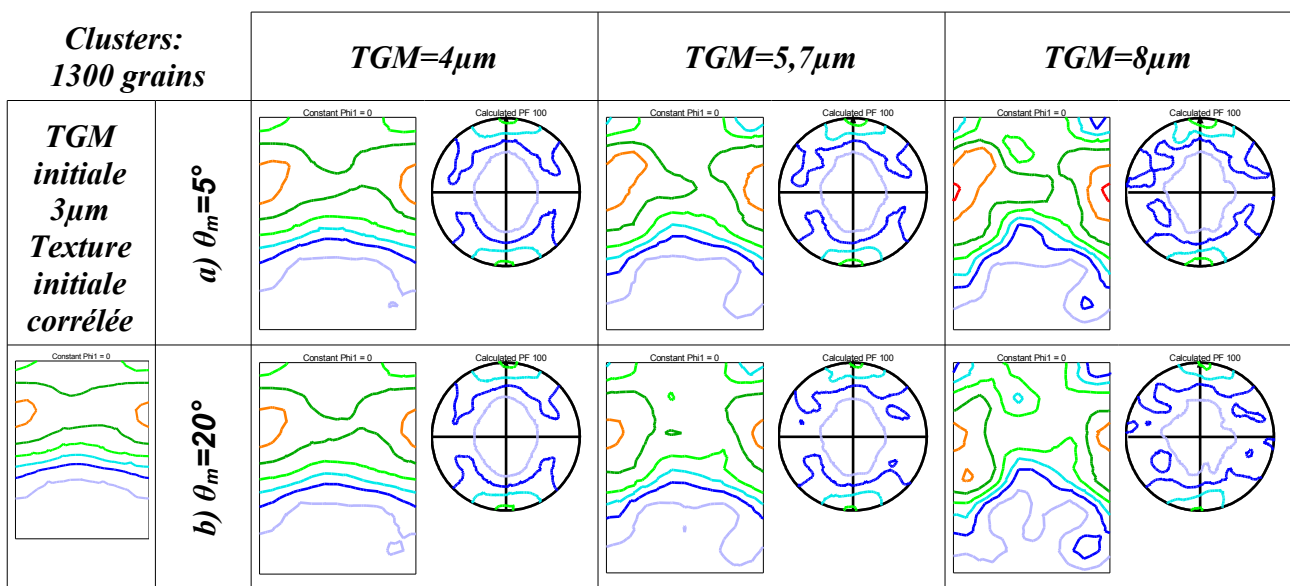


Figure 6-28: LC80% influence de l'anisotropie d'énergie dans le cas de clusters de 1300 grains

6.4. Discussions

4.a) Anisotropie des propriétés des joints de grains

En raison du manque de données expérimentales, la plupart des tentatives de modélisation de la recristallisation et la croissance pour les métaux de structure hexagonale considèrent la mobilité comme un paramètre fixe, ou dépendant uniquement de la température [Dun7, Bar07], mais certains utilisent également les fonctions de mobilité attribuées initialement aux matériaux cubiques [Chu06]

Des travaux sont actuellement en cours au LETAM [Saw07, Saw08] pour mieux caractériser l'évolution des populations des joints de grains dans le Titane et identifier d'éventuels types de joints ayant des propriétés « spéciales ». Ces travaux n'ont pas pu

révéler l'existence d'une catégorie de joints ayant des propriétés influençant de manière forte l'évolution de texture. Récemment, au travers d'une analyse fine des distributions de désorientations corrélées et non-corrélées, Bozzolo [Boz07c] a montré que certains couples axe/angle dans le Zr701 ont une proportion qui augmente au cours de la croissance. Ces joints ont été interprétés comme ayant une énergie plus faible, probablement causée par un accollement de plans d'indices faibles, ou de plans coïncidents.

L'anisotropie d'énergie basée sur le modèle simple de Read-Shockley (Fig. 6-20) permet la prise en compte du phénomène d' « orientation pinning ». Dans le cas des évolutions de texture observées en plusieurs stades, l'influence de ce mécanisme a été démontrée; en particulier après laminage transverse où nous avons montré que la texture peut évoluer de manière cyclique.

En effet, si l'on considère les microstructures en croissance de grains après 60% et 80% de laminage transverse (Fig. 6-8 et 6-9), on remarque l'avantage de taille qui se développe systématiquement pour les grains dont l'orientation diffère de l'orientation majoritaire. Ceci fournit la preuve que l'évolution est dirigée par le pinning d'orientation. En d'autres termes, l'évolution de texture en croissance de grains s'effectue toujours au détriment de la composante majoritaire dans ces cas.

L'influence du pinning d'orientation sur l'évolution de texture est reconnue dans de nombreux matériaux, et il a été établi que, même dans le cas des alliages d'aluminium -pour lesquels un couple axe/angle de forte mobilité existe- tous les grains fortement désorientés de la composante majoritaire ont un avantage de croissance résultant de cet effet [Eng98].

L'hypothèse de base pour expliquer ce phénomène est que les joints de faible désorientation possèdent une énergie et une mobilité plus faible que les joints de forte désorientation [Kaz02]. Comme il a été discuté dans la section 6-2b-3, il n'existe pas de définition de ces « faibles désorientations » dans les matériaux hexagonaux. Dans les matériaux cubiques, ces joints sont assimilés à des réseaux de dislocations et il a été établi [Rea50] que l'énergie et la mobilité de ces joints augmente avec l'angle de désorientation, en raison du rapprochement de ces dislocations. Le caractère de « forte désorientation » est alors défini par l'angle pour lequel les dislocations sont si proches que leurs coeurs se chevauchent. L'angle limite de 15°, établi dans le cas de joints tilts dans

les cubiques, est généralement utilisé comme « valeur universelle » pour tous les joints, y compris dans des matériaux hexagonaux [Chu06].

Une définition correcte des joints de faible désorientation dans les matériaux hexagonaux nécessite une connaissance complète des structures de dislocations qui les composent. À l'heure actuelle la plupart des études des propriétés des joints dans les hexagonaux s'intéressent principalement aux joints de type CSL, et nous n'avons donc pas d'information consistante sur la mobilité des joints de faible désorientation. Cependant, nous pouvons émettre l'hypothèse simple suivante:

Les joints formés par des dislocations de vecteur de Burgers différents doivent avoir des angle limite (pour les fortes désorientations) également différents.

Il existe donc certainement un couplage entre l'axe de désorientation et l'angle limite. Pour les matériaux cubiques, ce couplage a déjà été montré dans l'aluminium [Got99].

Dans le cas du Titane et du Zirconium on pense que ce couplage joue un rôle important au cours de la croissance de grains. Pour le Titane, l'évolution des figures de pôles (00.1) au cours de la croissance montre un fort renforcement des maxima (cf. fig.6-1 et 6-2), or ce renforcement des figures de pôles (00.1) a été observé lors de la simulation dans le cas d'une forte anisotropie ($\theta_m=30^\circ$). Ce critère très restrictif favoriserait alors la croissance des grains de la composante majoritaire par croissance symétrique, au détriment de toutes les autres composantes minoritaires.

Or, nous savons que cette forte anisotropie est défavorable à la rotation de la composante majoritaire de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ vers $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ observée expérimentalement, puisqu'elle bloque les joints de grains ayant un axe de désorientation proche de [00.1]. Cette « incompatibilité » sera interprétée dans la partie **c**, lors de l'analyse de la croissance anormale

4.b) Orientations basales et influence de la croissance symétrique

Selon l'état initial, différentes situations d'évolution de texture ont été observés au cours de la croissance, la figure 6-29 illustre ces schémas pour les cas de laminage à 80%: Nous avons vu au cours des chapitres précédents que des composantes basales [00.1]/DN apparaissent dans plusieurs cas. Son développement semble favorisé:

- par les fortes déformations,

Chapitre 6: Croissance de grains

- par l'addition de la déformation transverse.

En effet, cette composante ne devient importante dans le cas du laminage simple qu'après 80% de réduction, tandis qu'elle est présente dès 50% pour le laminage croisé, et pour chaque taux dans le cas du laminage transverse.

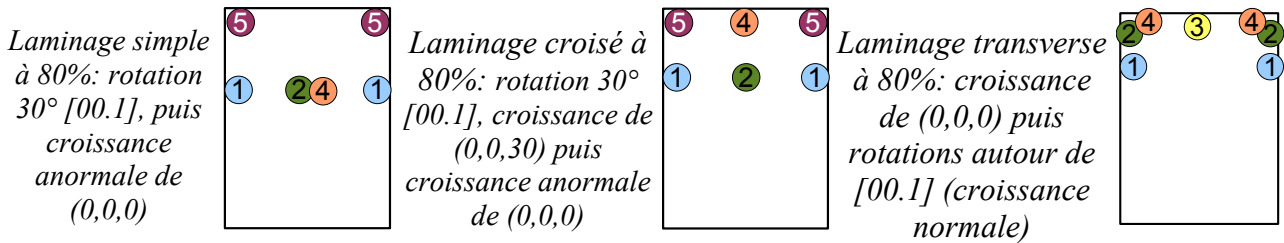
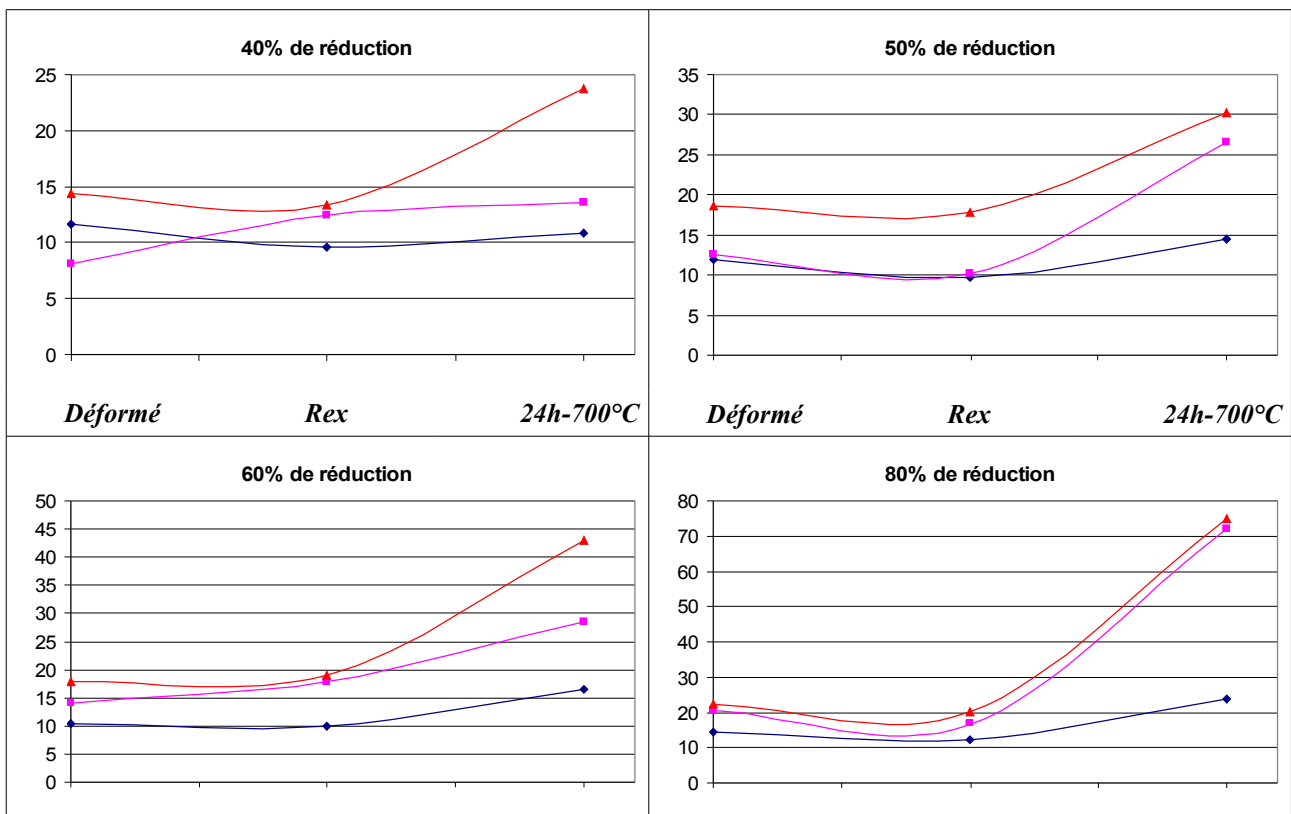
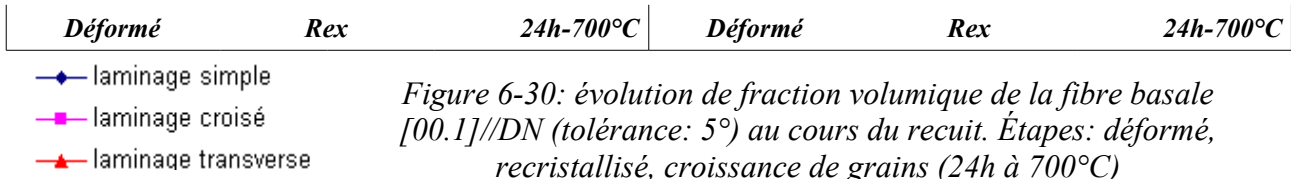


Figure 6-29: représentation schématique des évolutions de texture en croissance de grains, des matériaux laminés à 80%: maxima de FDO (coupe à $\varphi_1=0^\circ$) pour ① texture de recristallisation, ② recuit 8h, ④ recuit 24h à 700°C, ③ état intermédiaire entre ② et ④, ⑤ croissance anormale

Lors de la simulation, cette composante de texture a été développée lorsque les composantes A et B étaient totalement séparées. Cette condition provoquant l'interdiction de la recristallisation symétrique, la composante basale apparaît comme la composante la plus désorientée de la composante majoritaire. Du fait de cet avantage de désorientation, elle s'impose alors comme une composante favorisée par la croissance.





Les évolutions de texture présentées dans le chapitre 3 ont montré que cette composante se développe également dans le cas des faibles réductions. Les évolutions de fraction volumique de cette fibre sont indiquées pour tous les cas de déformation dans la figure 6-30. On peut constater que l'importance de cette composante augmente systématiquement lors de la croissance de grains, et que son développement est d'autant plus intense que sa fraction volumique initiale est forte.

Le développement de cette orientation peut également être corrélé à l'écart angulaire entre les deux maxima de la figure de pôles [00.1] dans la texture initiale (état déformé). En effet, la fraction volumique initiale est très liée à la dispersion des pôles [00.1] comme le montre la figure 6-31, les orientations proches de [00.1]//DN étant créées au cours de la déformation.

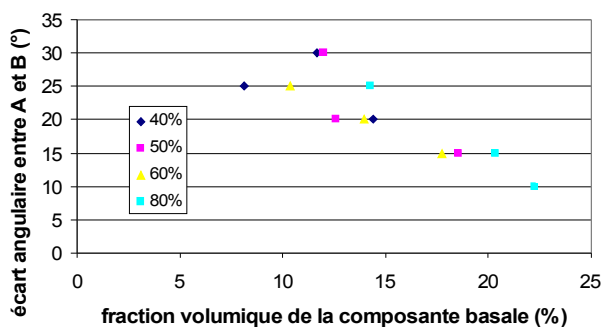


Figure 6-31: relation entre la fraction de composante basale et l'écart angulaire A-B pour les différents états déformés

Cette dispersion est peu affectée par la recristallisation primaire (cf. Fig. 6-30). Le processus de croissance de grains qui lui succède favorise globalement l'apparition de joints de faible désorientation, et les grains dont l'axe [00.1] est proche de DN sont, par leur « position intermédiaire » plus favorables à la création de ces joints que les grains des composantes A et B.

Une fois que sa fraction volumique est suffisamment importante, on observe une disparition totale des composantes A et B, comme c'est le cas après laminage transverse ou croisé à forte réduction.

Cela signifie que les grains de l'orientation basale sont moins gênés par le pinning d'orientation, car lorsque cette orientation devient majoritaire, si elle était gênée par sa forte fraction volumique on assisterait à une nouvelle croissance des composantes A et B [Men97]. Les joints entre les différents grains de cette fibre ont donc une mobilité

suffisante pour que leur expansion continue au détriment des orientations résiduelles A et B, alors minoritaires.

La figure 6-32 montre les distributions d'angles de désorientations après croissance de grains dans le cas du laminage simple et transverse à 80%. Le cas de laminage transverse, caractérisé par une forte texture basale, possède une proportion beaucoup plus importante de faibles désorientations (plutôt autour de [00.1] en raison de la texture).

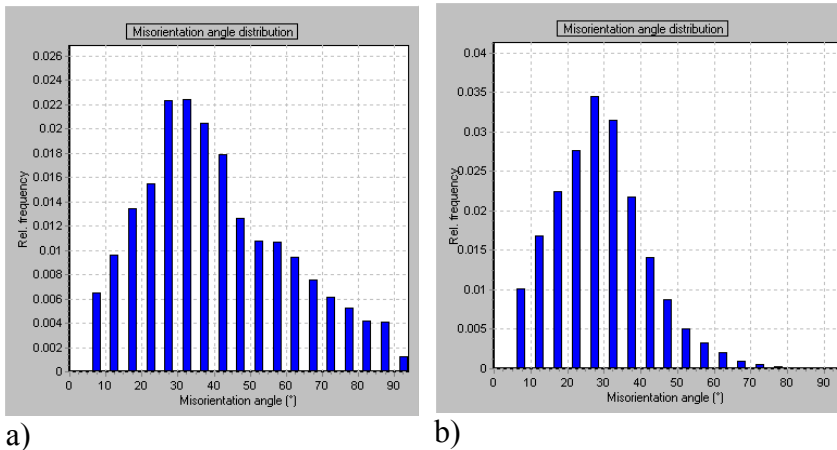


Figure 6-32: distributions des angles de désorientations dans les microstructures après 24h de traitement à 700°C pour:
 a) laminage simple à 80%
 b) laminage transverse à 80%

Il est établi qu'une plus forte proportion de faibles désorientations ralentit la croissance des grains dans le cas où une dépendance existe entre l'énergie et la mobilité des joints et leur angle de désorientation [Ma04]. Or, comme le montre le tableau 6-1, les tailles de grains mesurées après un traitement thermique identique sont très proches pour les différents modes de laminage, voire légèrement plus élevé dans le cas du laminage transverse, ce qui est contraire à l'effet d'orientation pinning.

	<i>Laminage simple</i>	<i>Laminage croisé</i>	<i>Laminage transverse</i>
80% de réduction	20.1µm	20.8µm	22.4µm

Tableau 6-1: tailles de grains mesurées par EBSD après 24h de recuit à 700°C

Le raisonnement sur la seule influence de l'angle de désorientation est donc faux, et l'influence de l'axe doit donc être prise en compte.

Les tailles de grains données dans le tableau 6-1, nous indiquent que les joints de grains du matériau laminé transverse migrent plus vite, en moyenne, que ceux du matériau laminé simple. Or, dans le cas du laminage transverse, la texture impose que ces désorientations sont principalement d'axe proche de [00.1]. On suppose donc que:

- soit la croissance symétrique ne participe pas à la croissance des grains, ce qui éliminerait la différence entre ces deux matériaux,

- soit les joints d'axe [00.1] migrent plus vite, en moyenne, que les joints d'axe quelconque,

Il est peu probable que le mécanisme symétrique ne contribue pas à la croissance des grains, car il n'existe pas de différence notable entre les tailles moyennes des grains dans les clusters et sur leurs contours.

Une mobilité globalement plus importante pour des axes proches de [00.1] pourrait résulter de l'action de joints de type CSL, mais un effet notable de ce type de joints n'est pas en accord avec les évolutions de texture observées, qui procèdent plutôt par rotation progressives des composantes majoritaires. On pense que la relation entre énergie et mobilité et axe de désorientation est plus complexe que la description qui en est généralement faite, et en particulier que l'axe de désorientation peut jouer un rôle non-négligeable dans l'évaluation de ces propriétés.

Ceci expliquerait également les difficultés rencontrées pour reproduire les textures de croissance de grains par modélisation. En effet, même dans le cas où la corrélation taille/orientation, la distribution de tailles des grains et, de fait la texture globale, sont respectées, les évolutions de texture obtenues ne sont pas satisfaisantes:

- dans le cas isotrope, chaque orientation semble avoir la même probabilité de grossir,
- le cas anisotrope favorise la croissance des grains dont l'angle de désorientation avec le reste de la population est plus important et donc la croissance symétrique.

Dans les deux cas, la texture initiale a de fortes chances d'être retenue, et paradoxalement, l'augmentation du « niveau » d'anisotropie -qui résulte d'ordinaire en un changement de texture plus rapide- ne fait qu'accroître l'action de la recristallisation symétrique.

Nous avons vu également que les hétérogénéités de texture, sous la forme de clusters, permettent de limiter l'impact de cette recristallisation symétrique. Cependant, même dans le cas d'une séparation totale des clusters, la simulation aboutit à une croissance de la composante basale, qui est moins ralentie que la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ par l'orientation pning, en raison d'une fraction volumique moins importante.

Cette différence entre le comportement observé expérimentalement et celui de la modélisation, porte également à croire que la relation simple entre les propriétés des joints et l'angle de désorientation n'est pas satisfaisante. L'étude conduite par Sawina [Saw08]

devrait apporter plus de précisions sur cette relation.

4.c) Croissance anormale

La croissance anormale des grains se produit pour les forts taux de déformation, à l'exception apparente des cas de laminage transverse. Comme le montre le tableau 6-2, elle semble débiter dans les cas observés lorsque la taille moyenne des grains dans le matériau dépasse 20 μm

<i>TGM au début de la croissance anormale</i>	<i>Laminage simple 80%</i>	<i>Laminage croisé 80%</i>	<i>Laminage croisé 60%</i>
	20.1 μm	20.8 μm	21.2 μm

Tableau 6-2: tailles de grains mesurées par EBSD au début de la croissance anormale

Si la croissance anormale était due à un blocage de la croissance normale par les précipités (conformément à la théorie développée par Hillert [Hil65]), 20 μm serait la taille limite permise par la croissance normale,.

Cependant ,ceci n'expliquerait pas le fait que la croissance anormale n'ait pas été observée dans le cas de laminage transverse à 80%, alors que la taille de grains y était supérieure.

L'existence de grains dont la taille est bien supérieure à la taille moyenne est également une condition nécessaire à la croissance anormale dans la théorie de Hillert. Nous avons vu sur les figures 6-9 et 6-10 que les distributions de tailles sont très similaires au cours de la croissance normale des différents matériaux. De plus, elles sont relativement étalées en comparaison des distributions normales exposées dans la littérature pour lesquelles la taille maximum est environ 2 fois supérieure à la taille moyenne [Hil65, Ben98].

La croissance anormale ne se produit pas dans le cas d'un assemblage idéal de grains comme celui que nous utilisons dans le modèle de Monte-Carlo, de plus Srolovitz et ses collaborateurs ont montré que l'introduction de grains anormaux -sans introduire de restrictions à la croissance- ne permet pas non plus de recréer ce phénomène [Sro85] car la distribution de taille change en faveur de la distribution « normale » qui est très robuste et stable, même en présence de fortes perturbations.

La seule différence entre les matériaux laminés simple à 80% (où la croissance anormale se produit), et transverse à 80% (dans lequel la croissance reste normale) est la texture, avec bien sûr son implication sur la distribution des désorientations. Ceci suggère une

forte influence des propriétés des joints de grains sur la croissance anormale.

À ce stade de croissance de grains déjà avancé, la taille de grains initiale a été multipliée par 7, la cause de la croissance anormale ne peut donc pas être des dislocations résiduelles dans les grains. La microstructure dans laquelle coexistent beaucoup de joints de faible désorientations et quelques joints de fortes désorientations s'apparente -à l'échelle près- au cas de début de recristallisation, où la croissance discontinue de quelques grains se produit [Hum97a,b]. Cet argument a été mis en avant par Zhu [Zhu06], qui a observé la croissance anormale du Zr-2Hf dans les cas où les distributions de désorientations contenaient le plus de faibles angles. Il est également connu que la présence d'une seule forte composante de texture ralentit la croissance des grains, et que si il existe des grains d'orientation différente alors ceux-ci ont un avantage de mobilité par rapport à la texture majoritaire pouvant entraîner la croissance anormale [Hum96].

Ici la texture après laminage transverse est la plus forte, et la microstructure qui lui est associée montre la plus forte proportions de ces « faibles désorientations », pourtant la croissance y est normale pour les mêmes conditions de recuit qui créent la croissance anormale dans le cas du laminage simple ou croisé. Le seul mécanisme d'orientation pinning ne peut expliquer ces résultats.

Nous avons suggéré dans la section précédente que les joints dont l'axe de désorientation est proche de $[00.1]$ pourraient migrer plus vite que les autres. Ils ne pourraient alors pas être considérés ici comme des joints de « faible désorientation » généraux. Les désorientations autour d'axes de faible indice sont connues pour faciliter l'apparition d'interface résultant de l'accrolement de deux plans de faible indices [Hu07], qui sont de plus en plus considérés comme pouvant être des joints spéciaux [Roh06].

Le rôle du joint de coïncidence $\Sigma 13$ (27° autour de $[00.1]$) pourrait également être invoqué pour expliquer la croissance anormale, eu égard à la forte fraction de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ dans le matériau laminé simple à 80% au moment où la croissance anormale commence (24h à 700°C , cf. Figs. 3-11 et 6-1). Cependant ceci ne peut pas expliquer l'absence de croissance anormale dans le cas du laminage transverse, qui montre une fraction importante de la composante désorientée de 27° autour de $[00.1]$ par rapport à sa composante majoritaire.

Les cas dans lesquels la croissance anormale a été observée de la manière la plus

évidente (laminage croisé à 60% et simple à 80%) sont plutôt caractérisés par une coexistence de la composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ avec des orientations de type $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=20-30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$. On pense alors que cet étalement de la texture est responsable de la croissance anormale.

Dans la mesure où le matériau laminé transverse à 80% -en débit d'une texture très marquée- atteint une taille de grain supérieure à celle du matériau laminé simple à 80%, et dans la mesure où la croissance anormale ne démarre pas, cela signifie que la caractéristique de la structure des joints de grains responsable du freinage de la croissance normale est absente de ce matériau.

Les phénomènes de croissance anormale sont associés à des joints de grains migrant plus vite que la moyenne. Nous avons évoqué précédemment la possibilité que les joints dont l'axe de désorientation est proche de $[00.1]$ migrent plus vite. Il est possible que cette bonne propension à la migration soit également responsable de l'inhibition de la croissance anormale. Si cette hypothèse était valide, alors la croissance anormale se produirait en raison de:

- premièrement, un freinage de la croissance normale en raison d'une force motrice diminuée,
- deuxièmement, une mobilité accrue pour certains joints, qui permet d'entamer la croissance exagérée d'une faible proportion des grains.

Cette hypothèse permettrait alors d'expliquer pourquoi la croissance anormale se produit dans les cas où la texture est la moins marquée, ce qui va à l'encontre de l' « effet de texture » généralement observé.

Dans le cas du laminage transverse elle serait alors absente en raison d'une migration généralement rapide, avec des variations moins importantes des propriétés des joints de grains que dans le cas des textures plus étalées.

6.5. Conclusions

Les mécanismes responsables du changement de texture au cours de la croissance des grains ont été analysés dans ce chapitre. L'observation des évolutions expérimentales de texture du Titane commercialement pur a permis de confirmer l'hypothèse que cette évolution est dirigée par le pinning d'orientation, qui ralentit la croissance des orientations

proches de la composante majoritaire de texture. De plus, le rôle de la corrélation taille/orientation à également été confirmé.

L'utilisation de la modélisation a permis de rendre compte de la très forte influence de la croissance symétrique des grains dont l'axe $\langle c \rangle$ est incliné vers +DT et -DT sur l'évolution de texture. Nous avons également montré que ce phénomène, qui favorise la rétention de la texture au cours de la croissance, est limité par la présence des hétérogénéités de texture.

La simulation a par ailleurs permis de constater que le pinning d'orientation et la corrélation taille/orientation sont nécessaires pour reproduire l'évolution de texture mais qu'ils ne fournissent pas une condition suffisante. Il est notamment nécessaire d'établir une description de l'anisotropie des propriétés des joints de grains dans le Zirconium et le Titane. La description qui est utilisée par défaut, basée sur des données obtenues dans le cas des matériaux cubiques (Read-Shockley) s'avère clairement insuffisante.

Nos résultats suggèrent que les joints d'axe proche de $[00.1]$ peuvent présenter des propriétés particulières, qui pourraient résulter d'une plus grande probabilité d'être constitués de deux plans de faibles indices cristallins (basal-basal ou prismatique-prismatique). Cette hypothèse fournirait une explication satisfaisante aux différences de comportement entre les matériaux issus du laminage simple et transverse à 80%, en particulier concernant la croissance anormale.

Conclusions générales

Le travail de thèse de N. Dewobroto a permis en 2004 une inspection détaillée des mécanismes de recristallisation dans le Zr702 laminé à 80%. Il a formulé l'hypothèse que l'évolution de texture, observée principalement au cours de la croissance de grains, découlait d'une croissance faiblement orientée des grains recristallisés. Cette croissance orientée confère aux grains de la composante g(rex) un avantage de taille en fin de recristallisation, qui leur permet de grossir au détriment des autres au cours de la croissance, et ainsi d'imposer leur orientation dans la texture globale.

L'objectif premier de la présente thèse était d'étudier l'influence de la déformation initiale sur l'évolution de texture en recristallisation, afin d'observer le comportement du Zirconium d'une manière plus générale, et d'établir les mécanismes fondamentaux de cette évolution.

Il a donc été entrepris d'étudier la recristallisation pour des cas de laminage avec:

- différents taux de réduction, afin de créer des microstructures avec différents niveaux de déformation, de manière à créer des environnements variés pour observer l'apparition et la croissance des nouveaux grains,
- des directions de laminage différentes, afin de comparer, dans les cas où la microstructure déformée est similaire, l'effet d'une différence de texture initiale sur les évolutions de texture.

L'analyse des évolutions de microstructure et de texture au cours de la déformation a permis de mieux comprendre les mécanismes de formation des textures au cours du laminage du Zr702. Nous avons travaillé à partir de tôles recuites de 7 μ m de taille de grains dans lesquelles le maillage était très peu actif, et il a notamment été montré que la déformation par glissement s'accumule aux abords des joints de grains en raison d'incompatibilités de déformation plastique entre grains voisins. Cette accumulation résulte en la fragmentation des grains initiaux, créant des sous grains aux abords des joints qui ont été observés dès 40% de taux de réduction:

- les fragments se forment par création de sous-joints d'axe de désorientation [00.1], dont l'activité du glissement prismatique est probablement responsable,

- dans le cas du laminage transverse, les différents grains ont montré une accommodation de la déformation plus hétérogène que dans le cas du laminage simple. Cela s'est d'une part manifesté par une création de fragments de plus faible épaisseur vers 50% de réduction. D'autre part, après 80% certains grains ont montré des formes encore quasi-équiaxes qui n'ont pas été observées pour les autres modes de laminage.

Des zones très déformées se développent au cours du laminage. L'orientation de ces zones ne peut être mesurée directement par EBSD car l'indexation des clichés de diffraction y est très difficile, mais dans le cas du laminage simple l'observation des orientations des grains germant dans ces zones n'ont pas montré de différence avec la texture de déformation. Dans le cas du laminage transverse, la différence de texture entre DRX et EBSD sur un échantillon déformé à 50% a montré que ces zones ont une orientation préférentielle de type $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=15^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$.

D'une manière générale, l'évolution de texture au cours du laminage peut être décrite comme un rapprochement des axes $[00.1]$ vers la direction normale de la tôle, et un alignement des axes $\langle 10.0 \rangle$ avec la direction de laminage. Nous avons également noté que l'addition du laminage dans la direction transverse renforce ce rapprochement à la direction normale, et provoque également un déplacement de certains pôles $[00.1]$ vers la direction de laminage initiale.

L'analyse systématique des évolutions de texture globale au cours du recuit dans les différents cas s'est révélée riche en informations, et nous avons pu constater que de nombreux comportements sont permis dans le Zirconium, notamment:

- des comportements similaires à celui observé après laminage simple à 80%,
- des cas d'évolution de texture en début de recristallisation,
- des cas où la texture est stable en recristallisation comme en croissance de grains,
- des cas où l'évolution de texture en croissance de grains suit deux tendances consécutives.

D'une manière générale, l'influence de la microstructure déformée s'est révélée prépondérante dans les cas où l'évolution de texture se produisait pendant la recristallisation primaire, alors que les évolutions de texture en croissance de grains

étaient plutôt influencées par la texture initiale.

Nous avons notamment montré que la germination orientée était possible dans le cas de faibles déformations, lorsque la fragmentation débute dans la microstructure déformée. Dans ce cas, il existe peu de sites de germination, et ceux-ci possèdent une orientation préférentielle différente de la composante majoritaire de la texture de déformation. Les nouveaux grains ne sont donc pas à même de reproduire la texture de déformation, et le changement de texture s'opère très vite, à mesure que ces grains remplacent la matrice déformée.

Des évolutions de texture en recristallisation primaire ont également été observées après laminage transverse. L'analyse des premiers stades de recristallisation dans ce cas a montré que la texture en nombre des premiers grains recristallisés était relativement proche de la texture de déformation, mais que leur texture volumique reproduisait plutôt la texture de recristallisation. Nous avons interprété ce cas comme une « germination orientée », par égard à la forte similitude de texture entre les premiers grains et la microstructure recristallisée. Mais il est intéressant de mentionner qu'il est plus proche d'un cas de « croissance orientée des germes », ce qui le rendrait différent du cas de germination orientée exposé précédemment.

L'analyse de ce cas permet de souligner que la texture des premiers grains à 10% de recristallisation n'apporte pas toujours l'information nécessaire pour distinguer les influences de la croissance et de la germination. Il a été montré que la texture en nombre de ces grains apporte un complément d'information, et permet notamment de décorréler les tailles et les orientations des nouveaux grains.

Dans les cas de laminage transverse, nous avons montré que le changement de texture s'opère invariablement par:

- une rotation de 30° de la composante de déformation de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$ à $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=0^\circ\}$ pendant la recristallisation primaire, causée par une orientation préférentielle des zones les plus déformées ($\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=0^\circ\}$),
- un renforcement progressif de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ au cours de la croissance de grains, dont l'amplitude dépend de l'intensité de la texture initiale.

Pour le laminage simple et croisé à des taux de réduction d'au moins 50%, il n'existe pas d'orientation caractéristique de chaque type de sous-structures. La germination est donc

non orientée, et s'accompagne d'une rétention de la texture de déformation au cours de la recristallisation primaire.

Nous avons montré que l'évolution de texture au long du recuit dans les cas de laminage simple et croisé à 80% était dû à la croissance orientée des grains de la composante g(rex). Cette croissance orientée résulte d'un « pinning » de l'orientation majoritaire se produisant principalement au sein des amas de nouveaux grains. À la fin de la recristallisation primaire, les maxima des fonctions de texture sont généralement conservés, et le signe de l'évolution de texture est la corrélation entre taille et orientation des grains, qui permet de prédire la texture après croissance de grains.

Une différence notable entre les microstructures déformées à 50% et 80% existe cependant, qui est responsable de l'apparition ou non de la corrélation taille orientation en fin de recristallisation. Dans le cas de réductions à 50%, en raison d'une faible fraction des zones très déformées, la germination est moins dense et surtout mieux répartie dans la microstructure, ce qui donne moins d'importance à la compétition de croissance entre les grains et permet donc de retarder cette sélection de croissance. Du fait de sa texture initiale moins marquée, le pinning y est par ailleurs beaucoup moins important, ce qui confère également à sa texture une stabilité pendant la croissance de grains.

	<i>Laminage simple</i>	<i>Laminage croisé</i>	<i>Laminage transverse</i>
40%			
50%			
60%			
80%			

Les évolutions dues aux mécanismes de recristallisation sont résumées dans le tableau ci-dessus:

- en rouge, les évolutions rapides liées à la germination orientée,
- en vert, les évolution dues à la croissance faiblement orientée, qui se poursuivront au cours de la croissance de grains,
- en bleu, les cas où la texture est très stable, en raison d'une absence des deux mécanismes précédents.

Dans le cas du laminage simple et croisé à 60% et 80%, ces évolutions de texture consistent en une rotation de la composante majoritaire de $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=0^\circ\}$ vers $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2=30^\circ\}$ (rotation autour de l'axe [00.1]), qui s'accompagne d'un renforcement de la composante basale ([00.1]//DN) lorsque cette composante était initialement marquée dans la texture de déformation (inclinaison faible des axes [00.1] de la composante majoritaire par rapport à DN).

D'une manière générale, la distribution des axes [00.1] évolue peu lors de la recristallisation, et aux premiers stades de la croissance de grains. Ce n'est qu'à partir de recuits prolongés que la composante basale peut devenir lentement majoritaire, puis dominer la texture.

Les résultats expérimentaux ont montré qu'une fois cette composante majoritaire, les deux composantes symétriques $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi, \varphi_2\}$ et $\{\varphi_1=180^\circ, \Phi, \varphi_2\}$ disparaissent totalement, au profit d'une texture purement basale. La texture peut alors évoluer par rotations autour de l'axe [00.1], qui s'expliquent par le mécanisme d'orientation pinning.

Le travail de modélisation de l'étape de croissance de grains qui a été entrepris a permis de mettre en avant l'importance des caractéristiques microstructurales, notamment:

- l'importance de la corrélation entre taille et orientation en fin de recristallisation a été clairement démontrée,
- les hétérogénéités de texture du Titane et du Zirconium, en limitant la croissance symétrique, favorisent les évolutions de texture par rotation autour de l'axe [00.1], ainsi que le développement de la composante basale,
- nous avons également montré qu'une description des propriétés de joints de grains basée sur un critère d'angle de désorientation n'est pas suffisante pour expliquer les changements de texture en croissance de grains dans les matériaux hexagonaux comme le Titane et le Zirconium.

Les résultats expérimentaux concernant la croissance anormale corroborent ce dernier point. En effet, il a été montré que la croissance anormale, n'étant pas causée par une limite à la taille de grains, doit être induite par la texture. Or, elle ne s'est pas produite dans les cas où, la texture étant la plus forte, la proportion de faibles angles de désorientation était la plus importante; ce qui est en désaccord avec la théorie établie pour les métaux cubiques. Les résultats ont montré que la croissance anormale de la

composante $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=0^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$ se produisait au contraire lorsque les textures étaient moins marquées, et que la composante basale était minoritaire par rapport aux composantes symétriques (axes [00.1] basculés de part et d'autres de DN). Dans ce cas, les grains de la composante basale posséderaient des joints de faible vitesse de migration avec les grains des composantes symétriques, et des joints pouvant migrer plus vite avec les autres grains de la composante basale.

Ceci porte à croire que cette croissance anormale est causée par des propriétés spéciales des joints d'axe de désorientation [00.1], donc nous supposons qu'elles résultent d'une meilleure configuration des plans de joints (accolements de plans de faibles indices cristallins).

Pour résumer, le travail présenté ici apporte des connaissances nouvelles concernant les évolutions de texture au cours du recuit dans le Zirconium laminé sous différentes conditions. Nous avons montré que ces évolutions peuvent survenir pendant la recristallisation primaire, aussi bien qu'en croissance de grains.

L'influence de la déformation initiale sur ces évolutions de texture a également été montrée, et nous soulignons ici son importance lors de la mise en forme de ces métaux, les hétérogénéités de déformations pouvant conduire à des hétérogénéités de texture dans les pièces industrielles.

Ces évolutions ont été expliquées sur la base d'étude microstructurales et à partir de l'analyse des textures et nous avons montré que l'anisotropie des propriétés des joints de grains joue un rôle majeur dans la plupart des cas.

Il est à présent nécessaire d'acquérir une meilleure connaissance de ces propriétés, afin de valider les hypothèses émises, et d'évaluer l'influence réelle de cette anisotropie dans le cas des métaux de structure hexagonale.

La modélisation des structures atomiques des joints de grains -notamment des joints de faibles désorientations- couplée à des mesures expérimentales de mobilité semble constituer une suite intéressante à ce travail.

Références:

- [Ada98] B. L. Adams, D. Kinderlehrer, W. W. Mullins, A. D. Rollett, Shlomo Ta'asan; *Scripta Materialia*; Vol. 38-4 (1998); p531
- [Akh71] A. Akhtar, A. Teghtsoonian; *Acta Metallurgica*; Vol. 19 (1971); p655
- [Akh73a] A. Akhtar; *Journal of Nuclear Materials*; Vol. 47 (1973); p79
- [Akh73b] A. Akhtar; *Acta Metallurgica*; Vol. 21 (1973); p1
- [Akh75] A. Akhtar; *Metallurgical Transactions*; Vol. 6A (1975); p1105
- [And84] MP Anderson, DJ Srolovitz, GS Grest, PS Sahni; *Acta Metallurgica*; Vol. 32-5 (1984); p783
- [Bar02] P. Barberis, E. Ahlberg, N. Simic, D. Charquet, C. Lemaignan, M. Dahlback, M. Limback, P. Tagstrom, B. Lehtinen; *"Zirconium in the nuclear industry": 13th International Symposium, ASTM STP 1423*; G.D. Moan et P. Rudlings Eds (2002); p33
- [Bar07] L.A. Barrales-Mora, V. Mohles, P.J. Konijnenberg, D.A. Molodov; *Computational Materials Science*; Vol. 39 (2007); p160
- [Bat97] P. Bate, B. Hutchinson; *Scripta Materialia*; Vol. 36-2 (1997); p195
- [Bec50] P.A. Beck, P.R. Sperry; *Journal of applied physics*; Vol. 21 (1950); p150
- [Bec53] P.A. Beck; *Acta Metallurgica*; Vol.1 (1953); p230
- [Bec94] J.L. Bechade, B. Bacroix, R. Guillen; *Materials Science Forum*; Vol. 157 (1994); p617
- [Bel77] S.P. Bellier, R.D. Doherty; *Acta Metallurgica*; Vol. 25 (1977); p521
- [Ben06] T.A. Bennett, A.D. Rollett, P.N. Kalu; *Proceedings of the International Symposium on Advanced Steels*; J.A. Szpunar and H. Li Eds (2006); p217
- [Ben98] W.E. Benson, J.A. Wert; *Acta Materialia*; Vol. 46 (1998); p5323
- [Bin02] J.F. Bingert, T.A. Mason, G.C. Kaschner, P.J. Maudlin, G.T. Gray III; *Metallurgical and Material Transactions*; Vol. 33A (2002); p955
- [Boz05] N. Bozzolo, N. Dewobroto, T. Grosdidier, F. Wagner; *Materials Science and Engineering A*; Vol. 397 (2005); p346
- [Boz07a] N. Bozzolo; *Thèse d'Habilitation à Diriger des Recherches*; Université de Metz (soutenance prévue le 3 mars 2008)
- [Boz07b] N. Bozzolo, F. Gerspach, G. Sawina, F. Wagner; *Journal of Microscopy*; Vol. 227 (2007); p275
- [Boz07c] N. Bozzolo, G. Sawina, F. Gerspach, K. Sztwiertnia, A.D. Rollett, F. Wagner; *Materials Science Forum*; Vol. 558 (2007); p1163
- [Bry77] A. A. Bryukhanov, V. S. Ivani, A. I. Vasylyv, I. A. Moroz; *Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov*; Vol. 6 (1977); p71

- [Bun69] H. J. Bunge; *Mathematische Methoden der Texturanalyse*; Academic Verlag Berlin (1969)
- [Bun82] H. J. Bunge; *Texture Analysis in Materials Science*; Butterworth, London (1982)
- [Bur31] W.G. Burgers, P.C. Louwerse; *Zeitschrift fur Physik*; Vol. 67 (1931); p605
- [Bur52] J.E. Burke, D. Turnbull; *Progress in Metal Physics*; Vol.3 (1952); p220
- [Cah49] R.W. Cahn; *Journal of the Institute of Metals*; Vol. 76 (1949); p121
- [Cah50] R. W. Cahn; *Proceedings of the Physical Society Section A*; Vol. 63 (1950); p323
- [Cah65] R.W. Cahn; Recrystallization Mechanisms; in "*Recrystallization, Grain growth and Textures*"; p99
- [Cah70] R.W. Cahn; *Physical Metallurgy (second edition)*; North-Holland (1970)
- [Cha02] D. Chaubet, B. Bacroix, J.L. Bechade; *Materials Science Forum*; Vol. 408 (2002); p797
- [Chu06] Y.B. Chun, S.L. Semiatin, S.K. Hwang; *Acta Materialia*; Vol. 54 (2006); p3673
- [Con81] H. Conrad; *Progress in Materials Sciences*; Vol 26-2 (1981); p199
- [Der01] J.L. Derép; *Thèse doctorat*, Ecole centrale de Lyon (1981)
- [Dew04] N. Dewobroto; "Etude de l'évolution de texture pendant la recristallisation et la croissance de grains d'alliages de Titane et de Zirconium"; Thèse de l'Université de Metz (2004)
- [Dew05] N. Dewobroto, N. Bozzolo, F. Wagner; *Proceedings of ICOTOM 14 - Materials Science Forum*; Vol. 495 (2005); p711
- [Dew06] N. Dewobroto, N. Bozzolo, P. Barberis, F. Wagner; *International Journal of Materials Research*; Vol. 97 (2006); p826
- [Dil72] I.L. Dillamore, P.L. Morris, C.J.E. Smith, W.B. Hutchinson; *Proceedings of the Royal Society Section A*; Vol. 329 (1972); p405
- [Dil74] I.L. Dillamore, H. Kato; *Metal Science*; Vol. 8 (1994); p73
- [Doh84] R.D. Doherty, J.A. Szpunar; *Acta Metallurgica*; Vol. 32-10 (1984); p1789
- [Doh97]; R.D. Doherty; *Progress in Material Science*; Vol. 42 (1997); p39
- [Doh97] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen and A. D. Rollett; *Materials Science and Engineering*; Vol. A238 (1997); p219
- [Doh98] R.D. Doherty, L-C. Chen, I. Samajdar; *Materials Science and Engineering*; Vol. 257A (1998); p18
- [Dri95] J.H. Driver; *Journal de Physique IV*; Vol. 5 (1995); p19
- [Dun07] J.W.C. Dunlop, Y.J.M. Bréchet, L. Legras, H.S. Zurob; *Journal of Nuclear Materials*; Vol. 366 (2007); p178

- [Eng87] O. Engler, J. Hirsch, K. Lucke; *Proceedings of the eighth International Conference on Texture of Materials* (1987); ; p637
- [Eng98] O. Engler; *Acta Materialia*; Vol. 46 (1998); p1555
- [Eng99] O. Engler, M-Y. Huh; *Materials Science and Engineering*; Vol. A271 (1999); p371
- [Fra01] H. Francillette, B. Bacroix, R.A. Lebensohn, J.L. Bechade; *Journal de Physique IV*; Vol. 11 (2001); p4
- [Fra88] F.C . Frank; *Metallurgical Transactions*; 19A (1988); p403
- [Fra97] H. Francillette; Thèse de l'Université de Paris Nord (1997)
- [Gle69a] H. Gleiter; *Philosophical magazine*; Vol. 20 (1969); p821
- [Gle69b] H. Gleiter; *Acta Metallurgica*; Vol. 17 (1969); p565
- [Gle71] H. Gleiter; *Physica statu solidii* (b); Vol. 45 (1971); p9
- [Got01] G. Gottstein, D.A. Molodov, L.S. Shvindlerman, M. Winning; Grain boundary dynamics in crystalline solids; *Materials for the third Millenium* (2001), Oxford & IBH; p237
- [Got78] G. Gottstein, H.C. Murmann, G. Renner, C. Simpson, K. Lücke; *Proceedings of the fifth International Conference on Texture of Materials*; Springer-Verlag Belin (1978); p521
- [Got99] G. Gottstein, L.S. Shvindlerman; *Grain Boundary Migration in Metals*; CRC Press, Florida (1999)
- [Gre73] J. Grewen; *Procceedings du 3ème colloque Européen sur les textures de déformation et de recristallisation des métaux*; R. Penelle Ed. (1973); p195
- [Gui04] G. Guiglionda, A. Borbély, J. H. Driver; *Acta Materialia*; Vol. 52 (2004); p3413
- [Han01] N. Hansen; *Metallurgical and Material Transactions*; Vol. 32A (2001); p2917
- [Hei91] A. Heinz, P. Neumann; *Acta Crystallographica*; Vol. A47 (1991); p780
- [Her52] C. Herring; in "*Structure and Properties of Solid Surfaces*"; R. Gomer et C.S. Smith, Eds, University of Chicago Press, Chicago (1952)
- [Hig66] G.T. Higgins; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 236 (1966); p1758
- [Hil65] M. Hillert; *Acta Metallurgica*; Vol. 13 (1965); p227
- [Hol03] E.A. Holm, M.A. Miodownik, A.D. Rollett; *Acta Materialia*; Vol. 50 (2003); p2701
- [Hor79] E. Hornbogen; *Metallurgical Transactions*; Vol. 10A (1979); p947
- [Hu07] Y. Hu, V. Randle; *Scripta Materialia*; Vol. 56 (2007); p1051
- [Hu62] H. Hu; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 224 (1962); p75
- [Hu68] H. Hu, R.S. Cline; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 242 (1968); p1013
- [Hug97] D.A. Hughes, N. Hansen; *Acta Materialia*; Vol. 45 (1997); p3871

- [Huh01] M.Y. Huh, S.Y. Cho, O. Engler; *Materials Science and engineering*; Vol. A315 (2001); p35
- [Hum01] F. J. Humphreys; *Journal of Microscopy*; Vol. 201 (2001); p50
- [Hum96] F.J. Humphreys, M. Hatherly; "*Recrystallization and related annealing phenomena*"; Pergamon Press, Oxford (1996)
- [Hum97a] F.J. Humphreys; *Acta Materialia*; Vol. 45-10 (1997); p4231
- [Hum97b] F.J. Humphreys; *Acta Materialia*; Vol. 45-12 (1997); p5031
- [Ibe65] G. Ibe, K. Lücke; discussion: Growth selection during recrystallization of single crystals; in "*Recrystallization, Grain growth and Textures*"; p434
- [Ino78] Y. Inokuti, R.D. Doherty; *Acta Metallurgica*; Vol. 26 (1978); p61
- [Ino88] H. Inoue, N. Inakazu; *Proceedings of the eighth International Conference on Texture of Materials* (1987); p997
- [Ino90] H. Inoue, N. Inakazu; *Proceedings of Recrystallization'90*; T. Chandra Ed. (1990); p687
- [Isa87] M.G. Isaenkova, V.P. Pavelko, Yu.A. Perlovich; *Soviet atomic energy*; Vol. 62 (1987); p204
- [Jaz04] H. Jazaeri and F. J. Humphreys; *Acta Materialia*; Vol. 52-11 (2004); p3239
- [Juu91] D. Juul Jensen, N. Hansen; *Proceedings of ICSMA 9*; Freund, London (1991); p179
- [Juu95] D. Juul Jensen; *proceeding of 16th Riso Int. Symposium*; N. Hansen et al. Eds (1995); p119
- [Kal72] K. Kallström; *Canadian Metallurgical Quarterly*; Vol. 11 (1972); p185
- [Kaz02] A. Kazaryan, Y. Wang, S. A. Dregia, B. R. Patton; *Acta Materialia*; Vol. 50 (2002); p2491
- [Ker84] R. Kern, J. Grewen, H.J. Bunge; *Proceedings of the seventh international conference on textures of materials*; Vol. 1, Hollande (1984); p257
- [Koc81] U.F. Kocks, G.R. Canova; *2nd Riso Int. Symposium on Metallurgy and Materials Science*; Røskilde, Danemark (1981); p35
- [Kuh91] D. Kuhlman-Wilsdorf, N. Hansen; *Scripta Metallurgica et Materialia*; Vol. 25 (1991); p1557
- [Leb93] R.A. Lebensohn, C.A. Tome; *Acta Metallurgica et Materialia*; Vol. 41 (1993); p2611
- [Li62] J.C.M. Li; *Journal of applied physics*; Vol. 33 (1962); p2958
- [Luc70] K. Lucke, R. Rixen; *Metallurgical Transactions*; Vol. 1 (1970); p259
- [Ma04] N. Ma, A. Kazaryan, S.A. Dregia, Y. Wang; *Acta Materialia*; Vol. 52 (2004); p3869
- [Mar64] J.L. Martin, R.E. Reed-Hill; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 230 (1964); p780
- [McG51] R.K. Mc Geary, B. Lustman; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 191 (1951); p994
- [McG53] R.K. Mc Geary, B. Lustman; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 197 (1953); p284

- [Men96] K. Menhert, P. Klimanek; *Computational Materials sciences*; Vol. 9 (1997); p261
- [Men97] K. Menhert, P. Klimanek; *Computational Materials Science*; Vol. 9 (1997); p261
- [Mir00] A. Miroux, H. Réglé, B. Bacroix; *Proceeding of 21th Riso Int. Symposium* (2000); p439
- [Mir06] S.Yu. Mironov, G.A. Salishchev, M.M. Myshlyaev, R. Pippan; *Materials Science and Engineering*; Vol. 418 (2006); p257
- [Mol97] D.A. Molodov, G. Gottstein, F. Heringhaus, L.S. Shvindlerman; *Scripta Materialia*; Vol. 37 (1997); p1207
- [Mol98] D.A. Molodov, G. Gottstein, F. Heringhaus, L.S. Shvindlerman; *Acta Materialia*; Vol. 46 (1998); p1207
- [Nak78] S. Naka; Thèse de l'université Paris XI (1978)
- [Nov99] V.Yu. Novikov; *Acta Materialia*; Vol. 47-6 (1999); p1935
- [Oro42] E. Orowan; *Nature*; Vol. 149 (1942); p643
- [Par67] P.A. Partridge; *Metallurgical review*; Vol. 12 (1967); p169
- [Phi83] M.J. Philippe; Thèse de l'Université de Metz (1983)
- [Phi87] M.J. Philippe, F. Wagner, C. Esling; *Proceedings of the eighth international conference on textures of materials* (1987); p837
- [Phi98] M.J. Philippe, E. Bouzy, J.J. Fundenberger; *Materials Science Forum*; Vol 273 (1998); p511
- [Ran07] V. Randle, G. Rohrer, C. Kim, Y. Hu; *Acta Materialia*; Vol. 54 (2006); p4489
- [Rap55] E.J. Rapperport; *Acta Metallurgica*; Vol. 3 (1955); p204
- [Rap59] E.J. Rapperport; *Acta Metallurgica*; Vol. 7 (1959); p254
- [Rea50] W.T. Read, W. Shockley; *Physical review*; Vol. 78 (1950); p275
- [Rea53]; W.T. Read; in "*Dislocations in crystals*", McGraw Hill (1953)
- [Ree65] R. E. Reed-Hill, E.R. Buchanan, F.W. Caldwell Jr; *Transaction of TMS AIME*; Vol. 233 (1965); p1716
- [Reg01] H. Réglé; *Proceedings of the 1st International conference on ReX&GG*; G. Gottstein, D.A. Molodov, Eds, Springer-Verlag, Aachen (2001); p707
- [Rol02] A.D. Rollett, M.L. Taheri, B.S. El-Dasher; *Proceedings of Plasticity'02*; A.s. Khan et O. Lopez-Pamies Eds, Aruba, NEAT Press (2002); p42
- [Rol04] A.D. Rollett, P. Manohar; *Continuum Scale of Engineering Materials: Fundamentals-Microstructure-Process applications*; D. Raabe, F. Roters, F. Barlat et L-Q Chen Eds (2004); p76
- [Sal95] A. Salinas-Rodriguez; *Acta Metallurgica et Materialia*; Vol. 43 (1995); p495
- [Saw07] G. Sawina, F. Gerspach, N. Bozzolo, K. Sztwiertnia; Analysis of misorientations in Ti grade2, *Proceedings of SOTAMA* (2007)

- [Saw08] G. Sawina; Thèse de doctorat, Université de Metz, soutenance prévue en mars 2008
- [Sch97] R. A. Schwarzer; *Micron*; Vol. 28-3 (1997); p249
- [Seb02] R. Sebald, G. Gottstein; *Acta Materialia*; Vol. 50-6 (2002); p1587
- [Son95] S.G. Song, G.T. Gray III; *Acta Metallurgica et Materialia*; Vol. 43 (1995); p2325
- [Sro85] D.J. Srolovitz, G.S. Grest, M.P. Anderson; *Acta Metallurgica*; Vol. 33 (1985); p2233
- [Suw03] S. Suwas, A.K. Singh; *Materials Science and engineering*; Vol. A356 (2003); p368
- [Tao05] X. Tao, A. Eades; *Microscopy & Microanalysis*; Vol. 11 (2005); p79
- [Tar02] J. Tarasiuk, Ph. Gerber, B. Bacroix; *Acta Materialia*; Vol. 50 (2002); p1467
- [Ten72a] E. Tenckhoff; *Zeitschrift für Metallkunde*; Vol. 63 (1972); p192
- [Ten72b] E. Tenckhoff; *Zeitschrift für Metallkunde*; Vol. 63 (1972); p729
- [Ten80] E. Tenckhoff; Verformungsmechanismen, *Textur und Anisotropie in Zirkonium und Zircaloy*; Borntraeger Verlagsbuchhandlung, Science Publishers, Stuttgart (1980)
- [Ten88] E. Tenckhoff; *Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in zirconium and zircaloy*; ASTM special technical publication STP966
- [Tys67] W. Tyson; *Acta Metallurgica*; Vol. 15 (1967); p574
- [Wag02] F. Wagner, N. Bozzolo, N. Dewobroto, N. Gey; *Materials Science Forum*; Vols. 408-412 (2002); p143
- [Wag96] F. Wagner, M. Humbert, J. Muller, C. Esling; *Textures and Microstructures*; Vol. 25 (1996); p197
- [Wal63] J.L. Walter, E.F. Koch; *Acta Metallurgica*; Vol. 11 (1963); p923
- [Wan03] Y. N. Wang, J. C. Huang; *Materials Chemistry and Physics*; Vol. 81 (2003); p11
- [Wri06] S.I. Wright, M.M. Nowell; *Microscopy & Microanalysis*; Vol. 12 (2006); p72
- [Wri99] S.I. Wright; *Proceedings of the twelfth International Conference on Texture of Materials*; p105
- [Zhu06] K. Zhu; Thèse de doctorat, Université Paris XIII (2006)
- [Zhu97] Z.S. Zhu, R.Y. Liu, M.G. Yan, C.X. Cao, J.L. Gu, N.P. Chen; *Journal of Materials Science*; Vol. 32 (1997); p5163