



**HAL**  
open science

# Etude de l'évolution de texture lors de la recristallisation et de la croissance de grains d'alliages de titane et de zirconium

Natanael Dewobroto

► **To cite this version:**

Natanael Dewobroto. Etude de l'évolution de texture lors de la recristallisation et de la croissance de grains d'alliages de titane et de zirconium. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2004. Français. NNT : 2004METZ012S . tel-01750131

**HAL Id: tel-01750131**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750131v1>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

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

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

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

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

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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



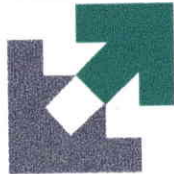
INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE ET PRODUCTIQUE

Ecole Doctorale Energie Mécanique Matériaux

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° Inv.	20040345
Cote	S/M <sub>3</sub> 04/12

# THESE

Présentée à



L'UNIVERSITE DE METZ

Par

**Natanael DEWOBROTO**

Pour l'obtention du grade de :

**Docteur de l'Université de Metz**

*Spécialité : Sciences de l'Ingénieur*

*Option : Sciences des Matériaux*

**ETUDE DE L'EVOLUTION DE TEXTURE LORS DE LA  
RECRISTALLISATION ET DE LA CROISSANCE DE  
GRAINS D'ALLIAGES DE TITANE ET DE ZIRCONIUM**

**Soutenu le 17 Novembre 2004 à 14<sup>H</sup>30 à Metz devant le jury composé de :**

M <sup>r</sup> G. GOTTSTEIN	Professeur à l'Université de RWTH-Aachen (Allemagne)	Rapporteur
M <sup>r</sup> J. DRIVER	Directeur de Recherches à l'Ecole Nationale Supérieure Des Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
M <sup>r</sup> D. RAABE	Professeur à l'Université de RWTH-Aachen (Allemagne)	Examineur
M <sup>r</sup> P. BARBERIS	Docteur Ingénieur, Ingénieur de Recherche à CEZUS	Examineur
M <sup>lle</sup> N. BOZZOLO	Maître de Conférence à l'Université de Metz	Encadrant de Thèse
M <sup>r</sup> F. WAGNER	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse

*Laboratoire d'Etudes des Textures et Applications aux Matériaux - CNRS UMR 7078  
Ile du Saulcy 57045 METZ Cedex 01*

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



031 536082 6



## REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire d'Etudes des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM) de l'Université de Metz sous la direction de M. Prof. F. WAGNER et Mlle. N. BOZZOLO, que je tiens vivement à remercier pour la manière dont ils ont su diriger cette étude, les précieux conseils qu'ils m'ont donnés, la confiance qu'ils ont témoignée et l'autonomie qu'ils m'ont laissée.

Je remercie également :

- Monsieur G. GOTTSTEIN, Professeur à l'Université de RWTH-Aachen (Allemagne) qui a accepté de présider le jury de cette thèse,
- Monsieur J. DRIVER, Directeur de recherches à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne qui a consenti à être rapporteur de ce travail.
- Monsieur D. RAABE, Professeur à l'Université de RWTH-Aachen (Allemagne) d'avoir accepté d'examiner cette étude et de m'avoir donné une opportunité de faire une recherche post-doctorale à Max Planck Institut für Eisenforschung de Düsseldorf, Allemagne. Je remercie également P. BARBERIS, Ingénieur de Recherche à CEZUS, d'avoir accepté d'examiner cette étude et d'être membres du jury.

Que toutes les personnes que j'ai côtoyé quotidiennement ou occasionnellement trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et de toute ma reconnaissance.

- Monsieur J.J. FUNDENBERGER et Monsieur C. LARUELLE, qui ont réalisé des logiciels permettant d'analyser les résultats de mesure de texture principalement pour les matériaux hexagonaux.
- Monsieur A. HAZOTTE, qui m'a aidé dans les traitements d'images pour les mesures de tailles de grains à partir des images du microscope optique
- Madame N. GEY et Monsieur J.S. LECOMTE pour m'avoir passer leurs savoir-faire sur l'utilisation du MEB et les post-traitements des données d'EBSD

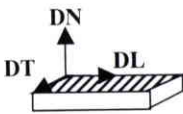
Je remercie chaleureusement toutes mes collègues du laboratoire et spécialement Docteur. E. SUZON, pour leur aide amicale et leurs conseils durant ces trois années de thèse. Que toute mes camarades de thèse se trouvent enfin remerciés pour les bons moments partagés et leur amitié.

Je terminerai en ayant une pensée particulière pour mes parents qui m'ont toujours soutenu, même d'un pays lointain, l'Indonésie, durant ces longues années. Enfin, je voudrais remercier à ma femme qui a toujours été à mes côtés et qui m'a soutenu durant ces trois années.

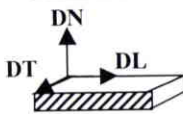
## GLOSSAIRE

---

BC	: <i>Band Contraste</i>
CBED	: <i>Convergent Beam Electron Diffraction</i> Diffraction du faisceau d'électrons convergent
CC	: Cubique Centré
CCD	: Charge Coupled Device
CFC	: Cubique à Face Centrée
CSL	: Coincident Site Lattice
DL	: Direction de Laminage
DN	: Direction Normale
DRX	: Diffraction des Rayons X
DT	: Direction Transverse
EBSD	: <i>Electron Back Scattered Diffraction</i> Diffraction des électrons rétrodiffusés
EDX	: <i>Energy Dispersive X-ray Spectrometry</i> Analyse chimique par spectrométrie des rayons X
FDO	: Fonction de Distribution d'Orientation
FdP	: Figure de Pôle
FEGSEM	: <i>Field Emission Gun Scanning Electron Microscopy</i> MEB avec Canon à émission de champ
FVM	: Fraction Volumique Maclée
HC	: Hexagonal Compacte
JEOL	: Japan Electron Optics Laboratory
MEB	: Microscopie Electronique à Balayage
MET	: Microscopie Electronique à Transmission
OPS	: Oxide Polishing Suspension
TGM	: Taille de grains moyenne
ZrQN	: Zirconium Qualité Nucléaire



: Observation sur la coupe DL-DT



: Observation sur la coupe DN-DL

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION</b>	1
<b>CHAPITRE I. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES</b>	3
<b>Introduction</b>	3
<b>I.1. Matériaux utilisés</b>	3
I.1.1. Zr702	3
I.1.2. T40	7
I.1.3. Fabrication des tôles de Zr702 et de T40	8
<b>I.2. Laminage</b>	9
<b>I.3. Traitement thermique de recristallisation et de croissance de grains</b>	9
I.3.1. Choix de gammes de température de traitement thermique	9
I.3.2. Traitement thermique avec le dilatomètre DT1000 du laboratoire	10
I.3.3. Traitement thermique dans le four à atmosphère contrôlée	11
I.3.4. Traitement thermique dans le four de l'IUT de Metz	11
<b>I.4. Observation microstructurale</b>	12
I.4.1. Préparation de surface	12
I.4.2. Observation par microscopie optique	13
I.4.3. Observation par microscopie électronique à balayage	13
I.4.4. Observation par microscopie électronique à transmission	14
<b>I.5. Mesure de texture</b>	14
I.5.1. Mesure de texture globale par diffraction des rayons X (DRX)	14
I.5.1.a. Paramètres de mesure	14
I.5.1.b. Analyse de la texture et calcul de la fonction de densité des orientations (FDO)	15
I.5.1.c. Représentation graphique de la fonction de densité des orientations (FDO)	16
I.5.2. Texture locale et/ou globale par EBSD	18
I.5.2.a. Paramètres de mesure	18
I.5.2.b. Traitement des données pour l'obtention de FDO	19
I.5.3. Orientations locales par microscopie électronique à transmission	20
I.5.3.a. Paramètres de mesure	20
I.5.4. Outils d'analyse de texture	21
I.5.4.a. Différences de FDO	21
I.5.4.b. Histogramme de distribution des désorientations	23
<b>I.6. Détermination de la taille de grains</b>	24
I.6.a. Détermination de la taille de grains par EBSD	24
I.6.b. Détermination de la taille de grains par microscopie optique	24
<b>I.6.c. Histogrammes de taille de grains</b>	25
<b>CHAPITRE II. EVOLUTION DE TEXTURE ET DE MICROSTRUCTURE LORS DU LAMINAGE A FROID DE L'ETAT DE DEPART (RECRISTALLISE) JUSQU'A L'ETAT LAMINE A 80%</b>	26
<b>Introduction</b>	26
<b>II. 1. Etude bibliographique</b>	26
II.1.1. Systèmes de glissement et de maclage dans le titane (T40) et le zirconium (Zr702).	26
II.1.2. Textures de laminage dans le titane et zirconium monophasé $\alpha$	28
II.1.3. Microstructures déformées	29
II.1.3.1. Sous-structures de déformation	29
II.1.3.2. Grains moins déformés	30
II.1.4. Energie Stockée	31
II.1.4.1. Détermination théorique de l'énergie stockée	31
II.1.4.2. Mesure de l'énergie stockée par MET	31
II.1.4.3. Mesure de l'énergie stockée par EBSD	32
II.1.4.4. Mesure de l'énergie stockée par calorimétrie	32

II.1.4.5. Mesure de l'énergie stockée par DRX	32
<b>II.2. Résultats</b>	33
II.2.1. Evolution du Zr702 au cours du laminage	33
II.2.1.1. Evolution de texture au cours du laminage	33
II.2.1.2. Evolution de microstructure au cours du laminage	34
a) Microstructure du Zr702 à l'état initial	34
b) Microstructure et texture locale du Zr702 laminé à 30%	37
c) Microstructure et texture locale du Zr702 laminé à 50%	39
d) Microstructure et texture locale du Zr702 laminé à 80%	41
II.2.1.3. Caractérisation fine des différentes sous-structures observées du Zr702 laminé à 80%	43
a) Caractéristiques des grains moins déformés (Zone type A)	43
b) Caractéristiques des structures lamellaires (Zone type B)	45
c) Caractéristiques des bandes fortement déformées (Zone type C)	46
II.2.2. Evolution du T40 au cours du laminage	47
II.2.2.1. Evolution de texture depuis l'état initial jusqu'à 80% de réduction	47
II.2.2.2. Evolution de microstructure pendant le laminage depuis l'état initial jusqu'à 80% de réduction	47
a) Microstructure de l'état initial du T40	47
b) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 30%	50
c) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 50%	52
d) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 80%	54
II.2.2.3. Caractérisation fine des différentes structures observées dans le T40 laminé à 80%	56
a) Grains non-maclés	56
b) Sous-structures lamellaires et cellulaires très fines	58
<b>II.3. Discussion</b>	63
II.3.1. Texture après 80% de laminage	63
II.3.2. Microstructure après 80% de laminage	64
II.3.2.1. T40 à 80% de laminage	64
II.3.2.1.a. Grains qui ne maclent pas	64
II.3.2.1.b. Zones finement subdivisées	64
II.3.2.2. Zr702 à 80% de laminage	66
II.3.2.2.a. Grains moins déformés	66
II.3.2.2.b. Structures lamellaires dans le Zr702	66
II.3.2.2.c. Bandes fortement déformées	67
II.3.3. Distribution de désorientations dans les microstructures déformées	67
II.3.3.1. Variation de proportion des fortes et des faibles désorientations	67
II.3.3.2. Distribution géographique de fortes désorientations dans la microstructure	68
<b>II.4. Conclusion</b>	70
<b>Chapitre III. RECRISTALLISATION</b>	71
<b>Introduction</b>	71
<b>III.1. Etude bibliographique sur l'évolution d'un matériau au cours de la recristallisation</b>	71
III.1.1. Aspects microstructuraux	71
III.1.1.1. Restauration	71
III.1.1.2. Recristallisation discontinue	72
III.1.1.3. Recristallisation continue	74
III.1.1.4. Sites de germination	75
III.1.1.4.1. Joints de grains	75
III.1.1.4.2. Bandes de transition	75
III.1.1.4.3. Bandes de cisaillement	75
III.1.1.4.4. Précipités	76
III.1.2. Texture de recristallisation	76



III.1.2.1	Evolution de texture pendant la recristallisation	76
III.1.2.1.1	Recristallisation avec un changement de texture	76
-	Modèle de germination orientée	76
-	Modèle de croissance orientée	76
a.	Modèle d'« <i>Orientation pinning</i> »	77
b.	Modèle de « <i>Compromised texture</i> »	77
III.1.2.1.2	Recristallisation sans changement de texture	77
-	Recristallisation <i>in-situ</i>	77
-	Recristallisation symétrique	78
-	Recristallisation continue	78
III.1.2.2	Formation de la texture de recristallisation dans du titane et dans du zirconium	78
III.1.2.2.1	Titane pur	78
III.1.2.2.2	Zirconium pur	79
<b>III.2. Résultats</b>		79
III.2.1	Evolution de texture et de microstructure pendant la recristallisation du Zr702	79
III.2.1.1	Evolution de dureté et de fraction recristallisée pendant la recristallisation	79
III.2.1.2	Evolution de texture globale	81
III.2.1.3	Evolution de microstructure	82
III.2.1.3.1	Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes	85
III.2.1.3.2	Zr702 recuit à 500°C pendant 30 minutes	86
III.2.1.3.3	Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes	89
III.2.1.3.4	Zr702 recuit à 500°C pendant 120 minutes	90
III.2.1.3.5	Fin de recristallisation	91
III.2.2	Evolution de texture et de microstructure pendant la recristallisation du T40	92
III.2.2.1	Evolution de dureté pendant la recristallisation	92
III.2.2.2	Evolution de texture globale	92
III.2.2.3	Evolution de microstructure	94
III.2.2.3.1	T40 recuit à 500°C pendant 1 minute	94
III.2.2.3.2	T40 recuit à 500°C pendant 2 minutes	98
III.2.2.3.3	T40 recuit à 500°C pendant 5 minutes	102
III.2.2.3.4	T40 recuit à 500°C pendant 40 minutes	104
III.2.2.3.5	T40 recuit à 500°C pendant 60 minutes	105
III.2.2.3.6	T40 recuit à 500°C pendant 240 minutes	109
<b>III.3. Discussions</b>		110
III.3.1	Mécanismes de recristallisation du Zr702	110
III.3.1.1	Premier stade de la recristallisation du Zr702 (indice 1 sur la Fig. III.29)	110
III.3.1.2	Deuxième stade de recristallisation (indice 2 sur la Fig. III.29)	112
III.3.1.3	Dernière étape de recristallisation (indice 3 sur la Fig. III.29)	113
III.3.2	Mécanismes de recristallisation du T40	114
III.3.2.1	Premier stade de recristallisation dans le T40	114
III.3.2.2	Deuxième stade de recristallisation	116
<b>III.4. Conclusion</b>		117
<b>CHAPITRE IV. LA CROISSANCE DE GRAINS</b>		118
<b>Introduction</b>		118
<b>IV.1. Etude bibliographique</b>		118
IV.1.1	Force motrice de la croissance de grains	118
IV.1.2	Modèle de cinétique de croissance de grains	119
IV.1.3	Types de joints de grains	121
IV.1.3.1	Joint de grains à petit angle	122
IV.1.3.2	Joint de grains à grand angle	122
IV.1.3.3	Joint de coïncidence ( <i>Coincidence Site Lattice, CSL</i> )	122
IV.1.4	Energie de joints de grains	123
IV.1.4.1	Joint de grains à petit angle	124
IV.1.4.2	Joint de grains à grand angle	124

IV.1.4.3. Joint de coïncidence ( <i>Coincidence Site Lattice, CSL</i> )	124
IV.1.5. Mobilité des joints de grains	125
IV.1.6. Influence des impuretés	125
IV.1.6.1. Atomes en solution	126
IV.1.6.2. Précipités	126
IV.1.7. Croissance anormale de grains	126
IV.1.8. Couplage entre texture et croissance de grains	127
IV.1.8.1. Influence de la texture sur la cinétique de croissance de grains	127
IV.1.8.2. Evolution de texture pendant la croissance de grains	128
<b>IV.2. Résultats concernant la croissance de grains</b>	130
IV.2.1. Croissance de grains dans le T40	130
IV.2.1.1. Evolution de la microstructure	130
a) Evolution de la TGM et de la distribution des tailles de grains	130
b) Détermination des paramètres de cinétique de croissance de grains	132
IV.2.1.2. Evolution de la texture	134
a) Evolution de la texture globale	134
b) Calcul de différence de texture	139
c) Textures partielles des grains les plus gros et les plus petits déterminées à partir des cartographies EBSD	141
IV.2.1.3. Evolution des désorientations au cours de la croissance de grains	143
IV.2.2. Croissance de grains du Zr702	145
IV.2.2.1. Evolution de la microstructure	145
a) Evolution de la TGM et de la distribution des tailles de grains	145
b) Paramètres de cinétiques et loi d'équivalence temps-température	146
IV.2.2.2. Evolution de la texture du Zr702 au cours de la croissance de grains	149
a) Evolution de la texture globale	149
b) Calcul de différence de texture	152
c) Textures partielles des grains les plus gros et les plus petits déterminées à partir des cartographies EBSD	152
IV.2.2.3. Evolution des désorientations au cours de la croissance de grains	154
<b>IV.3. Discussion</b>	158
IV.3.1. Cinétique de croissance de grains pour le T40 et le Zr702	158
IV.3.1.1. T40	158
IV.3.1.2. Zr702	159
IV.3.2. Evolution de texture pendant la croissance de grains du T40	160
IV.3.2.1. Orientations qui disparaissent	160
IV.3.2.2. Orientations qui se développent	160
IV.3.2.3. Joints de grains restant	161
IV.3.3. Evolution de texture pendant la croissance de grains du Zr702	162
IV.3.3.1. Croissance normale	162
IV.3.3.2. Croissance anormale	162
<b>IV.4. Conclusion</b>	165
<b>CONCLUSION</b>	166
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	

## INTRODUCTION

Il est bien connu que la microstructure influence fortement les propriétés des matériaux métalliques. Pour les métaux présentant des propriétés anisotropes, la texture peut également être un paramètre déterminant pour les propriétés des produits finis. La texture comme la microstructure évoluent lors des traitements thermomécaniques. Par conséquent, il est indispensable de maîtriser les traitements thermomécaniques depuis l'élaboration et tout au long de la mise en forme.

Au cours du laminage à froid, le matériau est écroui, il subit une détérioration des propriétés mécaniques, c'est-à-dire une forte diminution de sa formabilité et de sa ductilité. C'est la raison pour laquelle, le matériau est généralement recuit pour que la recristallisation et la croissance de grains aient lieu et pour régénérer ainsi les propriétés mécaniques. La recristallisation, souvent précédée d'une phase de restauration, permet de reconstituer la microstructure en produisant de nouveaux grains à partir de la matrice déformée. Si le recuit est prolongé, la taille de grains augmente, c'est la phase appelée la croissance de grains. Ce changement de microstructure s'accompagne le plus souvent d'une évolution de la texture. Dans tout ce document, nous avons adopté le terme de recristallisation pour ce qui est parfois aussi appelée la recristallisation primaire et croissance de grains la phase qui suit le phénomène après que le matériau ne contient plus de matrice déformée.

Une meilleure compréhension des mécanismes métallurgiques opérant pendant le recuit permettrait, par la maîtrise du procédé, d'obtenir une structure et une texture du matériau répondant aux besoins. Jusqu'à maintenant, la plupart des recherches dans ce domaine concernent surtout les matériaux cubiques (CFC et CC). Les données concernant la recristallisation des matériaux hexagonaux restent en effet très partielles.

Dans cette étude, nous nous sommes particulièrement intéressés au titane et au zirconium qui possèdent des caractéristiques intéressantes. Les alliages de titane sont très utilisés en aéronautique pour leur densité faible ( $4.5 \text{ g/cm}^3$  pour le titane pur) à laquelle est associée à une résistance mécanique élevée. Les alliages de zirconium sont surtout employés dans les réacteurs nucléaires en raison de leur faible section de capture des neutrons thermiques.

En raison de leur structure cristallographique hexagonale compacte, le titane et le zirconium montrent une forte anisotropie de caractéristiques mécaniques. Il a par exemple été montré que la formabilité des tôles dépend fortement de leur texture [FUNDENBERGER, 1992][PHILIPPE, 1983]. Il existe aujourd'hui des modèles de déformation plastique permettant de simuler l'évolution de la texture globale au cours de la déformation à froid. La mise au point de ces modèles a nécessité la détermination de mécanismes de déformation (glissements, maclages) et des cisssions critiques associées [ZAEFFERER, 2003] [LEBENSCHN et TOME, 1993] [FRANCILLETTE, 2001][SOLAS et al, 2001]. A l'heure actuelle, les efforts dans ce domaine se concentrent sur une meilleure prise en compte de la microstructure et de la fragmentation des grains [TOME et al., 2004].

Contrairement aux progrès dans le domaine de la déformation, il existe assez peu d'études approfondies sur l'évolution de texture pendant le recuit du titane et du zirconium. Il est connu que la texture du titane change au cours du recuit et principalement pendant la croissance de grains [SINGH et SCHWARZER, 2000] mais les mécanismes n'ont pas été élucidés.

Dans cette thèse, nous effectuons une étude détaillée de l'évolution de la microstructure et de la texture depuis l'état fortement déformé à froid et au cours de la recristallisation puis de la croissance de grains. Il s'agit d'identifier les mécanismes qui régissent l'évolution de la texture et de la microstructure et d'établir des relations entre ce qui se passe pendant la déformation, la recristallisation et la croissance de grains. Ce travail s'inscrit dans une démarche globale qui vise à terme à pouvoir modéliser l'évolution de la texture dans ces matériaux. La description détaillée des mécanismes opérant au cours du recuit est nécessaire à l'élaboration ultérieure de tels modèles. Ce travail de thèse vient à la suite de celui d'Olivier VAN LANDUYT qui a principalement travaillé sur la recristallisation du titane [WAGNER et al., 2002].

La démarche mise en œuvre est basée sur la caractérisation expérimentale des microstructures et textures, à l'état déformé, pendant la recristallisation et pendant la croissance de grains. Nous avons travaillé avec une tôle de titane commercialement pur et une tôle d'un alliage de zirconium (Zr702) contenant des précipités avec une fraction volumique assez faible. Les tôles de départ étaient à l'état recristallisé, elles ont été fortement laminées à froid (jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur). Le choix des conditions de recuit a été fait de manière à bien distinguer les phases de recristallisation et de croissance de grains. Cette précaution est importante pour bien différencier l'effet de chacune de ces deux étapes sur l'évolution de texture et identifier les mécanismes correspondants. Cette étude a été effectuée en combinant différentes techniques expérimentales. La diffraction des rayons X (DRX) permet de suivre l'évolution de texture globale. L'EBSD couplée à la microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'accéder à la fois à la microstructure et à la texture locale, ce qui constitue un outil particulièrement pertinent pour une étude de mécanismes métallurgiques. La microscopie électronique à transmission (MET) et la mesure des orientations individuelles par MET permettent de compléter les mesures d'EBSD à une échelle plus fine, ce qui est indispensable pour la caractérisation des sous-structures de déformation par exemple.

Le plan que nous avons adopté dans ce document pour présenter notre étude est le suivant. Le chapitre I présente les matériaux étudiés, les procédures expérimentales appliquées et les différentes techniques de caractérisation mises en œuvre. Les chapitres II à IV concernent respectivement la caractérisation de l'état déformé, l'évolution du matériau au cours de la recristallisation, et son évolution au cours de la croissance de grains. Chaque chapitre contient une première partie de nature bibliographique, une partie consacrée à la présentation des résultats et une partie de discussion où l'on tentera de déterminer les mécanismes prépondérants à chaque stade d'évolution du matériau. La dernière partie du manuscrit est dédiée à la conclusion générale qui résume les principales avancées que ce travail a permis de réaliser dans la compréhension des mécanismes opérants tout au long du recuit pour chacun des deux matériaux. Par comparaison du comportement du titane et du zirconium, nous tâcherons de dégager le cas échéant les caractéristiques communes à ces deux matériaux hexagonaux.

# CHAPITRE I. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

## Introduction

Ce chapitre présente les matériaux étudiés et les démarches suivies pour la mise en œuvre des manipulations et pour l'exploitation des résultats expérimentaux. Les techniques expérimentales mises en œuvre sont assez classiques (DRX, MEB, EBSD, MET). Leur principe de base ne sera donc pas rappelé ici. En revanche, certains aspects du traitement des données seront détaillés afin de permettre une meilleure lecture des résultats et des figures qui en sont issus.

En premier lieu, le paragraphe I.1 indique les matériaux étudiés qui sont le zirconium (Zr702) et le titane commercialement pur (T40).

Les paragraphes I.2 et I.3 sont consacrés respectivement à la pratique du laminage et des traitements thermiques qui suivent le laminage. Les méthodes de caractérisation de la microstructure sont présentées au paragraphe I.4, il s'agit de caractérisation par microscopie optique et par microscopie électronique (MEB et MET).

Dans le paragraphe I.5, nous traitons des outils de mesure de la texture globale (par diffraction des rayons X ou à partir de mesures EBSD) et de la texture locale (par microscopie électronique à balayage couplée avec l'EBSD et par microscopie électronique à transmission). Ce paragraphe présente également les méthodes de traitement des données obtenues par ces différents outils.

Dans le dernier paragraphe, on traitera également la détermination de taille de grains à partir des micrographies obtenues par microscopie optique et à partir des mesures EBSD.

## I.1. Matériaux utilisés

Le titane et le zirconium sont des matériaux dont les structures cristallines sont très semblables, ces deux éléments de transition font partie du même groupe (IVA) dans la classification périodique. De structure hexagonale compacte à température ambiante (phase  $\alpha$ ), ils ont des rapports  $c/a$  très proches (Ti : 1.587 ; Zr : 1.593) et adoptent une structure cubique centrée (CC) à haute température (phase  $\beta$ ).

### I.1.1. Zr702

La température de fusion du zirconium pur est 1852°C et la température de transformation de phase  $\alpha$  en phase  $\beta$  est 865°C. Dans la phase  $\alpha$  de structure cristallographique hexagonale compacte, les paramètres cristallographiques à température ambiante sont  $a = 0.323$  nm,  $c = 0.515$  nm et donc  $c/a = 1.593$ .

Dans cette étude, nous utilisons un alliage de zirconium (Zr702) dont la composition chimique est présentée dans le Tableau I.1.

Al	C	Cr	Fe	H	Hf	N	Ni	O	Si	Sn	Ti	Zr
25	54	206	802	<3	127	55	60	1308	21	2769	175	Balance
$\alpha$	$\alpha$	$\beta$	$\beta$	$\beta$		$\alpha$	$\beta$	$\alpha$		$\alpha$	$\alpha$	

Tableau I.1. Composition chimique du Zr702 (en ppm massiques). Les éléments alphas et bêtas sont indiqués respectivement par le signe  $\alpha$  et  $\beta$ .

Le Zr702 est à considérer comme un alliage car il contient systématiquement de l'oxygène et du fer à un niveau supérieur à sa limite de solubilité en phase  $\alpha$ . La solubilité de

fer est très limitée, de l'ordre d'une cinquantaine de ppm massique à 750°C (Fig. I.1) [ZOU et al., 1994].

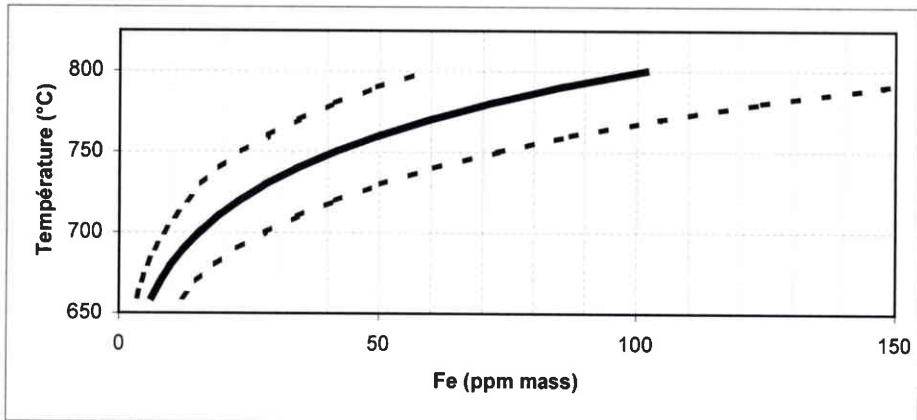


Fig. I.1. Solubilité du fer dans la phase  $\alpha$  du zirconium en fonction de la température. Les pointillés montrent les valeurs maximum et minimum. D'après ZOU et al. [1994]

Le fer forme des précipités intermétalliques avec d'autres éléments bétagènes :  $Zr_x(Fe)_y$ ,  $Zr_x(Fe, Cr)_y$  ou  $Zr_x(Fe, Ni)_y$  [BARBERIS et al., 2002]. Dans le lingot de coulée lors de la fabrication, ces précipités intermétalliques se forment aux joints des aiguilles de phase  $\alpha$  mais ils se brisent et se répartissent lors des traitements thermomécaniques [CHARQUET, 1998]. A l'état recristallisé après le laminage à froid et le recuit, les précipités sont plus ou moins sphériques et de différentes tailles. Nous avons fait une caractérisation par MET couplée avec l'analyse chimique par spectrométrie des rayons X émis (EDX) pour vérifier la nature des précipités et observer leur distribution. La Fig. I.2 montre les précipités dans la microstructure du Zr702 et les spectres EDX de la matrice et des précipités. Les précipités dans le Zr702 peuvent se trouver dans les joints de grains, aussi bien que dans les grains.

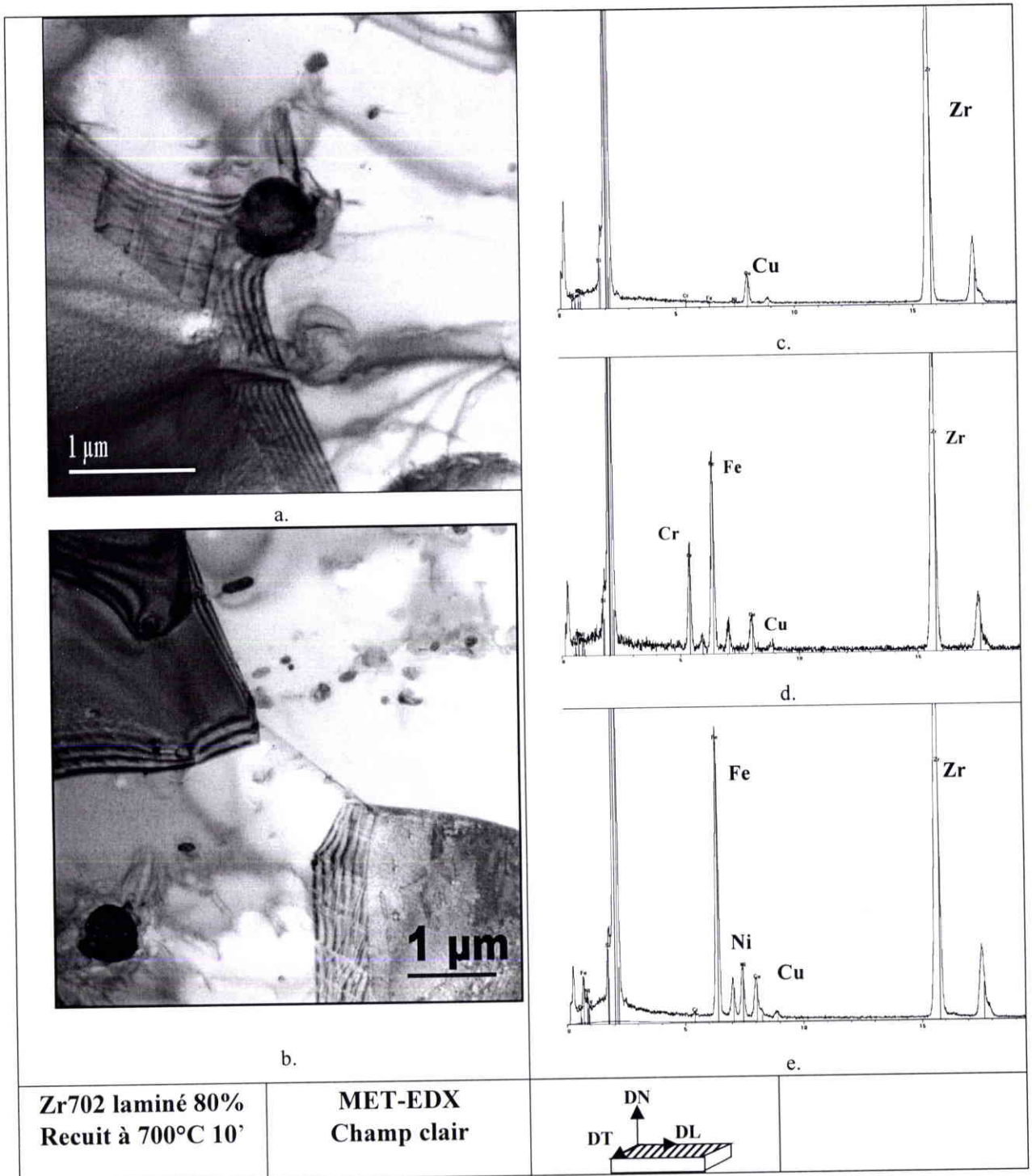


Fig. I.2. Caractérisation des précipités présents dans le Zr702 par MET et EDX. (a et b) Images en champ clair de la microstructure du Zr702 recuit à 700°C pendant 10 minutes (c) Spectre EDX de la matrice (d) Spectre EDX d'un précipité contenant Fe et Cr (rapport atomique Fe/Cr  $\approx$  2.3) (e) Spectre EDX d'un précipité contenant Fe et Ni (rapport atomique Fe/Ni  $\approx$  5.5). Le signal de cuivre est un artefact lié au porte-échantillon utilisé.

Dans les alliages de zirconium, il est connu que le fer, le chrome et le nickel peuvent former différents intermétalliques :  $Zr_3Fe$ ,  $ZrFe_2$ ,  $Zr(Cr, Fe)_2$ ,  $ZrCr_2$ ,  $Zr_3(Fe, Ni)$ ,  $(Zr_2(Fe, Ni))$ . La nature des précipités et leur fraction volumique dépendent de l'alliage. Dans le Zr701, moins chargé en impuretés métalliques que le Zr702 (Tableau I.2 comparé au Tableau I.1), les

précipités sont principalement des  $ZrFe_3$ , et leur fraction volumique est de l'ordre de 0.06% (estimation calculée) [BARBERIS et al., 2002]. Dans le Zircaloy-4, qui contient plus d'étain, de fer, de chrome et un peu moins de nickel que le Zr702 (Tableau I.2), les précipités sont surtout du type  $Zr(Fe, Cr)_2$ , avec un rapport atomique Fe/Cr d'environ 3. Leur fraction volumique a été estimée par calcul à 0.52% [BARBERIS et al., 2002] et a été mesurée par diffraction d'un rayonnement X synchrotron à 1% [ERWIN et al., 2001]. Dans le Zr702, de composition intermédiaire, on peut donc supposer que la fraction volumique des précipités doit être de l'ordre de 0.1% ce qui peut être confirmée de la manière suivante.

Alliage	Auteurs	Recuit	Fe (ppm)	Cr (ppm)	Ni (ppm)	Type de précipité	% vol précipité
Zr701	[BARBERIS et al., 2002]	730°C 1.5h	124*	24*	-	$Zr_3Fe$	0.06% (c)
Zircaloy-4	[BARBERIS et al., 2002]	?	~2000	~1000	-	$Zr(Fe,Cr)_2$	0.52% (c)
Zircaloy-4	[ERWIN et al., 2001]	800°C 1.6h	2400	1100	34	$Zr(Fe_{0.75}Cr_{0.25})_2$	1% (m)

Tableau I.2. Comparaison de la fraction volumique des précipités en fonction de la composition chimique et du traitement thermique. (\*) Composition chimique d'un Zr701 utilisé par CHAUBET et al. [2001] (c) fraction volumique calculée (m) mesurée par DRX

Lors de nos analyses EDX ou MET, nous avons constaté que les précipités contiennent soit du fer et du nickel, avec un rapport atomique d'environ 5.5, soit du fer et du chrome avec un rapport atomique d'environ 2.3, mais jamais uniquement l'un des trois éléments. En particulier, nous n'avons pas rencontré de précipités contenant uniquement du fer. Si l'on considère que la concentration de chrome et de nickel en solution solide sont négligeable, ces éléments sont alors entièrement engagés dans les précipités. En partant des rapports atomiques Fe/Ni et Fe/Cr mesurés expérimentalement, et compte tenu des concentrations atomiques (359 ppm atomiques Cr, 93 ppm atomique Ni et 1306 ppm atomique Fe), on montre facilement que le fer présent est entièrement associé au chrome ou au nickel dans les précipités :  $2.3 \times 359 + 5.5 \times 93 = 1337$ , ce qui est approximativement la quantité de fer présenté.

On peut estimer la fraction volumique de précipités de la manière suivante : On part de l'hypothèse que les éléments fer, nickel et chrome sont entièrement sous la forme de précipités  $Zr(\overset{2.3}{Fe}_{3.3}, \overset{1}{Cr}_{3.3})_2$  et  $Zr_2(\overset{5.5}{Fe}_{6.5}, \overset{1}{Ni}_{6.5})$ . Les précipités au nickel peuvent également être du type  $Zr_3(\overset{5.5}{Fe}_{6.5}, \overset{1}{Ni}_{6.5})$ , mais ceci ne changerait pas beaucoup le résultat de cette estimation.

Zr702	Al	C	Cr	Fe	Ni	Hf	N	O	Si	Sn	Ti	Zr
ppm mass. = $w_i$	25	54	206	802	60	127	55	1308	21	2769	175	994398
Mi (g/mol)	58.7	12.0	52.0	55.8	58.7	178.5	14.0	16.0	28.1	118.7	47.9	91.2
ppm at. = $f_i$	39	408	359	1301	93	64	356	7406	68	2113	331	987463

Tableau I.3. Conversion de la composition massique de l'alliage en composition atomique par

$$\text{la formule : } f_i = \frac{w_i}{\sum_i \frac{w_i}{M_i}}$$



On a donc  $(359+2.3 \times 359)/2 = 592$  ppm at. de  $Zr(Fe_{\frac{2.3}{3.3}}, Cr_{\frac{1}{3.3}})_2$

et  $(93+5.5 \times 93) = 604$  ppm at. de  $Zr_2(Fe_{\frac{5.5}{6.5}}, Ni_{\frac{1}{6.5}})$

Les masses molaires de  $Zr(Fe_{\frac{2.3}{3.3}}, Cr_{\frac{1}{3.3}})_2$  et  $Zr_2(Fe_{\frac{5.5}{6.5}}, Ni_{\frac{1}{6.5}})$  sont respectivement 200.6 et 238.7 g.mol<sup>-1</sup>.

Leurs fractions massiques  $w_i = \frac{f_i \cdot M_i}{\sum_i f_i \cdot M_i}$  sont respectivement  $1.3 \cdot 10^{-3}$  et  $1.6 \cdot 10^{-3}$ .

Si l'on connaît la masse volumique  $\rho_i$  des composés ; on peut déduire les fractions

volumiques  $v_i$  à partir des fractions massiques  $w_i$  :  $v_i = \frac{\frac{w_i}{\rho_i}}{\sum_i \frac{w_i}{\rho_i}}$ .

Les masses volumiques peuvent être estimées à partir de celles des composés  $ZrCr_2$  et  $Zr_2Ni$ , respectivement 6.98 et 7.20 g.cm<sup>-3</sup> [BARBERIS et al, 2002] :

	$\rho_i$ (g.cm <sup>-3</sup> )	$M_i$ (g.mol <sup>-1</sup> )	$\rho_i/M_i$ (mol.cm <sup>-3</sup> )
$ZrCr_2$	6.98	195.2	$3.576 \cdot 10^{-2}$
$Zr(Fe_{\frac{2.3}{3.3}}, Cr_{\frac{1}{3.3}})_2$	$= 200.6 \times 3.576 \cdot 10^{-2}$ 7.17	200.6	Hypothèse : identique à $ZrCr_2$
$Zr_2Ni$	7.20	241.1	$2.986 \cdot 10^{-2}$
$Zr_2(Fe_{\frac{5.5}{6.5}}, Ni_{\frac{1}{6.5}})$	$= 238.7 \times 2.986 \cdot 10^{-2}$ 7.13	238.7	Hypothèse : identique à $Zr_2Ni$

Tableau I.4. Masse volumique et masse molaire de chaque type de précipité

Les fractions volumiques sont alors 0.12% de  $Zr(Fe_{\frac{2.3}{3.3}}, Cr_{\frac{1}{3.3}})_2$  et 0.14% de  $Zr_2(Fe_{\frac{5.5}{6.5}}, Ni_{\frac{1}{6.5}})$ , soit au total 0.26% de précipités. Cette estimation est bien intermédiaire entre les fractions volumiques reportées dans la littérature pour le Zr701 et le Zy4 (Tableau I.3).

D'autre part, l'estimation faite par P. BARBERIS (CEZUS) en utilisant le logiciel Thermocalc, la température de transformation de phase  $\alpha$  en phase  $\beta$  est proche de 775°C. Ce calcul a été effectué en fonction des éléments présents dans le Zr702.

### I.1.2. T40

La température de fusion du titane pur est 1668°C et la température de transformation de phase  $\alpha$  en phase  $\beta$  est 882°C. A la température ambiante le titane est de structure hexagonale compacte et les paramètres cristallographiques sont  $a = 0.295$  nm,  $c = 0.468$  nm et donc  $c/a = 1.587$ . Entre 882°C et 1668°C, la structure de la phase  $\beta$  est cubique centrée.

Le Tableau I.5 présente la composition chimique complète du titane commercialement pur que nous utilisons dans cette étude. La solubilité du fer dans le titane  $\alpha$  peut atteindre 450 ppm massique à environ 700°C (Fig. I.3). Pour le T40 étudié avec 237 ppm massique de fer, une partie de cet élément forme des précipités sous forme de  $Ti_xFe_y$ . Nous avons vérifié par MET et par EDX, la nature et la distribution des précipités dans le T40. La Fig. I.3.b montre

la microstructure du T40 recuit à 700°C pendant 5 minutes. La quantité de précipités est beaucoup moins importante que dans le Zr702 de la Fig. I.2 et les joints de grains sont plus rectilignes.

C	Fe	H	N	O	Si	Ti
52	237	3	41	1062	<100	balance

Tableau I.5. Composition chimique du T40 étudié (en ppm massiques)

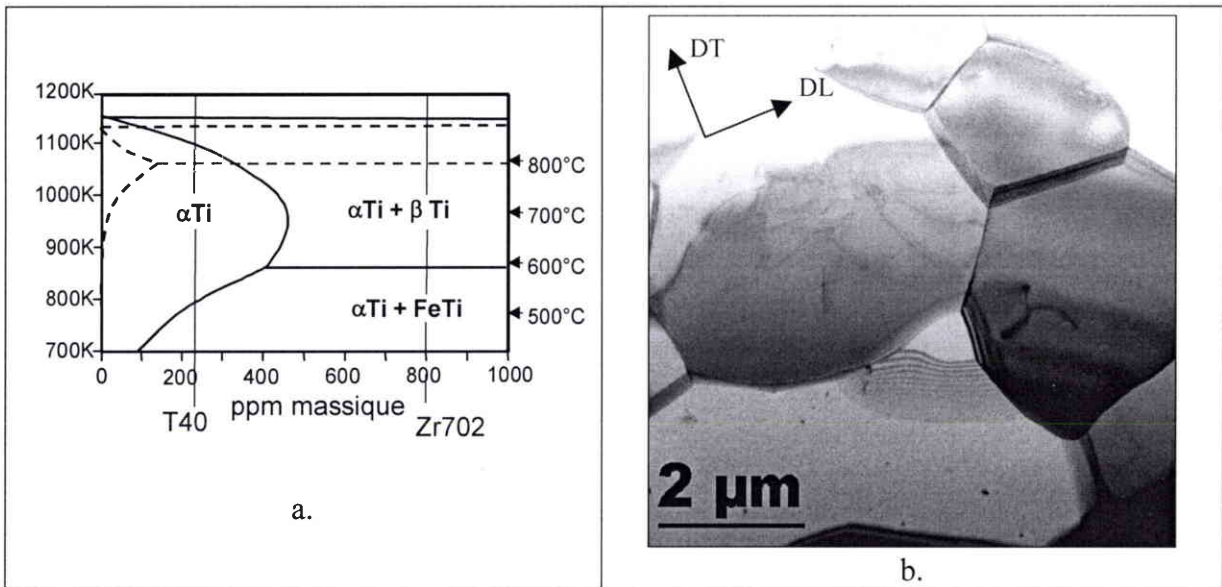


Fig. I.3.(a) Solubilité du fer dans le titane  $\alpha$  (traits pleins) et le zirconium  $\alpha$ . (traits pointillés) [HERZIG et al., 2002] (b) Image MET en champ clair du T40 recuit à 700°C pendant 5 minutes. Le T40 contient nettement moins de précipités que le Zr702.

Dans la littérature, il n'a jamais été considéré que la faible teneur d'impuretés métalliques dans le T40 joue un rôle majeur dans le développement des mécanismes physiques de déformation et de recristallisation dans le titane.

### I.1.3. Fabrication des tôles de Zr702 et de T40

Ces matériaux nous ont été livrés par la société CEZUS sous forme d'une tôle obtenue par des opérations successives de laminage et de recuit indiquées sur la Fig. I.4. A l'issue de ces traitements, les tôles ont une épaisseur de 3 mm et sont à l'état recristallisé. Les microstructures sont équiaxes avec une taille de grains moyenne (TGM) de 30 μm pour le T40 et de 7 μm pour le Zr702.

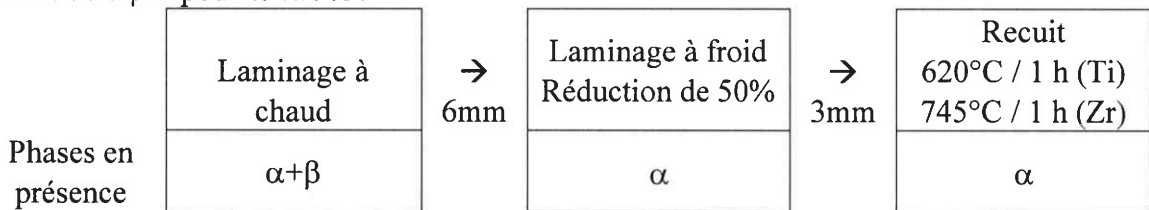


Fig. I.4. Gammes de traitements thermomécaniques effectués sur les matériaux reçus.

## I.2. Laminage

Le mode de déformation choisi est le laminage à température ambiante. Le taux de réduction (en épaisseur), donné en %, est défini par :

$$\tau = \frac{e_i - e_f}{e_i} * 100 \quad (1)$$

avec  $e_i$  : épaisseur initiale et  $e_f$  : épaisseur finale.

Au moyen d'un laminoir de laboratoire, le taux de réduction total appliqué est de 80% (correspond au taux de déformation rationnelle,  $\epsilon=1.61$ ), il a été obtenu dans les conditions expérimentales suivantes :

- Passes successives faibles (environ 3% de réduction en épaisseur à chaque passe)
- Lubrification
- Vitesse la plus lente du laminoir (défilement de la tôle à 45 mm/s à l'entrée du laminoir).

## I.3. Traitement thermique de recristallisation et de croissance de grains

### I.3.1. Choix de gammes de température de traitement thermique

La température de 500°C pour le recuit de recristallisation a été déterminée premièrement en utilisant la formule d'estimation de la température de recristallisation ( $T_R$ ) à partir de la température de fusion ( $T_m$ ) :  $T_R=0.4 \times T_m= 504^\circ\text{C}$ . Comme nous le montrerons, la recristallisation se termine au bout de quatre heures à 500°C.

La même approche a été utilisée pour déterminer la température de recristallisation du Zr702 et la formule nous a donné la température de 580°C. Mais à cette température, la recristallisation du Zr702 laminé à 80% est rapide, elle se termine au bout de seulement 10 minutes. Il est donc difficile à cette température de produire des échantillons à différents stades de recristallisation. Afin de ralentir le processus, la température a été diminuée. Les recuits pour l'étude de la recristallisation du Zr702 ont été effectués à la même température que pour le T40, c'est à dire 500°C.

Pour l'étude de la croissance de grains, un recuit préliminaire de recristallisation a été effectué afin d'obtenir un état de départ correspondant à la fin de la recristallisation. Les conditions de ces traitements préliminaires sont :

- 24 minutes à 540°C pour le T40 (la microstructure obtenue est très proche de celle obtenue après 240 minutes à 500°C.)
- 10 minutes à 580°C pour le Zr702

Après le recuit préliminaire, nous poursuivons tout de suite le recuit par une montée en températures (soit 600°C ou 700°C ou 800°C) avec des durées qui varient entre 5 et 100 minutes afin d'obtenir des échantillons couvrant une large gamme de TGM. La Fig. I.5 montre un exemple de traitement de croissance de grains pour un recuit qui est effectué d'abord à 540°C pendant 24 minutes et il est poursuivi directement par un traitement à 600°C pendant 5 minutes. A la fin du traitement, l'échantillon est refroidi aussi rapidement que le permet le dispositif expérimental utilisé.

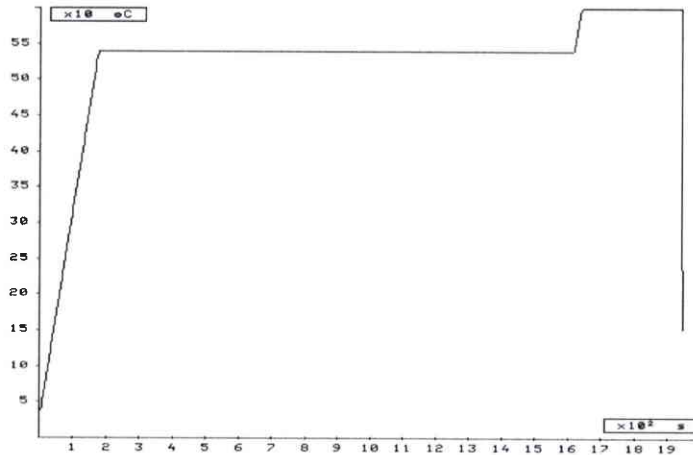


Fig. I.5. Diagramme de traitement thermique pour un recuit pendant 24 minutes à 540°C et suivi d'un recuit pendant 5 minutes à 600°C.

### I.3.2. Traitement thermique avec le dilatomètre DT1000 du laboratoire

Certains traitements thermiques ont été réalisés dans un dilatomètre (Fig. I.6). Le dilatomètre a été choisi pour sa précision au niveau du temps et de la température de traitement et pour la possibilité qu'il offre de travailler sous vide primaire. Il est en effet absolument nécessaire que les traitements thermiques soient effectués dans un milieu isolé de l'oxygène dont le titane et le zirconium sont très avides. Le dilatomètre est équipé d'une pompe pour obtenir un vide primaire de l'ordre de  $4.5 \times 10^{-2}$  mbar. Enfin de recuit, les échantillons sont refroidis très rapidement par soufflage de gaz d'argon (avec une vitesse de refroidissement de l'ordre de  $100^\circ\text{C/s}$ ).

En pratique, un thermocouple est soudé sur l'échantillon pour mesurer directement la température de l'échantillon. Le recuit est programmé avec un ordinateur de contrôle qui pilote la vitesse de chauffage, la température et le temps de maintien, ainsi que la condition de refroidissement. Nous utilisons la vitesse de chauffage de  $10^\circ\text{C}/\text{secondes}$  pour avoir une bonne régulation de température et à la fois une montée en température assez rapide.

Les échantillons recuits dans le dilatomètre ont fait l'objet de la détermination de l'estimation du taux de recristallisation, de la cinétique de croissance de grains et des mesures de texture par EBSD. La dimension de l'enceinte limite la dimension de l'échantillon comme le montré la Fig. I.6, ce qui ne nous permet pas de mesurer les FdP par DRX.

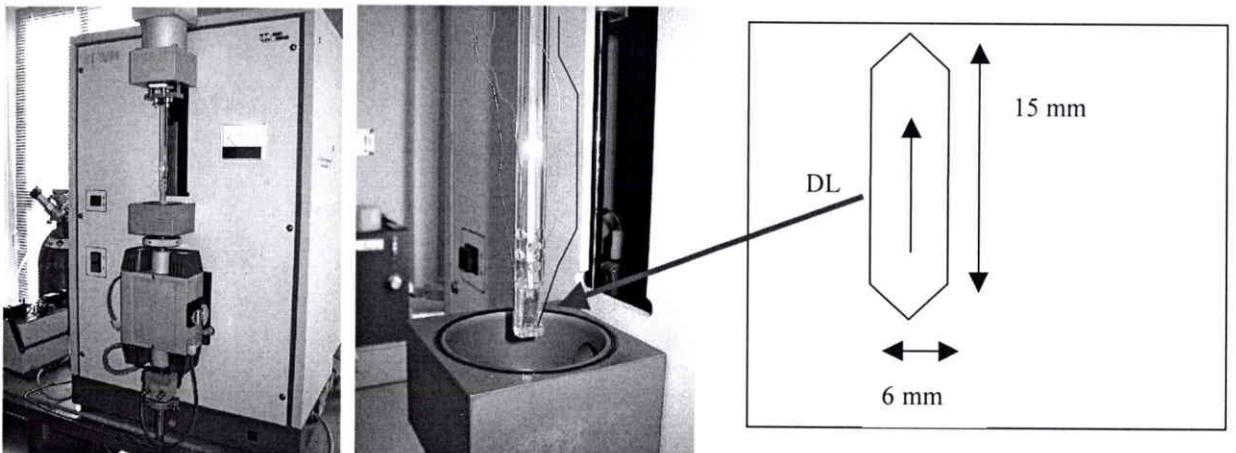


Fig. I.6. Un échantillon dans le dilatomètre DT1000 avec les thermocouples soudés

### I.3.3. Traitement thermique dans le four à atmosphère contrôlée

Nous avons modifié un four tubulaire conçu par C. LARUELLE pour pouvoir effectuer des recuits sous atmosphère contrôlée. Ce four est moins précis que le dilatomètre concernant la montée en température et le refroidissement en raison de sa plus grande inertie. Les échantillons traités dans le four sont destinés à la mesure des FdP par DRX car la dimension du tube de four permet de recuire des échantillons de grande taille. La modification du four a consisté en l'ajout de quelques pièces pour la mise à vide du tube (Fig.I.7). Ce sont :

- une pompe à vide primaire
- des raccords qui relient la pompe ou la bouteille d'Argon au tube
- un système de contrôle du débit de gaz sortant pour assurer la surpression du gaz d'argon dans le tube.
- Un système de mesure de vide, un système de mesure et d'enregistrement de température de l'échantillon

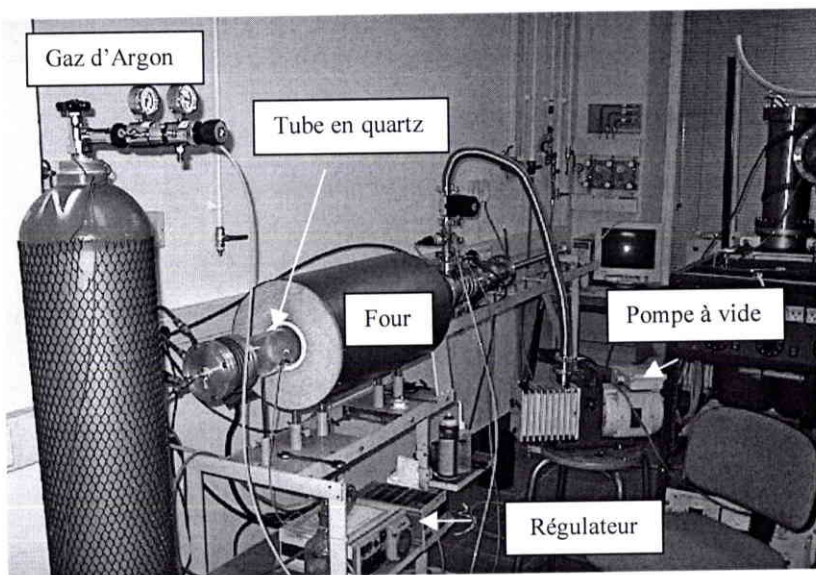


Fig. I.7. Four tubulaire équipé d'une pompe à vide primaire et système de balayage du gaz d'Argon.

Le niveau de vide que le tube peut atteindre est  $10^{-2}$  mbar et la surpression du gaz d'argon dans le tube est réglée à 100 mbar. En pratique, on place l'échantillon à recuire dans une boîte en laiton remplie de copeaux de zirconium pour absorber l'oxygène résiduel. Le contrôle de qualité de l'atmosphère du traitement a simplement été fait en regardant la surface de l'échantillon recuit. Par exemple pour un recuit à  $800^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures, un échantillon de zirconium ne change pas de couleur à la sortie du tube avec cette méthode de protection. Comme dans le dilatomètre, un thermocouple est posé sur l'échantillon pour mesurer directement sa température. Un enregistreur permet d'obtenir la courbe de température en fonction du temps.

Le refroidissement de l'échantillon s'effectue en faisant tomber la boîte de protection sur une plaque métallique refroidie liée au circuit de refroidissement. Par conséquent, la vitesse de refroidissement est plus faible que celle du dilatomètre.

### I.3.4. Traitement thermique dans le four de l'IUT de Metz

Nous avons également utilisé le four de l'IUT de Metz (Département Génie Mécanique et Productique) pour sa bonne régulation de température. Ce moyen a été utilisé avant la modification du four tubulaire du LETAM.

Le four utilisé ne permet pas de travailler sous vide, ni sous atmosphère contrôlée. Pour cette raison l'échantillon est mis en ampoule de verre (diamètre intérieur 28 mm) sous vide secondaire (de l'ordre de  $10^{-6}$  mbar) (Fig. I.8). Des perles d'alumine sont utilisées pour isoler la silice du titane afin d'éviter l'oxydation du Ti pendant le traitement thermique. En effet le titane réduit la silice suivant la réaction  $Ti + SiO_2 \rightarrow TiO_2 + Si$ .

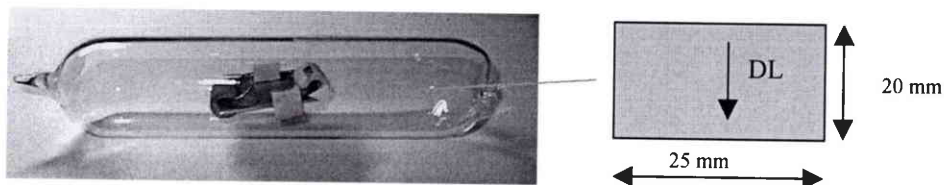


Fig. I.8. Echantillon dans une ampoule de verre sous vide dont il est isolé par des perles en alumine

Une ampoule de verre sous vide risque de s'affaisser si elle est portée à une température trop élevée. Nous avons donc limité à  $600^{\circ}C$  les températures de traitement des échantillons en ampoule de verre.

## I.4. Observation microstructurale

### I.4.1. Préparation de surface

Chaque échantillon a été poli jusqu'à environ un tiers à un demi ( $200-300 \mu m$ ) de son épaisseur pour éviter à la fois les effets de surface créés pendant le laminage et aussi l'oxydation au cours du recuit. Il s'agit d'un polissage mécanique sous l'eau à l'aide de papier abrasif de granulométrie décroissante de  $320 \text{ grains/mm}^2$  à  $2400 \text{ grains/mm}^2$ .

La diffusion d'atomes d'oxygène dans le titane atteint  $150 \mu m$  pour un recuit à  $850^{\circ}C$  pendant 72 heures dans une atmosphère d'oxygène pur à la pression ambiante (Fig. I.9) [DAVID et al., 1978]. Nos traitements de recuit n'atteignent que  $800^{\circ}C$  pour des durées de recuit beaucoup plus courtes et sont effectués sous vide primaire ou sous atmosphère inerte. L'épaisseur affectée par la diffusion de l'oxygène dans nos échantillons doit donc être très largement inférieure à  $150 \mu m$ .

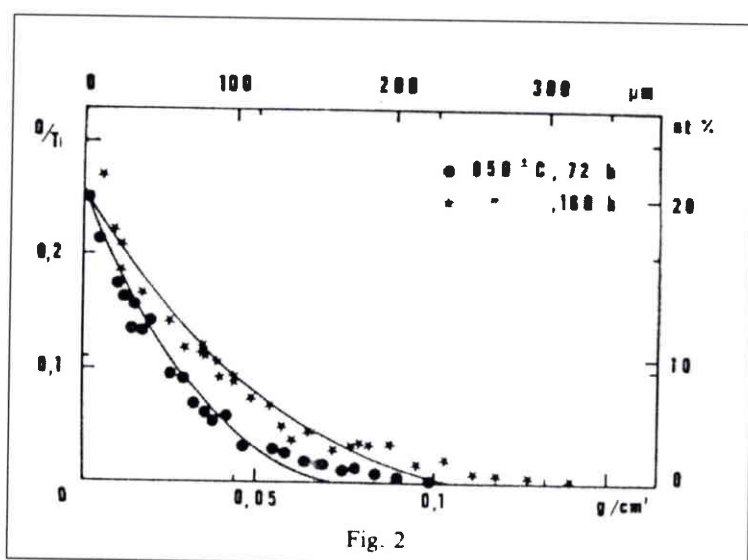


Fig. I.9. Profils de diffusion mesurés à  $850^{\circ}C$ , pour des durées d'oxydation de 72 et 160 heures [DAVID et al., 1978]

Après le polissage mécanique, la préparation de surface est poursuivie en polissant sur un feutre imprégné d'une solution à base de gel de silice (OPS) avec 20% d'eau oxygénée. Cette opération doit être poursuivie aussi longtemps que n'apparaissent pas clairement les

grains au microscope optique en lumière polarisée (un polissage miroir). Ensuite la préparation peut être continuée par l'une de ces deux méthodes :

1. Attaque chimique dans la solution Kroll qui est classiquement utilisée au laboratoire pour le titane ou pour le zirconium (solution aqueuse contenant 4% d'acide fluorhydrique et 6% d'acide nitrique). Le temps nécessaire pour l'attaque chimique dépend du type d'échantillon et du type de caractérisation envisagée. Pour révéler tous les joints de grains (mesure de taille de grains par microscopie optique), il faut laisser l'échantillon pendant 1 minute dans la solution. Pour une mesure d'EBSD, il faut laisser seulement pendant 5 secondes, à condition que la surface préparée précédemment par polissage mécanique soit très faiblement écaillée. Ce réactif attaque les grains différemment suivant leur orientation ce qui crée des reliefs sur la surface et révèle les joints de grains. Cette attaque est utilisée surtout pour des échantillons totalement recristallisés et avec des grains suffisamment gros (pour l'étude de croissance de grains). L'emploi de cette méthode pour un échantillon de TGM inférieur à 3  $\mu\text{m}$  donne un état de surface non adaptée à l'EBSD en raison du relief créé.
2. Polissage électrolytique dans un flux dont la composition est la suivante : 10% d'acide perchlorique, 90% de méthanol. L'échantillon est maintenu 30 secondes dans ce bain à  $-20^{\circ}\text{C}$ , sous une tension de 17 V et un courant de  $\sim 1\text{A}$ , avant de rincer tout de suite avec de l'éthanol. Ce type de polissage est utilisé surtout pour des échantillons déformés ou partiellement recristallisés.

#### **I.4.2. Observation par microscopie optique**

La microscopie optique a servi essentiellement au contrôle des préparations pour le MEB mais elle a été utilisée aussi pour la détermination des tailles de grains dans le T40.

#### **I.4.3. Observation par microscopie électronique à balayage**

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour observer les microstructures nécessitant des grossissements supérieurs à la microscopie optique. En particulier, il est intéressant d'utiliser les électrons rétrodiffusés qui permettent de révéler les différences d'orientations cristallines.

Le FEGSEM couplé à un système EBSD dont le laboratoire dispose depuis peu de temps est un outil particulièrement pertinent pour la caractérisation de microstructure surtout pour les échantillons déformés ou partiellement recristallisés. Avec un tel outil, il est en effet possible d'obtenir des cartographies d'orientations à haute résolution qui incluent à la fois la microstructure et les orientations locales. La microstructure est extrêmement bien révélée par la cartographie de contraste de bandes. Le contraste de bandes est un paramètre calculé pour chaque cliché, c'est à dire pour chaque point de la cartographie. Ce paramètre traduit la qualité du cliché de Kikuchi, qui elle-même dépend de la « qualité cristalline » du volume sondé. Sa valeur varie entre 0 et 255 et elle est d'autant plus élevée que le cristallite possède moins de perturbation due à des défauts cristallins (dislocations, joints de grains). Il faut noter que les valeurs les plus faibles de contraste de bandes (pixels sombres) correspondent souvent à des clichés de qualité si faible qu'ils ne sont pas indexés. Le mode de représentation par le contraste de bandes permet de visualiser la microstructure à condition que le pas de mesure soit suffisamment petit pour avoir une image de bonne résolution. Par exemple dans le cas de zirconium partiellement recristallisé (recuit à  $500^{\circ}\text{C}$  pendant 5 minutes), un pas de 0.1  $\mu\text{m}$  permet de visualiser les sous-structures de déformation (Fig. III.8) [DEWOBROTO et al.,

2004]. En revanche, pour le zirconium à gros grains (recuit à 800°C pendant 100 minutes), un pas de 2 µm est suffisant pour avoir un image de bonne résolution (Fig. IV.28.d) [BOZZOLO et al., 2004].

Le logiciel utilisé, Channel 5 de HKL, offre un très grand nombre de possibilités de représentation des cartographies. Celles que nous avons utilisées, sont explicitées dans les figures correspondantes.

#### **I.4.4. Observation par microscopie électronique à transmission**

La microscopie électronique à transmission (MET PHILIPS CM200) a été utilisée pour caractériser les détails les plus fins des microstructures déformées ou partiellement recristallisées. Elle peut être également couplée avec l'analyse chimique par spectrométrie des rayons X (EDX) pour déterminer la nature des précipités et leur distribution.

Les observations au MET nécessitent que les échantillons se présentent sous la forme de lames minces. Il s'agit de disques de diamètre 3 mm et d'une épaisseur moyenne inférieure à 50 µm. Les disques sont ensuite percés d'un trou dont le bord est la zone observable. L'amincissement est d'abord réalisé par polissage mécanique sous eau, avec des papiers abrasifs les plus fins possibles (jusqu'au papier abrasif de 4000 grains/mm<sup>2</sup>) et nous le terminons par un polissage miroir en utilisant la solution OPS à base de gel de silice. En utilisant un poinçon, nous obtenons des disques que nous perçons ensuite par voie électrochimique dans un double jet qui érode chaque face de la lame mince. La solution du jet électrolytique contient 10% d'acide perchlorique et 90% de méthanol. Elle est refroidie à -20°C et mise sous une tension de 17 V.

### **I.5. Mesure de texture**

#### **I.5.1. Mesure de texture globale par diffraction des rayons X (DRX)**

##### **I.5.1.a. Paramètres de mesure**

La mesure de texture a été faite en utilisant le goniomètre de texture sur des échantillons polis miroir et exempts de rayures ou d'écrouissage de surface. La mesure consiste à analyser les six premiers plans du diffractogramme du T40 (Fig. I.10) ou du Zr702.

L'anticathode de cobalt a été choisie car elle sépare mieux les pics {0002} des pics {10-11} que l'anticathode de cuivre.<sup>2</sup> La longueur d'onde du rayonnement K $\alpha$  du cobalt est en effet supérieure à celle du cuivre.



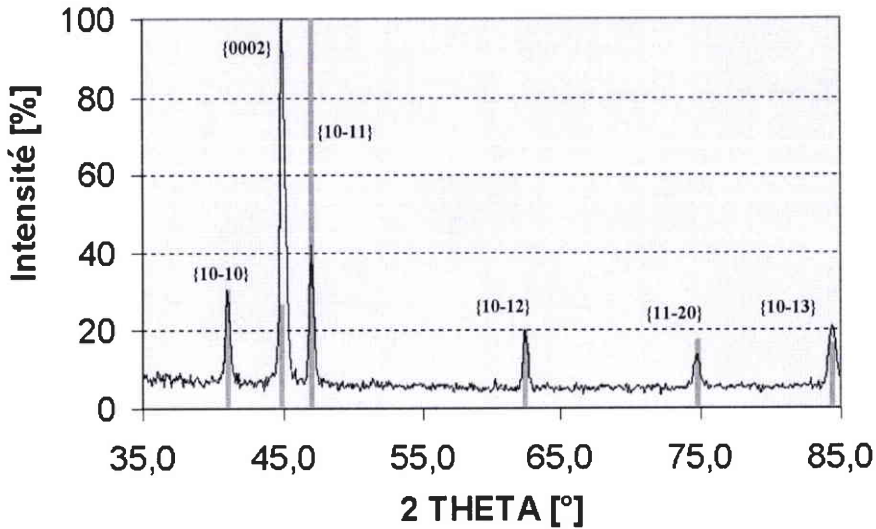


Fig. I.10. Diffractogramme  $\theta$ - $2\theta$  de DRX du titane réalisé avec une anticathode de Cobalt (les barres verticales signalent la position théorique des pics)

Le T40 et le Zr702 après un laminage ou un recuit sont peu texturés. Ils sont sensibles au maillage et ils ont un pouvoir diffractant assez mauvais. Pour avoir un bon compromis entre la précision de mesure et l'intensité de photons arrivant sur le détecteur, nous avons réglé une ouverture des fentes verticales de 6 mm. Ce réglage permet de mesurer une seule raie mais avec l'inconvénient que l'intensité diffractée à des grands angles de déclinaison diminue à cause de l'étalement de la raie. Pour compenser ces effets, il est judicieux d'augmenter la qualité statistique des mesures, c'est à dire le volume diffractant et la statistique de comptage, de la façon suivante :

- Mettre une taille importante de faisceau pour augmenter la surface éclairée (collimateur de diamètre 0.8 mm),
- Appliquer un mouvement uniaxial ou biaxial de l'échantillon pour accroître la surface exposée (10 mm). En conséquence, la taille d'échantillon minimum doit être 26 mm de diamètre.
- Appliquer un temps de comptage important (6 secondes par pas de mesure).

#### I.5.1.b. Analyse de la texture et calcul de la fonction de densité des orientations (FDO)

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

$$P_{h_i}(y) = N_i I_{h_i}(y) = \int_{h_i // y} f(g) \cdot dg \quad (2)$$

où  $I_{h_i}(y)$  sont les intensités expérimentales intégrées par unité de temps et corrigées du fond continu dans la FdP mesurée,  $N_i$  : le coefficient de normalisation,  $P_{h_i}(y)$  : la densité de pôles. Le symbole  $h_i // y$  indique que l'intégrale est calculée pour tous les cristallites dont les normales  $\langle h_i \rangle$  aux plans  $\{hkl\}$  sont parallèles à une direction  $\langle y \rangle$  dans le repère de l'échantillon [BUNGE, 1969].

La méthode harmonique, proposée initialement par [BUNGE, 1965] et [ROE, 1965], utilise des développements en séries de  $P_{h_i}(y)$  et  $f(g)$  sur des bases de fonctions harmoniques sphériques simples ou généralisées et permet de trouver une solution à l'équation

fondamentale ci-dessus. La détermination de la FDO par cette méthode revient à déterminer les coefficients  $C_l^{\mu,n}$  du développement. Nous avons utilisé le logiciel TEXEVAL initialement développé au laboratoire, basé sur cette méthode, et qui intègre un double système de positivité [WAGNER et al, 1996]. Les paramètres d'analyse utilisés sont les suivants :

- Rang initial du développement : 22 pour cinq ou six FdP prises en compte
- Nombre maximum d'itérations : 20
- FdP recalculées pour le système de positivité : (12-33) (20-21)
- Rangs du développement : 34

### I.5.1.c. Représentation graphique de la fonction de densité des orientations (FDO)

Pour la représentation graphique de la FDO, une orientation  $g$  est définie ici par les rotations permettant de passer du repère de l'échantillon au repère du cristal à l'aide des trois angles d'Euler suivant la convention de BUNGE [1969] (Fig.I.11.a) :

$$g = \{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$$

Notre convention pour le repère cristallin ( $xyz$ ) est  $x=[10-10]$ ,  $y=[-12-10]$ ,  $z=[0001]$  (Fig.I.11.b).

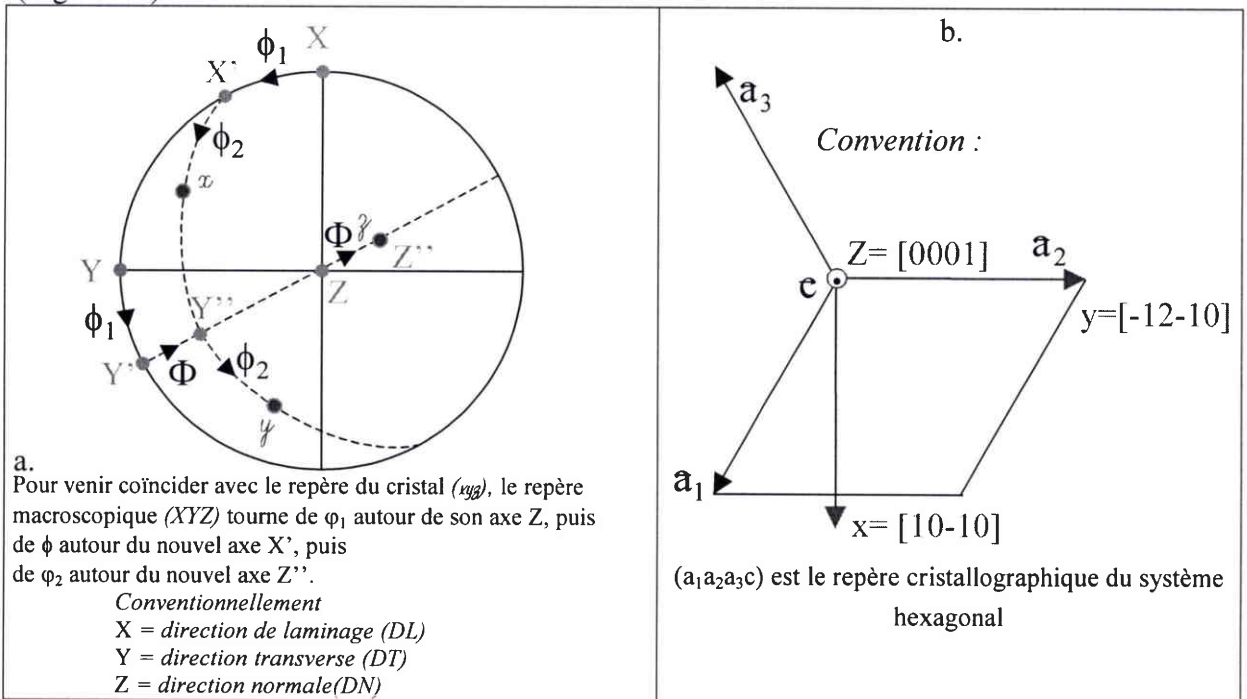


Fig.I.11.(a) Schéma en projection stéréographique définissant les angles d'Euler suivant la convention Bunge (b) Convention pour le repère cristallin

Pour la symétrie cristalline hexagonale, les angles d'Euler pour le domaine fondamental sont compris dans les intervalles suivants :

$$0 \leq \varphi_1 \leq 360^\circ \quad 0 \leq \phi \leq 90^\circ \quad 0 \leq \varphi_2 \leq 60^\circ$$

Nous pouvons limiter cet espace à  $0 \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$ , lorsque la symétrie de l'échantillon est orthorhombique, comme c'est le cas pour nos échantillons laminés.

La fonction de densité des orientations se représente dans un espace à 3 dimensions ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) dont chaque point correspond à une orientation avec une valeur de  $f(g)$  associée.

Les coupes de la FDO montrent des lignes d'isodensité pour le domaine fondamental. La Fig. I.12 montre un exemple de FDO avec des sections à  $\varphi_1$  constant. Pour les textures du

titane et du zirconium, la section à  $\varphi_1=0^\circ$  contient la majeure partie de l'information, aussi par la suite nous limiterons la présentation des FDO que par cette coupe unique pour décrire les textures.

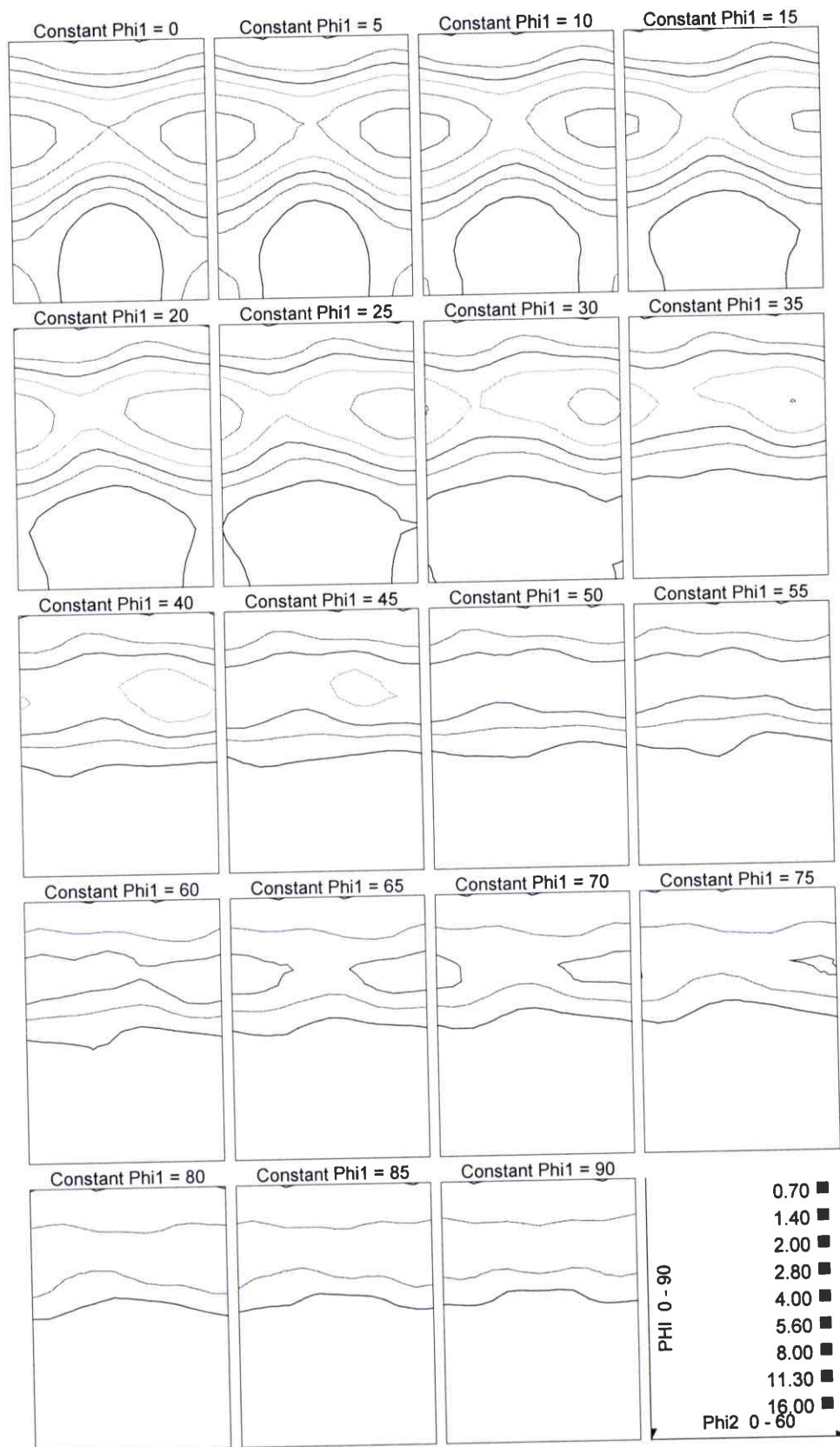


Fig. I.12. FDO du T40 recuit à  $540^\circ\text{C}$  pendant 24 minutes sections à  $\varphi_1$  constant par pas de  $5^\circ$ , de  $0^\circ$  à  $90^\circ$

### **I.5.2. Texture locale et/ou globale par EBSD**

La méthode de mesure d'orientations individuelles par EBSD repose sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi, obtenus par diffraction d'un faisceau d'électrons sur des cristallites à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Les références [HJELEN, 1993], [HUMPHREYS, 1999], [HUMPHREYS, 2001], [JUUL JENSEN, 1993], [KUNZE, 1993] et [SCHWARZER, 1993] complètent ces informations en apportant davantage de détails précis sur la spécificité de la technique EBSD (fonctionnement, performances, limites, applications et progrès récents). On peut accéder à la texture globale à partir de données EBSD locales à condition de prendre un certain nombre de précautions concernant le nombre de grains mesurés, leur localisation à la surface de l'échantillon et les conditions d'acquisition et de post-traitement des données [WAGNER et al., 2002].

#### **I.5.2.a. Paramètres de mesure**

Nous avons utilisé au début un MEB conventionnel LEICA S440 (filament à émission thermique) puis un MEB JEOL JSM 6500-F à canon à effet de champ (*FEG: Field Emission Gun*) avec le système Channel 5 de HKL Technology, Danemark. Nous avons choisi les conditions expérimentales de la façon suivante :

- Les échantillons sont placés dans le microscope avec la direction de laminage perpendiculaire à l'axe de tilt ( $X_1$ ), c'est à dire parallèle à  $Y_1$  du repère microscope dans lequel les orientations sont déterminées par le logiciel. Ceci permet de rencontrer moins souvent le cas d'axes [0002] proches du centre du cliché (position de pseudo-symétrie). Cette situation génère des erreurs d'orientation de  $30^\circ$  autour de l'axe  $\langle c \rangle$  car l'indexation se fait par détection de la position des bandes et non de leur largeur, le logiciel peut donc confondre [10-10] et [-12-10] [WAGNER et al, 2002]. Bien sur ceci ajoute une opération de rotation des données pour revenir dans le repère macroscopique conventionnel ( $X=DL$ ,  $Y=DT$ ,  $Z=DN$ ). A part le placement de l'échantillon, il est aussi important de définir un nombre de lignes de Kikuchi détectées assez élevé afin d'éviter l'erreur d'indexation dû à la position de pseudo-symétrie [WAGNER et al., 2002]. Dans notre étude, nous utilisons au moins 6 lignes de Kikuchi pour déterminer l'orientation du cristal.
- Pour la détermination de la texture globale, [WAGNER et al, 1998] ont montré qu'un nombre minimum de 2000 grains est nécessaire pour qu'elle soit statistiquement significative. Cette condition nécessaire n'est pas suffisante. Nous avons montré [WAGNER et al., 2002] que même avec un grand nombre de grains mesurés (environ 5000), les FdP peuvent ne pas respecter la symétrie d'échantillon orthorhombique si les grains sont localisés au même endroit à la surface de l'échantillon. En revanche, à partir de plusieurs cartographies plus petites acquises à différents endroits de l'échantillon, et totalisant un nombre de grains identique au cas précédent (environ 5000), les FdP sont beaucoup plus symétriques. Les données ont donc une meilleure qualité statistique (Fig. I.13).
- En général, le pas de mesure a été choisi en divisant la taille de grains par un facteur compris entre 7 et 10 pour avoir à la fois une bonne statistique en un temps raisonnable et une résolution suffisante.

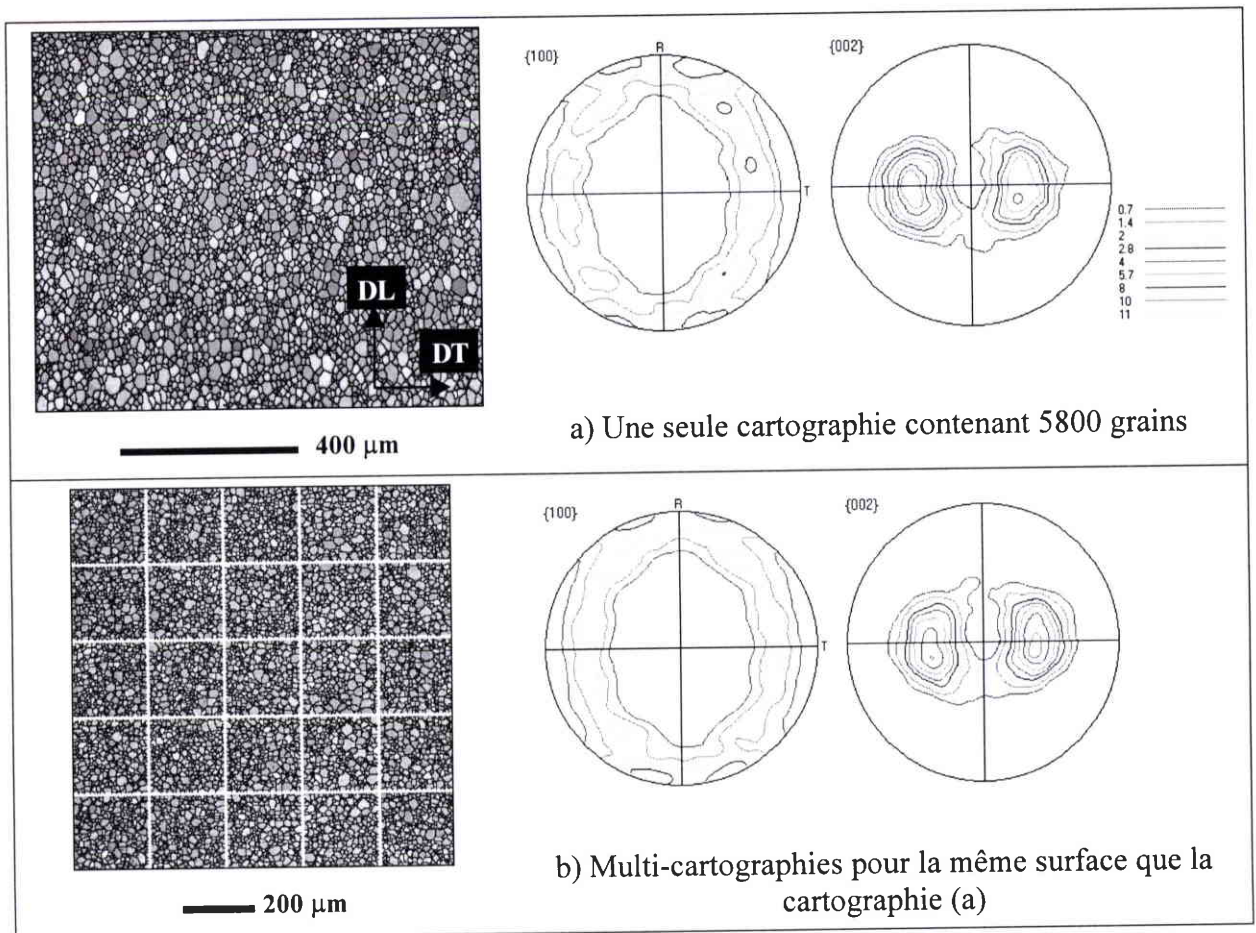


Fig. I.13. (a) Une seule cartographie (0.88 mm<sup>2</sup>). (b) Des multi-cartographies d'EBSID mesurées à des endroits différents pour une même surface (0.88 mm<sup>2</sup>). Les FdP {10-10} et {0002} montrent un déséquilibre d'intensité pour la mesure avec une seule cartographie.

### I.5.2.b. Traitement des données pour l'obtention de FDO

Les données fournies par mesure EBSD ont été exploitées par le logiciel Channel 5 de la société HKL. Channel 5 permet d'effectuer des corrections sur les données brutes. Il est possible d'éliminer des points de mesure aberrants ou d'attribuer des orientations aux points de mesure non-indexés par un filtrage.

Channel 5 permet également de visualiser toutes les orientations déterminées sous forme de FdP. Plusieurs étapes sont nécessaires pour calculer la FDO à partir des données EBSD. Nous décrivons sommairement ces étapes.

- **Affectation d'une orientation aux pixels non-indexés**

Il consiste à affecter aux points de mesure isolés et aux points de mesure non indexés, l'orientation des pixels voisins (Fig. I.14). Cette étape est nécessaire pour calculer la désorientation entre les grains dans un matériau totalement recristallisé et aussi pour définir un groupe de pixels comme un grain suivant un angle de désorientation maximum entre pixels voisins. Pour un matériau déformé ou partiellement recristallisé où le taux d'indexation peut être assez faible, cette étape doit être faite avec précaution pour éviter une erreur d'analyse des résultats.

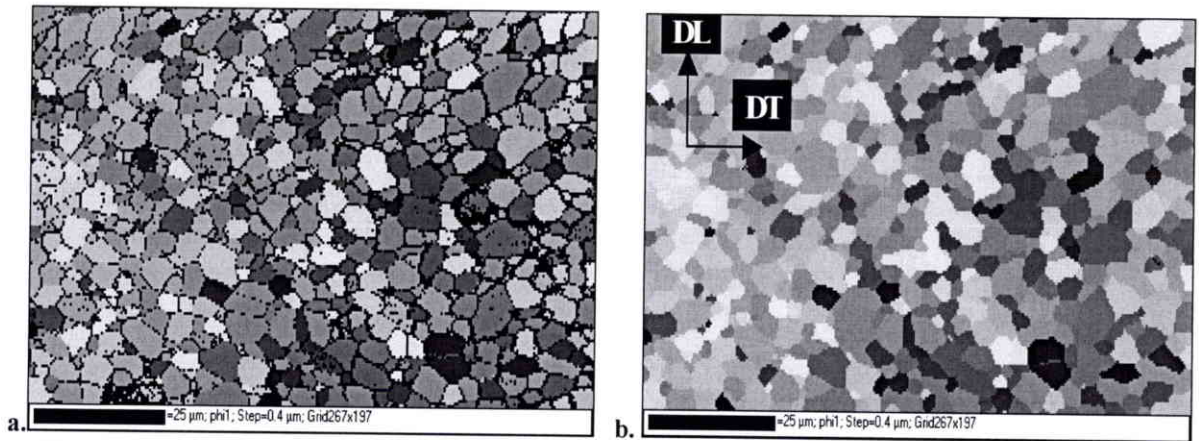


Fig. I.14. Cartographie EBSD réalisée sur le T40 recuit 24 minutes à 540°C. Le code de couleur est défini en fonction de la valeur de l'angle  $\varphi_1$ . (a) Données brutes, les pixels noirs correspondent aux points non indexés et (b) Après le filtrage.

- **Détection des grains**

La détection des grains se fait sur un critère de désorientation entre pixels voisins. Nous avons choisi 3° de désorientation maximale. Tous les pixels voisins désorientés de moins de 3° de proche en proche sont donc considérés comme appartenant au même grain.

- **Production d'un fichier texte (.txt)**

Une fois que Channel 5 a détecté les grains, il est possible d'exporter la liste des grains dans un fichier contenant leur orientation ( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ ) et leur poids (nombre de pixels dans le grain).

- **Obtention des coefficients de texture  $C_l^{\mu n}$  et traçage des coupes de la FDO**

A partir de ces données discrètes, la FDO ou plus exactement les coefficients  $C(l, \mu, n)$  qui la décrivent ont été calculés à l'aide d'un programme écrit par J.J. FUNDENBERGER. Dans ce calcul, une gaussienne de 8° de largeur à mi hauteur est appliquée sur chaque orientation. Les fichiers produits par le programme sont lisibles par le logiciel TEXEVAL pour la représentation graphique.

### 1.5.3. Orientations locales par microscopie électronique à transmission

#### 1.5.3.a. Paramètres de mesure

Nous avons utilisé le microscope électronique à transmission Philips CM200 équipé d'un camera CCD et d'un spectromètre (EDX). La technique de mesure d'orientation individuelle à partir de l'indexation de diagrammes de Kossel/Kikuchi par MET a été développée au LETAM par FUNDENBERGER et al. [2003].

Le principe de cette technique est similaire à celui de l'EBS, mais présente une résolution spatiale accrue et une meilleure précision sur les orientations mesurées. Les clichés sont obtenus en faisceau convergent, la taille de sonde peut descendre jusqu'à quelques nanomètres. Les mesures d'orientation peuvent se faire en positionnant manuellement la sonde sur la zone d'intérêt et en acquérant les clichés un à un, il est alors possible de reconstruire une cartographie « semi-automatique » en suivant la procédure décrite ci-dessous. Nous avons pu également tester un développement récent de la technique et acquérir une cartographie de manière totalement automatisée (Fig. II.26.b). Le positionnement du

faisceau, l'acquisition et l'indexation des clichés est alors entièrement géré par ordinateur. Les cartographies sont ensuite injectées dans le logiciel Channel 5 pour bénéficier de tous les outils de post-traitement développés pour l'EBSD.

Les démarches à suivre pour produire une cartographie «semi-automatique» comme celle de la Fig. I.15 sont :

1. Acquisition par la camera CCD d'un image de la microstructure et des diagrammes de Kikuchi en différents points que l'on choisit dans la zone observable de l'échantillon. On repère ces points par des numéros sur l'image de la microstructure (Fig. I.15.a).
2. En utilisant le logiciel Euclid's Phantasies V1 développé par J.J. FUNDENBERGER, E. BOUZY et A. MORAWIECK, le diagramme de Kikuchi est indexé et l'orientation est déterminée. Les données d'orientation sont exportées automatiquement dans un fichier .MOI contenant les angles d'Euler pour chaque point.
3. Sur l'image de la microstructure, les domaines correspondant aux points de prise de diagrammes de Kikuchi sont dessinés de façon plus ou moins arbitraire en utilisant le logiciel Micrografix Publisher.
4. Ensuite, le fichier .MOI et l'image dessinée sont couplés en utilisant le logiciel « border+30.exe » pour obtenir une cartographie que l'on peut ensuite analyser avec le logiciel Channel 5 (Fig. I.15.b).

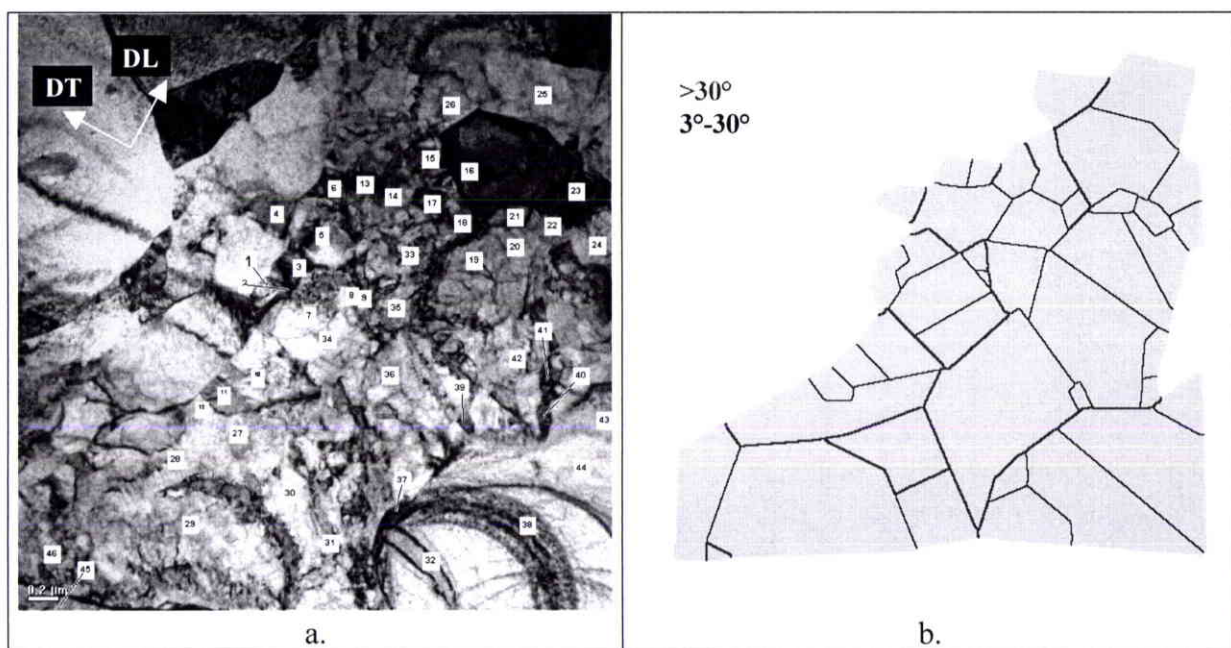


Fig. I.15. Production d'une cartographie semi-automatique par MET. (a) Points de mesure d'orientation sur l'image de la microstructure (b) Domaines dessinés de façon arbitraire pour l'analyse de la texture locale et des désorientations entre les domaines.

## I.5.4. Outils d'analyse de texture

### I.5.4.a. Différences de FDO

Un moyen de comparer deux fonctions de texture,  $f_a(g)$  et  $f_b(g)$ , est de calculer une fonction différence de texture entre les deux états a et b donnés. Les textures à comparer peuvent provenir des résultats de mesure de texture par EBSD ou par DRX. La Fig. I.16 montre un exemple de fonction de différence de texture entre le Zr702 recuit à 500°C

pendant 240 minutes (TGM : 3.1  $\mu\text{m}$ ) et celui recuit à 800°C pendant 10 minutes (TGM : 9.5  $\mu\text{m}$ ).

$$f_{\text{Diff}}(g) = f_a(g) - f_b(g) \quad (3)$$

Ceci permet une comparaison plus quantitative qu'un simple examen visuel des sections. Ce calcul consiste à discrétiser la FDO et à calculer la différence de valeur de la FDO pour chaque case de 5°x5°x5°. Ceci a été mis en œuvre à l'aide d'un programme écrit par F. WAGNER

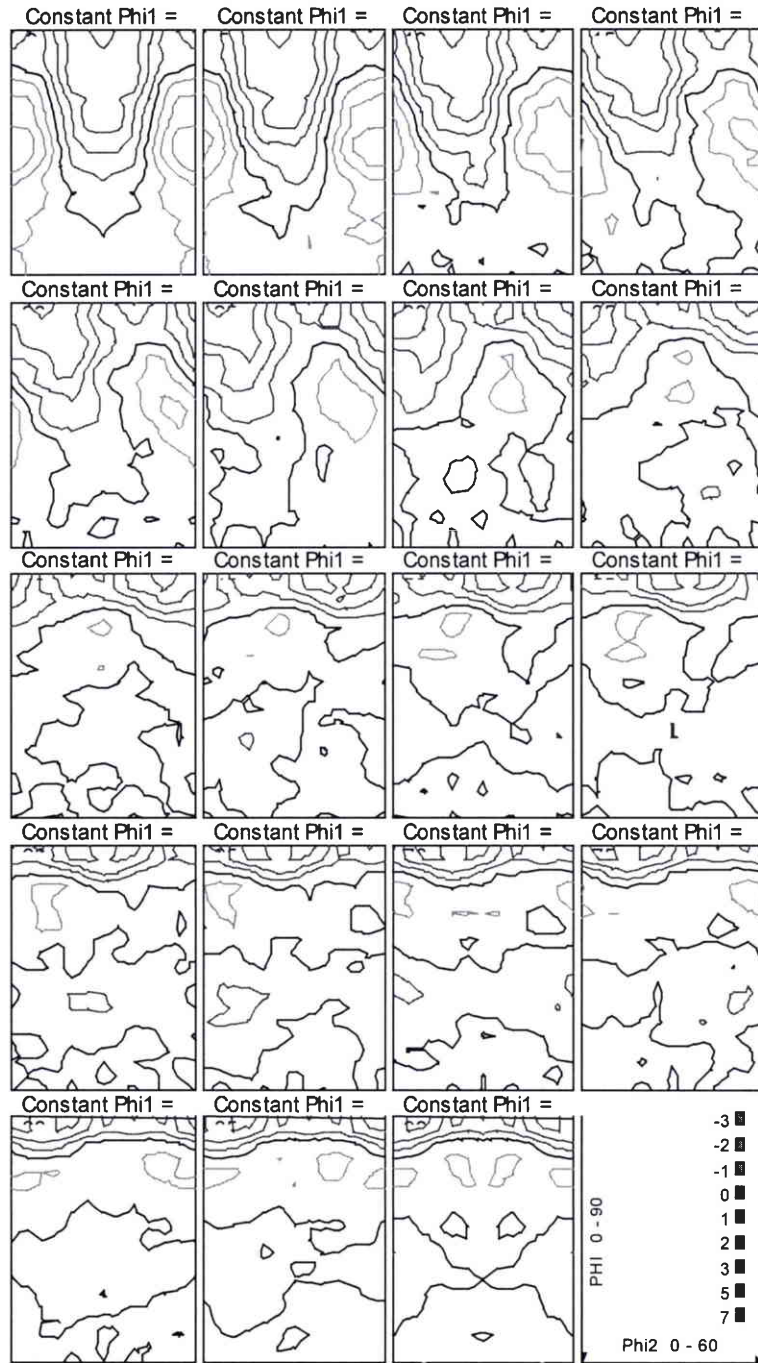


Fig. I.16. Section à  $\phi_1$  constant de la différence de FDO entre le Zr702 bien recristallisé après un recuit à 800°C pendant 10 minutes et celui recuit à 500°C pendant 240 minutes. Les valeurs négatives indiquent les orientations ayant disparu et les positives celles qui se développent au cours de la croissance de grains.



Il est également possible de calculer un indice de différence de texture  $J_{Diff}$ , d'une manière similaire au calcul des indices de textures :

$$J_{Diff} = \int [f_a(g) - f_b(g)]^2 dg \quad (4)$$

Cet indice de différence de texture qui varie de 0 à l'infinie quantifie globalement l'importance de l'écart entre deux textures ; en dessous de 0.2 on considère que les deux textures sont similaires compte tenu de la précision.

Le programme fournit également la valeur de la fraction volumique réorientée qui est l'intégrale des valeurs positives de différence de chaque case ( $\Delta f(g)$ ).

$$V_{dif} = \int_{\Delta f(g) > 0} \Delta f(g).dg = \frac{1}{2} \int |\Delta f(g)|.dg \quad (5)$$

Cette quantité est très intéressante pour caractériser les zones d'orientation qui croissent ou décroissent n'est évidemment pas sensible aux changements symétriques ou réciproques (c'est à dire si un même volume de grains d'orientation  $g_A$  passent en  $g_B$ , tandis que les grains  $g_B$  passent en  $g_A$ ).

#### I.5.4.b. Histogramme de distribution des désorientations

Le logiciel Channel 5 offre la possibilité de calculer la distribution des angles de désorientations entre les pixels constituant la cartographie EBSD. La distribution des désorientations est tracée en fréquence relative (nombre de couples de pixels présentant une désorientation donnée divisé par le nombre total de couples de pixels). Un exemple est présenté sur la Fig. I.17. Dans ce cas, toutes les désorientations inférieures à  $5^\circ$  ne sont pas prises en compte. La distribution de désorientation peut être calculée de différente manière :

1. Désorientation corrélée (en bleu sur la Fig. I.17) : Elle est calculée entre un point de mesure et ses voisins. Dans des échantillons déformés ou partiellement recristallisés, la distribution des angles de désorientation montre des fractions élevées pour les faibles désorientation (inférieur à  $15^\circ$ ) et un fort aplatissement pour des grands angles de désorientation. Il est souvent nécessaire de prendre  $5^\circ$  comme l'angle minimum de désorientation pour couper le pic intense et mieux voir l'allure du reste de la distribution.
2. Désorientation non-corrélée (en rouge) : Elle est calculée entre pixels pris au hasard dans l'image. Cette distribution des désorientations entre pixels tirés au sort (en rouge) permet de voir l'effet de texture, sans couplage géographique.
3. Désorientation entre les pixels dans une zone sélectionnée (subset) et les pixels autour (en noir sur la Fig. I.17). Ce calcul de désorientation a été programmé par L. GERMAIN, doctorant au LETAM Il permet d'obtenir l'histogramme des désorientations des joints de grains délimitant certains grains sélectionnés, par exemple appartenant à une composante de texture particulière.

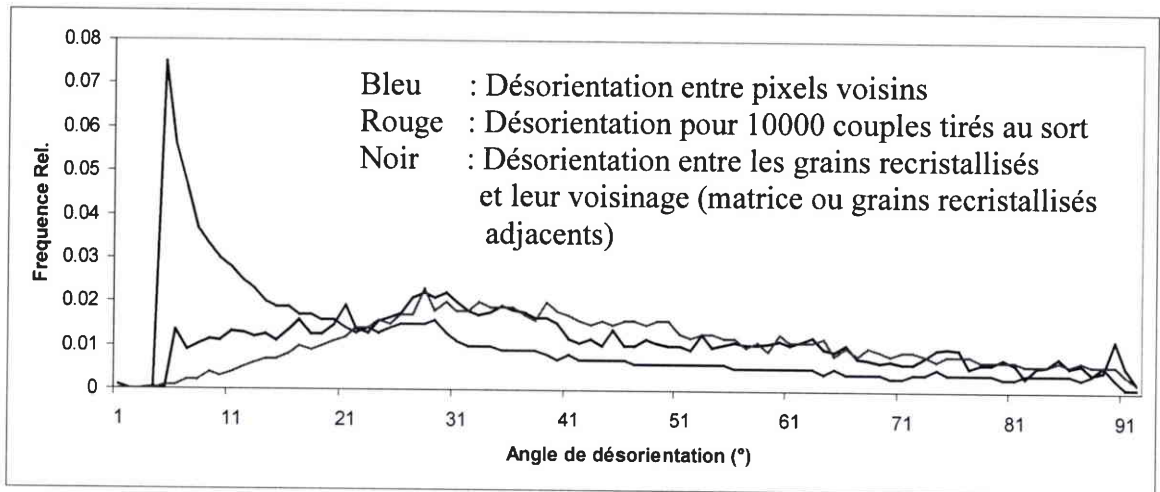


Fig. I.17. Distribution des désorientations établies à partir de la cartographie d'orientation de l'échantillon de Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes

## I.6. Détermination de la taille de grains

La détermination de la taille de grains peut être effectuée par deux méthodes. La première consiste à utiliser les données EBSD et la seconde fait usage d'une mesure semi-automatique à partir des images de microscopie optique.

### I.6.a. Détermination de la taille de grains par EBSD

Dans une cartographie, la détection des pixels correspondant à un grain s'effectue en fonction de la désorientation entre les pixels voisins. L'utilisateur définit un angle de désorientation maximum permettant de définir les pixels appartenant à un grain. À partir de l'ensemble de pixels représentant un grain, la taille du grain peut être caractérisée à partir de sa surface  $S$  déterminée par :

$$S = N \cdot p^2 \quad (6)$$

avec  $N$  est le nombre de pixels contenus dans le grain, et  $p$  est le pas de la cartographie d'orientations.

Le paramètre le plus utilisé pour caractériser la taille d'un grain de surface  $S$  est le diamètre équivalent  $D_{\text{eq}}$ , ce diamètre est celui du cercle ayant la même surface que le grain considéré. Le diamètre équivalent est donc obtenu par :

$$D_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{4 \cdot S}{\pi}} \quad (7)$$

### I.6.b. Détermination de la taille de grains par microscopie optique

Afin de déterminer la taille de grains de manière statistique, plusieurs micrographies de chaque échantillon ont été réalisées. Le nombre de grains mesurés est d'environ 1500 pour chaque échantillon. Les images sont traitées semi-automatiquement pour détecter les grains et déterminer leur taille.

La détermination de la taille de grains est faite à partir de micrographies numériques qui sont réalisées avec le microscope optique du Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux de Metz.

Le traitement des micrographies consiste à retracer manuellement les joints de grains sur l'image à l'aide du logiciel de traitement d'image Micrografix Publisher. Il est ensuite aisé d'opérer un seuillage chromatique dans le logiciel Digital Micrograph et de détecter les joints

de grains. Le diamètre équivalent  $D$  est le diamètre du cercle de même surface que le grain considéré (équation (7)).

### **I.6.c. Histogrammes de taille de grains**

Les données de tailles de grains obtenues à partir de cartographies EBSD ou de micrographies optiques, sont traitées avec EXCEL pour créer un histogramme de distribution de la taille de grains pour chaque échantillon. La correction des effets de bords [LANTUEJOU, 1978, 1980] est appliquée. L'effet de cette correction par rapport aux données brutes est faible, avec une augmentation de la taille de grains d'environ 3%, mais elle nécessaire en toute rigueur. Nous avons également utilisé un modèle proposé par SALTYKOV [1958] pour reconstruire la distribution de tailles de grains en 3D à partir des données bidimensionnelles. La taille de grains moyenne en 3D est beaucoup plus élevée qu'en 2D (environ 30% supérieure pour l'exemple présenté ici). En effet les tailles de grains moyennes observées sur une image, donc dans une coupe plane d'un échantillon, sont toujours plus faibles que la taille de grain réelle en 3D.

## CHAPITRE II. EVOLUTION DE TEXTURE ET DE MICROSTRUCTURE DE L'ETAT DE DEPART (RECRISTALISE) JUSQU'A L'ETAT LAMINE A 80%

### Introduction

La force motrice de la recristallisation est liée à la diminution d'enthalpie libre du système en éliminant l'énergie stockée dans le matériau au cours de la déformation. Ceci se traduit par la réorganisation et l'élimination des défauts qui sont essentiellement sous forme de dislocations. Les mécanismes de déformation peuvent varier suivant l'orientation des grains par rapport à la direction de sollicitation. Dans les matériaux polycristallins, le fait que chaque grain se comporte différemment vis à vis de la déformation crée une hétérogénéité dans la microstructure. Cette hétérogénéité détermine ensuite les comportements locaux du matériau pendant la recristallisation [BRANGER et. al., 2000].

La caractérisation de la microstructure à l'état déformé est donc importante afin de relier les structures locales aux mécanismes de recristallisation. Le but de ce chapitre est de fournir une description détaillée des microstructures déformées à 80% qui constituent l'état de départ de l'étude des mécanismes de recristallisation présentée dans le chapitre III. Compte-tenu des difficultés expérimentales de caractérisation de microstructures fortement déformées, nous présentons ici l'évolution de microstructure au cours de la déformation afin de mieux comprendre la nature et l'origine des structures locales observées à 80% de laminage.

Après une première partie bibliographique, nous présenterons nos résultats concernant le T40 et le Zr702. Ces résultats sont ensuite analysés et discutés afin d'en extraire les informations qui peuvent être importantes pour comprendre ultérieurement les mécanismes de la recristallisation.

### II. 1. Etude bibliographique

#### II.1.1. Système de glissement et de maclage dans le titane (T40) et le zirconium (Zr702).

Quand on applique une déformation sur un matériau cristallin, ce matériau subit un changement d'orientation du cristal. Le changement d'orientation du cristal résulte des glissements de dislocations ou du maclage. Dans des métaux HC, le maclage s'active en raison du nombre limité de systèmes de glissement. Le maclage rend certains matériaux HC très ductiles à la température ambiante. Dans le paragraphe suivant, nous citons les systèmes de glissement et de maclage qui existent dans le titane  $\alpha$  et dans le zirconium  $\alpha$ .

Le zirconium  $\alpha$  et le titane  $\alpha$  ont un rapport  $c/a$  inférieur à la valeur idéale 1,633 (1,633 correspond à un empilement compact de sphères rigides). Pour le titane, le rapport  $c/a$  est de 1.58705 et pour le zirconium est de 1.59303. Les systèmes de glissement et de maclage dans ces matériaux sont respectivement indiqués dans les Tableaux II.1 [PARTRIDGE ,1967] et II.2 [SONG et GRAY, 1995].

A température ambiante, la déformation du titane se produit par glissement sur le plan prismatique  $\{10-10\}$  et sur le plan pyramidal  $\{10-11\}$  avec le même vecteur de Burgers  $\langle 1-210 \rangle$ . Les glissements  $\langle c+a \rangle$  sur les plans  $\{11-22\}$  et  $\{10-11\}$  de direction  $\langle 11-23 \rangle$  sont des modes de déformation secondaires avec une contrainte critique supérieure à celle du système de glissement prismatique. Pendant une déformation à froid, 15 types de maclage peuvent s'activer [CROCKER et BEVIS, 1970] mais les plus fréquents sont les maclages en tension  $\{10-12\}\langle -1011 \rangle$ ,  $\{11-21\}\langle -1-126 \rangle$  et le maclage en compression  $\{11-22\}\langle -1-123 \rangle$  (Tableau II.2) [NAUER et BUNGE, 1988].

Le zirconium se déforme principalement par glissement prismatique,  $\{10-10\}\langle 11-20 \rangle$ . Le glissement pyramidal  $\{10-11\}\langle 11-20 \rangle$  est le mode de déformation secondaire et son

activité augmente avec le taux de déformation. FRANCILLETTE et al., [2001] ont simulé l'évolution de texture au cours du laminage du Zr702 par le modèle auto-cohérent à partir de différentes textures initiales. Ils ont obtenu une évolution similaire aux résultats expérimentaux en mettant les principaux systèmes de glissement cités dans le Tableau II.1 et le maillage en tension,  $\{10-12\}\langle -1011 \rangle$ .

	{Plan dense}<direction de glissement>
Systèmes de glissement prismatique <a>	$\{10-10\}\langle 11-20 \rangle$
Systèmes de glissement basal <a>	$\{0001\}\langle 11-20 \rangle$
Systèmes de glissement pyramidal <a>	$\{10-11\}\langle 11-20 \rangle$
Systèmes de glissement pyramidal <c+a>	$\{11-22\}\langle 11-23 \rangle$ $\{10-11\}\langle 11-23 \rangle$

Tableau II.1.– Systèmes de glissement dans les matériaux hexagonaux compacts [PARTRIDGE, 1967]

Nature du maillage	Plan $K_1$	Direction $\eta_1$	Angle		Axe
			Ti	Zr	
Maillage 1 en traction	$\{10-12\}$	$\langle -1011 \rangle$	85.02	84.79	$\langle 2-1-1 \ 0 \rangle$
Maillage 2 en traction	$\{11-21\}$	$\langle -1-126 \rangle$	34.97	34.85	$\langle 10-1 \ 0 \rangle$
Maillage en compression	$\{11-22\}$	$\langle -1-123 \rangle$	64.42	64.23	$\langle 10-1 \ 0 \rangle$

Tableau II.2.– Systèmes de maillage pour les matériaux hexagonaux. Les angles de désorientations mentionnés ici correspondent à une valeur du rapport c/a de 1.58705 pour le titane et de 1.59303 pour le zirconium [SONG et GRAY, 1995]

La différence de comportement entre ces deux matériaux pendant la déformation est essentiellement la fraction volumique maillée (FVM) au cours du laminage. SERGHAT [1994] a déterminé expérimentalement la FVM pour le T40. Lors du laminage, le taux de maillage dans le T40 est de 35% après 80% de laminage. Le maillage est moins actif à partir d'un taux de laminage supérieur à 50%. NAUER et BUNGE [1988] ont étudié les mécanismes de déformation dans le titane commercialement pur avec une taille de grains moyenne (TGM) du matériau de départ de 80  $\mu\text{m}$ . Ils ont observé que le maillage est un des mécanismes importants jusqu'au taux de laminage de 40% et à partir de là, la déformation se fait surtout par glissements. Ce changement de mécanisme de déformation serait dû à la diminution de taille de grains effective au fur et à mesure de la déformation car le maillage en dépend.

SERGHAT et al. [1995] ont déterminé la fraction volumique maillée (FVM) pendant le laminage à froid du ZrQN (TGM : 7  $\mu\text{m}$ ) et du Zy-4 (TGM : 25  $\mu\text{m}$ ). La FVM dans le ZrQN après 80% de laminage est de 11% alors que dans le Zy-4 est de 3%. La différence de la composition chimique entre les deux alliages serait la principale cause de la différence de FVM car les impuretés baissent l'activité du maillage [PHILIPPE, 1983]. Le Zy-4 possède une matrice  $\alpha$  contenant de l'étain en solution (1.3%pds de Sn) et des précipités dispersés de type  $\text{Zr}(\text{Cr},\text{Fe})_2$  (3000 ppm de Fe+Cr) alors que le ZrQN en contient moins (400 ppm de Fe+Cr).

Le maillage dépend de la taille de grain et des éléments d'impureté. Pour le titane et le zirconium, la FVM est plus faible quand la taille de grains diminue et quand le taux des impuretés augmente [PHILIPPE, 1983].

### II.1.2. Texture de laminage dans le titane et le zirconium monphasé $\alpha$

Pour les tôles de titane et de zirconium initialement recristallisées, le laminage à froid change l'orientation des cristaux vers la texture de laminage qui se caractérise par une distribution des axes  $\langle c \rangle$  autour de DN inclinée à  $\pm 30-40^\circ$  de la direction normale (DN) dans le plan de DN-DT (direction transverse) et un renforcement des normales aux plans  $\{10-10\}$  selon la direction de laminage (DL). Cette texture est schématisée sur la Fig. II.1. Pour les matériaux hexagonaux de rapport  $c/a=1.58$ , cette texture est du type  $\{2-1-14\}\langle 10-10 \rangle$ , ce qui signifie que les plans  $\{2-1-14\}$  sont parallèles au plan de laminage et les directions  $\langle 10-10 \rangle$  sont parallèles à DL. Dans la FDO, cette texture correspond à un pic large centré à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30-40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  avec une grande dispersion des orientations.

La texture de titane après un taux de laminage à froid de plus de 50% est déjà caractérisée par la composante dominante  $\{2-1-14\}\langle 10-10 \rangle / \{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  qui se renforce quand le taux de laminage augmente.

Dans le cas du zirconium, le laminage donne une texture assez similaire à celle du titane avec toutefois les axes  $\langle c \rangle$  qui sont moins inclinés que dans le titane. La texture de déformation est dominée par la composante  $\{2-1-15\}\langle 10-10 \rangle$ , soit  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  en angles d'Euler.

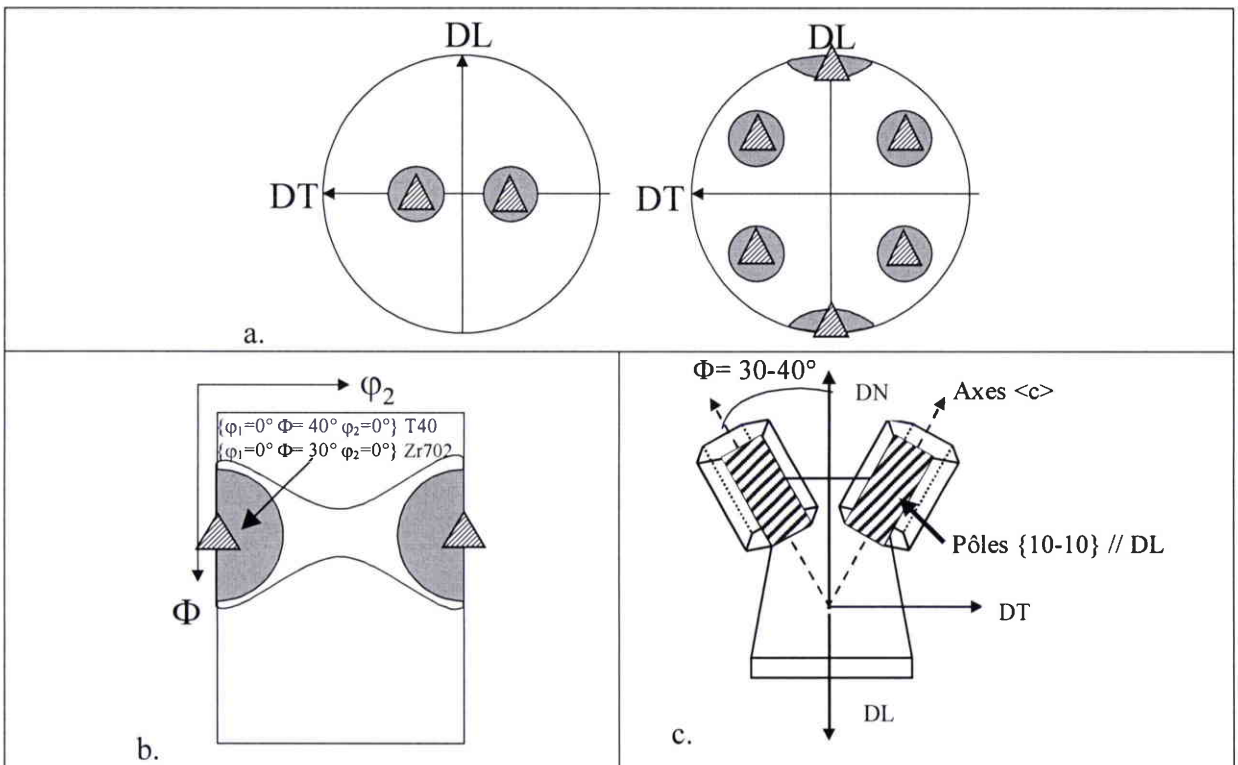


Fig. II.1. Texture de laminage du titane  $\alpha$  et du zirconium  $\alpha$ , schématisée dans (a) les FdP  $\{0002\}$  et  $\{10-10\}$ , (b) Section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO (c) Représentation schématique de l'orientation des grains dans le repère échantillon.

### II.1.3. Microstructures déformées

Les microstructures déformées sont souvent hétérogènes avec des sous-structures se formant dans certains grains initiaux tandis que d'autres se déforment moins. L'une des caractéristiques importantes pour la recristallisation est l'énergie stockée locale. La plupart des études reportées dans la littérature concernent les matériaux cubiques. Très peu de données sont disponibles pour les matériaux hexagonaux.

#### II.1.3.1. Sous-structures de déformation

La forme des grains suit le changement de forme de l'échantillon imposé par le laminage, ce qui résulte en un allongement de grain dans la direction de laminage, un amincissement dans la direction normale et pratiquement pas de déformation dans la direction transverse. Pour favoriser cette déformation globale, il se crée des macles et des défauts cristallins (surtout les dislocations), et l'interaction entre ces éléments forment des sous-structures de déformation.

La Fig. II.2 montre les sous-structures de déformation observées dans le nickel pur [HUGHES et HANSEN, 1997]. Le nickel est CFC mais il présente une caractéristique commune avec le titane et le zirconium : les trois matériaux sont des métaux avec une énergie de faute d'empilement élevée (Ni:  $128 \text{ mJm}^{-2}$ , Zr:  $240 \text{ mJm}^{-2}$  et Ti:  $\sim 300 \text{ mJm}^{-2}$  [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996] [PARTRIDGE, 1967]). La conséquence directe de cette énergie de faute d'empilement élevée est que les dislocations ne se dissocient pas ou très peu. Il leur est donc plus facile de glisser et de monter (à chaud) pour former des parois de sous-structures.

Dans le nickel faiblement déformé, des bandes parallèles bien définies ont été observées à l'intérieur des grains et la désorientation entre ces bandes augmente quand le taux de déformation augmente. Ces bandes sont appelées des *blocs de cellules* (*Cell Blocks*) (Fig.II.2.a). Quand le taux de laminage augmente, ces blocs de cellules deviennent *lamellaires*. Ils sont séparés par des *murs denses de dislocations* (*Dense Dislocation Walls, DDW*). La désorientation entre les blocs de cellules est plus importante que celle entre les *cellules de dislocations* qui constituent un bloc de cellules. Les cellules de dislocations sont limitées par des *parois de dislocations*. DRIVER [1995] a réalisé une étude bibliographique qui montre que des bandes de cisaillement locales, appelées des *microbandes de cisaillement*, favorisent la transformation de la microstructure de blocs en structure lamellaire. Les microbandes exercent des cisaillements répétés qui alignent progressivement les blocs de cellules à la direction d'allongement.

A faible taux de déformation, il peut aussi se former des *macles* dans du titane pur et du zirconium pur. Les macles se caractérisent par des lamelles en forme d'aiguille à l'intérieur des grains et ont une désorientation spécifique avec le grain matrice suivant l'origine de leur formation (en traction ou en compression, voir le Tableau II.2 pour les matériaux HC). Les joints de macles sont un obstacle pour le mouvement des dislocations. Au cours de la déformation, les domaines maclés formés en début de déformation perdent leur désorientation spécifique en raison de l'accumulation croissante de dislocations.

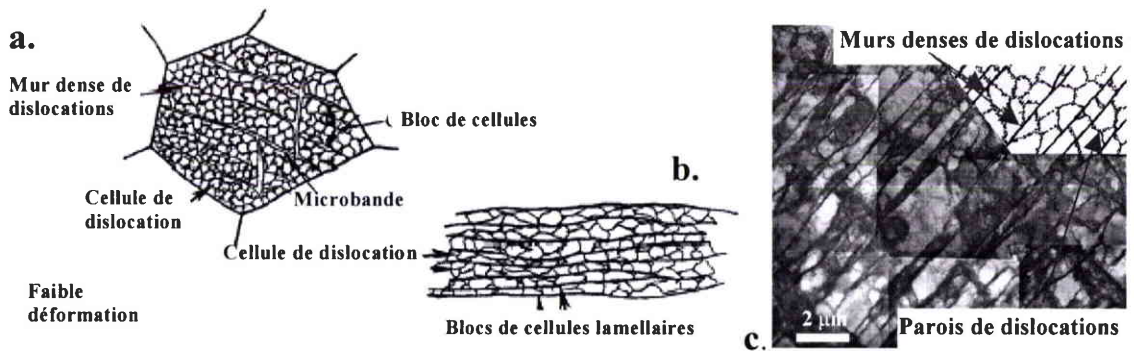


Fig. II.2.(a) Division d'un grain en petits volumes après une déformation modérée. (b). Après une déformation plus importante, les blocs de cellules se divisent encore en petits blocs de cellules lamellaires. La désorientation entre ces blocs de cellules lamellaires est importante. (c) Image de MET en champ clair de la microstructure du nickel pur laminé à 20% de réduction d'épaisseur : arrangement des dislocations sous forme de cellules de dislocations allongées ou équiaxes [HUGHES et HANSEN, 1997].

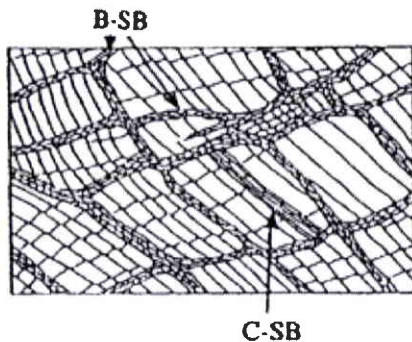


Fig. II.3. Représentation schématique des bandes de cisaillement observées dans le  $Ni_3Al$  laminé à froid. Bande de cisaillement du type laiton (*Brass type Shear Band - B-SB*), Bande de cisaillement du type cuivre (*Copper type Shear Band - C-SB*) (d'après [BALL et GOTTSTEIN, 1993])

Dans un matériau fortement laminé, il peut y avoir des bandes de cisaillement inclinées d'un angle de  $\sim 30^\circ$  avec le plan de laminage. Il y a deux types de bandes de cisaillement : bande de cisaillement de type laiton (*Brass type Shear Band - B-SB*) et bande de cisaillement de type cuivre (*Copper type Shear Band - C-SB*). Les bandes de cisaillement de type laiton se développent dans une matrice constituée par des bandes de macles comme c'est le cas dans le laiton alpha caractérisé par des petites cellules d'orientation bien dispersées et limitées par une forte désorientation [DUGGAN et al., 1978] [PAUL et al., 2002]. Les bandes de cisaillement de type cuivre sont constituées par des cellules allongées limitées par une désorientation relativement plus faible que celles de type laiton [DUCKHAM et al., 2002].

### II.1.3.2. Grains moins déformés

L'activation du glissement ou du maclage dans un matériau polycristallin dépend de l'orientation des grains. Dans certains grains, le glissement peut être difficile et le maclage impossible. Ces grains se distinguent donc du reste de la microstructure.

Dans le titane pur, il a été observé des grains qui ne maclent pas au cours du laminage. Dans la microstructure observée par microscopie optique, ces grains apparaissent sous forme de plages qui semblent moins perturbées et sont allongées suivant DL. Ces grains ont une orientation proche de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=45^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  [WAGNER et al., 2002]. La simulation du laminage du T40 par le modèle de Taylor [VAN LANDUYT et al., 1999] a montré que cette orientation est défavorable pour le maclage.

Dans l'alliage de zirconium Zr702, FRANCILLETTE et al. [2001] a déterminé l'orientation stable par simulation de l'évolution de texture en utilisant le modèle auto-cohérent visco-plastique. Les résultats expérimentaux et la simulation du laminage ont montré



que toutes les orientations avec l'axe  $\langle c \rangle$  près de DN  $\{\varphi_1 = \forall \quad \Phi = \sim 0^\circ \quad \varphi_2 = \forall\}$  sont stables. Dans d'autres travaux, FRANCILLETTE et al. [1998] ont étudié l'évolution de texture du zirconium polycristallin pendant la déformation plane en fonction de la texture initiale. L'échantillon avec une texture où la plupart des axes  $\langle c \rangle$  sont proches de DN a besoin de contrainte plus élevée pour arriver à la même déformation que d'autres échantillons de texture différente. [CHAUBET et al., 2002] ont utilisé le terme de « *grain dur* » pour ces grains qui sont moins déformés dans le zirconium et qui donnent par conséquent des pixels relativement clairs sur la cartographie EBSD en mode de contraste de bande. Ces grains moins déformés ont leur axe  $\langle c \rangle$  proche de DN  $\{\varphi_1 = \forall \quad \Phi = 0^\circ \quad \varphi_2 = \forall\}$ .

#### II.1.4. Energie Stockée

La plus grande partie du travail à fournir pour déformer plastiquement un matériau polycristallin est dissipée en chaleur au cours de la déformation. Seule une petite partie de cette énergie est stockée dans le matériau déformé sous forme de défauts cristallins (lacunes, dislocations, macles). Cette énergie stockée est extrêmement importante au regard de la recristallisation ultérieure car sa diminution en constitue la force motrice.

Après une forte déformation à froid, la force motrice de la recristallisation est estimée à 2-20 Mpa. Cette force est beaucoup plus élevée que la force motrice de la croissance de grains qui est seulement estimée à 0.6-0.01 MPa [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].

##### II.1.4.1. Détermination théorique de l'énergie stockée

Théoriquement, la valeur de l'énergie stockée peut être estimée à partir de la densité de dislocations et de l'énergie par unité de longueur de dislocation [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. La densité de dislocation ( $\rho$ ) de vecteur burgers  $b$  est définie à partir de la contrainte d'écoulement ( $\sigma$ ) par:

$$\sigma = c_1 \cdot G \cdot b \cdot \rho^{1/2} \quad (1)$$

où  $c_1$  est une constante de 0.5 et  $G$  est le module de cisaillement. L'énergie par unité de longueur de ligne de dislocation,  $E_{dis}$ ; s'exprime

$$E_{dis} = \frac{G \cdot b^2 \cdot F(\nu)}{4\pi} \cdot \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) \quad (2)$$

où  $R$  est la distance entre les dislocations,  $R_0$  une valeur entre  $b$  et  $5b$ ,  $f(\nu)$  une fonction du coefficient de Poisson,  $\nu$ . L'énergie stockée peut être définie par :

$$E_D = \rho \cdot E_{dis} \quad (3)$$

Dans la pratique, les dislocations s'arrangent de façon assez complexe ce qui rend très approximative l'estimation de valeur de l'énergie stockée par cette méthode. Si la microstructure de déformation contient des cellules de dislocations, alors une autre méthode d'estimation peut être utilisée en se basant sur la taille de cellule ( $D$ ) et la désorientation entre les cellules ( $\theta$ ) qui est définie par [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]:

$$E_D \approx \frac{K\theta}{D} \quad K \text{ est une constante} \quad (4)$$

##### II.1.4.2. Mesure de l'énergie stockée par MET

L'énergie stockée peut être déterminée à partir de la taille des cellules constituant l'état déformé et de la désorientation entre ces cellules [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. L'analyse de la microstructure à cette échelle nécessite la mise en œuvre de la microscopie électronique en transmission. Ceci pose le problème de la représentativité

statistique des mesures, surtout dans le cas d'une microstructure hétérogène. Cette méthode a cependant été appliquée dans le cas du fer pur [DILLAMORE et al., 1972] et de l'acier IF [WILLIS et HATHERLY, 1978].

#### **II.1.4.3. Mesure de l'énergie stockée par EBSD**

L'EBSD permet d'évaluer, non pas quantitativement, mais au moins de manière qualitative et relative, la quantité d'énergie stockée dans les différentes parties de la microstructure. La qualité des clichés de Kikuchi dépend fortement de la quantité de défauts présents dans le cristal sondé. Différents indices de qualité de clichés sont proposés dans les logiciels commerciaux. Dans le cas du logiciel HKL utilisé ici, deux indices sont disponibles, l'un lié au contraste du cliché (« *Band contrast* ») l'autre à la finesse des lignes délimitant les bandes de Kikuchi (« *Band slope* »). Ces indices prennent une valeur plus élevée si le cristal contient moins de défauts (surtout les dislocations) et/ou moins de contraintes internes. Il est important de soigner la surface de l'échantillon à mesurer par FEGSEM-EBSD si on veut estimer l'énergie stockée par cette méthode car la contamination de surface peut produire les mêmes effets que ceux de la déformation [WILKINSON et DINGLEY, 1991].

#### **II.1.4.4. Mesure de l'énergie stockée par calorimétrie**

La mesure de l'énergie stockée par calorimétrie se fait par une comparaison de chaleur dégagée pendant la montée en température d'un échantillon déformé et d'un échantillon standard (initialement recristallisé). La chaleur dégagée pendant la montée en température correspond à la diminution de la densité de défauts dans le matériau [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. SCHOLZ et al. [1999] ont mesuré par calorimétrie l'énergie stockée dans le fer de haute pureté laminé à froid. Pour ce matériau, deux pics de dégagement de chaleur ont été observés, le premier correspondant à la restauration et le second à la recristallisation. L'aire totale sous les deux pics donne l'énergie totale dégagée par ces deux phénomènes, elle est égale à l'énergie stockée au cours de la déformation (19 J/mol pour le fer pur).

#### **II.1.4.5. Mesure de l'énergie stockée par DRX**

La mesure de l'énergie stockée par la méthode d'élargissement des raies (*X-Ray Profile Analysis - XPA*) est basée sur la déformation élastique provoquée par la présence de dislocation dans le cristal. Cette déformation élastique perturbe la structure cristalline modifiant la distance inter-réticulaire d'une famille de plan ce qui par conséquent élargit le raie de diffraction. Cette méthode n'est pas très adaptée dans le cas où les dislocations formeraient des structures de dislocations à basse énergie, par exemple les cellules de dislocations car elle mesure seulement l'énergie de déformation du réseau cristallin.

Pour la mesure d'énergie stockée relative correspondant à quelques composantes d'une texture de déformation, on utilise un goniomètre de texture qui donne le profil des raies de diffraction pour une famille de plan de chaque composante. L'énergie stockée peut alors être évaluée pour ces différentes composantes [BORBELY et al., 2000]

## II.2. Résultats

### II.2.1. Evolution du Zr702 au cours du laminage

#### II.2.1.1. Evolution de texture au cours du laminage

Le Zr702 initial présente une texture avec une concentration des axes  $\langle c \rangle$  à  $35^\circ$  de DN dans le plan DN-DT et une concentration des pôles  $\{1-210\}$  au voisinage de DL (Fig. II.4). L'indice de texture est de 5.5. Dans la FDO, la texture du Zr702 initial se traduit par un très large pic dont le maximum se situe à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=35^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

Le laminage du Zr702 entraîne une dispersion des axes  $\langle c \rangle$  dans le plan DN-DT et une réorientation de pôles  $\{10-10\}$  vers DL. Dans la section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO, ce changement de texture se traduit par un étalement des orientations le long de  $\Phi$  pour  $\varphi_2=0^\circ$  et un renforcement des orientations au voisinage de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  (Fig. II.4). Sur la coupe à  $\varphi_1=0^\circ$ , le maximum de la FDO se déplace de sa position initiale  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=35^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ , vers la composante majoritaire de la texture de laminage  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

Après 80% de laminage, la texture est caractérisée par une forte densité de pôles  $\{10-10\}$  parallèles à DL et une concentration d'axes  $\langle c \rangle$  à  $30^\circ$  de DN dans le plan DN-DT avec une certaine dispersion le long du plan DN-DT. Cette texture présente un maximum à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  avec une forte dispersion en particulier vers  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  (Fig. II.4).

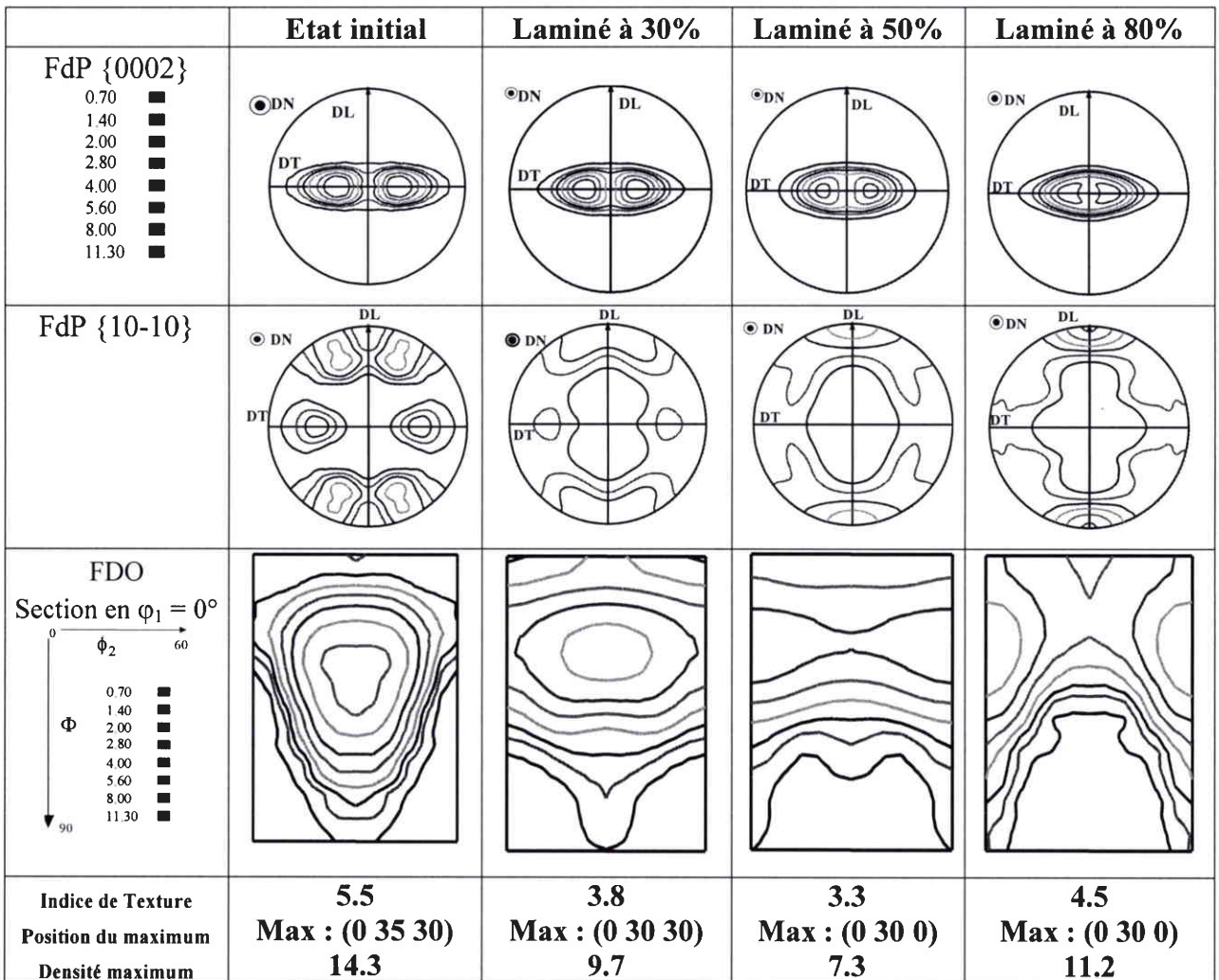


Fig. II.4. Textures mesurées du Zr702 par DRX depuis l'état initial jusqu'à 80% de laminage pour le Zr702

## **II.2.1.2. Evolution de microstructure au cours du laminage**

### **a) Microstructure du Zr702 à l'état initial**

La microstructure du Zr702 initial est caractérisée par des grains équiaxes bien recristallisés. La TGM est de 7  $\mu\text{m}$ .

Sur la coupe longitudinale (DN-DL), des paquets de gros grains allongés suivant DL ont été observés (Fig. II.5.a). Ces gros grains possèdent leurs axes  $\langle c \rangle$  proches de DN et leurs pôles  $\{10-10\}$  sont proches de DL (Fig. II.5.b). Il y a relativement moins de joints de grains à angle de désorientation supérieure à  $30^\circ$  entre ces gros grains qu'entre les autres grains de la cartographie. Les axes de désorientation à l'intérieur de ce paquet de gros grains ne correspondent pas à une direction cristallographique particulière (Fig. II.5.c).

Fig. II.5.d montre la distribution des désorientations entre les pixels voisins et celle des désorientations pour 10000 couples de pixels tirés au sort dans la cartographie EBSD. La fraction des désorientations inférieures à  $30^\circ$  est de 36.7% et pour les désorientations supérieures à  $30^\circ$  est de 63.3%.

Pour les cartographies EBSD, le taux d'indexation brut (avant le post-traitement des données) est indiqué sur la figure. Pour l'analyse de la distribution géographique des désorientations, les cartographies EBSD qui sont présentées dans les figures ont été filtrées. Ce filtrage consiste à affecter aux pixels non-indexés l'orientation des pixels voisins. Il est nécessaire pour obtenir des données d'orientation continues et pour pouvoir tracer les désorientations.

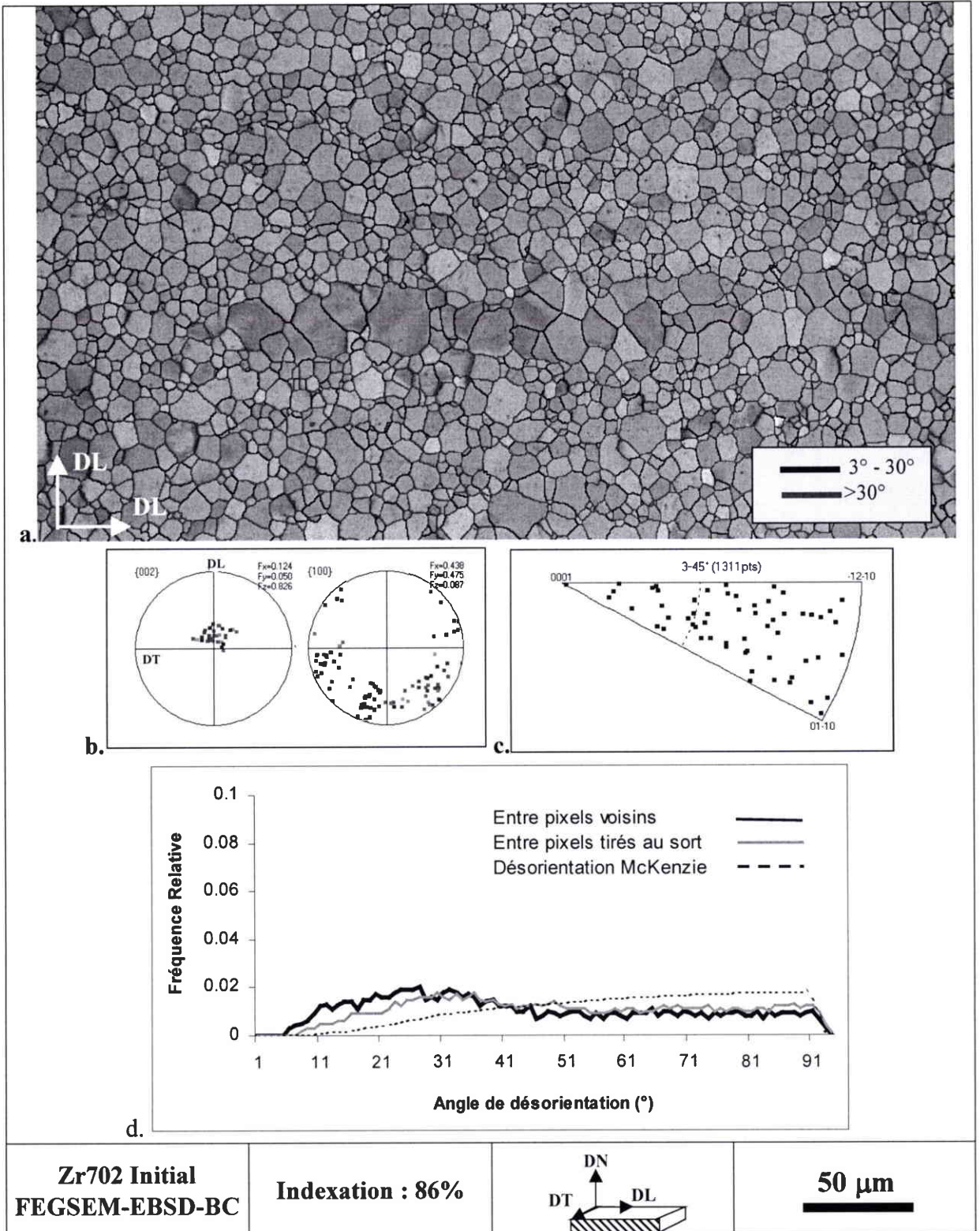


Fig. II.5.(a) Microstructure observée par EBSD sur la section longitudinale (DN-DL) de la tôle initiale de Zr702. Les joints de grains en rouge correspondent à une désorientation supérieure à 30° (b) FdP des gros grains suivant DL (c) FdP inverse des axes de désorientation entre les gros grains alignés suivant DL (d) distribution des orientations entre pixels voisins (en noir) ou entre pixels tirés au sort dans la cartographie (en gris)

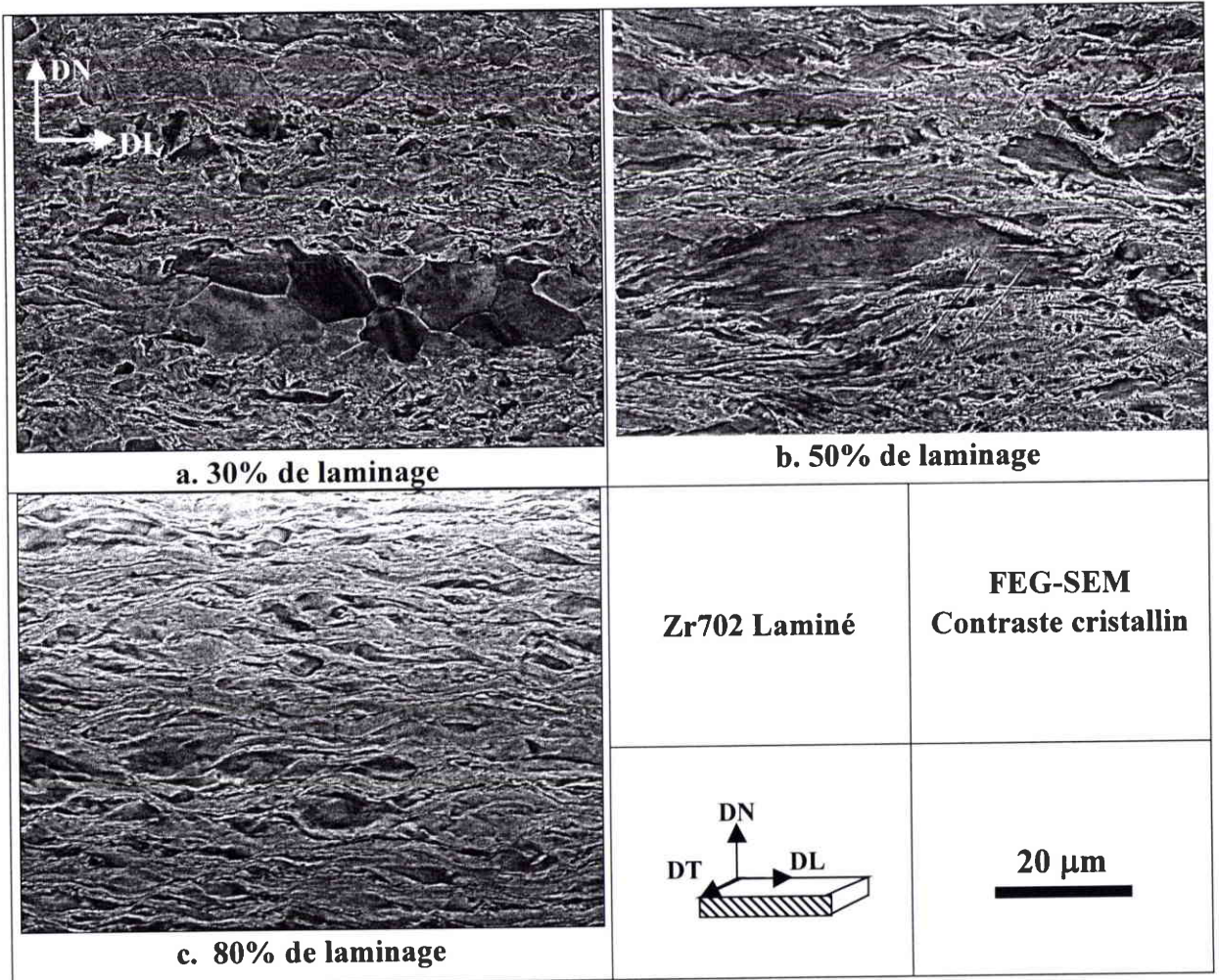


Fig. II.6. Evolution de microstructure du Zr702 au cours du laminage à froid. Au début du laminage, certains grains se déforment moins et restent presque équiaxes. Ensuite ces grains deviennent de plus en plus lenticulaires tandis que le reste du matériau se déforme beaucoup plus sévèrement.

Pour le Zr702, la microstructure évolue de façon hétérogène au cours du laminage. La Fig. II.6 montre une vue d'ensemble de l'évolution de la microstructure du Zr702 telle qu'elle peut être observée par MEB (contraste d'électron rétrodiffusés). Elle est marquée par une forte hétérogénéité à chaque stade de déformation. La plupart des grains se déforment et sont subdivisés au cours du laminage à part aux endroits où des paquets de quelques grains voisins se comportent différemment. Ils restent presque équiaxes dans le paquet après 30% de laminage et s'allongent au fur et à mesure du laminage. A 80% de taux de laminage ces grains ou ces paquets de grains moins déformés deviennent lenticulaires. Ces grains sont relativement gros ( $\sim 20 \mu\text{m}$ ) par rapport à la TGM qui n'est que de  $7 \mu\text{m}$ .

### **b) Microstructure et microtexture du Zr702 laminé à 30%**

Pour mieux appréhender l'état microstructural des alliages déformés, nous avons réalisé différentes cartographies d'orientation aux différents stades de laminage. Pour simplifier la description de nos résultats sur l'état déformé, nous allons utiliser le terme "grain" pour une partie d'un grain initial qui se reconnaît par des orientations proches dans la cartographie EBSD. Les zones proches d'anciens joints de grains sont fortement perturbées en raison de l'interaction avec les grains initiaux adjacents et ne sont souvent plus discernables sur les cartographies.

La microstructure du Zr702 à 30% de réduction d'épaisseur Fig. II.7.a est caractérisée par des grains subdivisés (zone A), des paquets de grains moins déformés qui sont un peu allongés vers DL (Fig. II.8) et de rares macles (zone B de la Fig. II.7.a).

Le Zr702 macle en effet très peu pendant la déformation. Nous avons observé seulement quelques macles qui sont surtout des macles en tension  $\{10-12\}\langle -1011 \rangle$ , caractérisées par une désorientation avec le grain de matrice de  $85^\circ$  autour de  $\langle 2-1-10 \rangle$ .

Dans la fenêtre en haut à gauche, une rotation cristallographique progressive à l'intérieur d'un grain est mise en évidence par la mesure de la désorientation au long de la ligne en pointillés noirs. Dans ce grain, la désorientation entre 2 pixels voisins, distants de 250 nm, est moins de  $1^\circ$ . La désorientation à travers le grain par rapport au point "D" atteint  $30^\circ$  sur une distance de  $17 \mu\text{m}$  (Fig. II.7.b) ce qui fait une désorientation moyenne de  $1.7^\circ/\mu\text{m}$ .

La Fig. II.7.c montre la distribution des désorientations entre pixels voisins et des désorientations pour 10000 couples de pixels tirés au sort dans la cartographie EBSD. A 30% de laminage, il y a une forte augmentation de petite désorientation (inférieures à  $30^\circ$ ) par rapport à l'état initial. La fraction des petites désorientations (inférieures à  $30^\circ$ ) est de 86.7% et de 13.3% pour les désorientations supérieures à  $30^\circ$ .

Pour le Zr702 laminé à 30%, il existe des paquets de grains moins déformés. Nous avons fait une mesure d'EBSD sur un de ces paquets et la texture locale de la zone dans la Fig. II.a est présentée dans la Fig.II.8.b. L'orientation des grains est caractérisée par les axes  $\langle c \rangle$  qui sont proche de DN. Leur taille ( $\sim 20 \mu\text{m}$ ) est assez grande par rapport à la TGM de l'état initial ( $\sim 7 \mu\text{m}$ ).

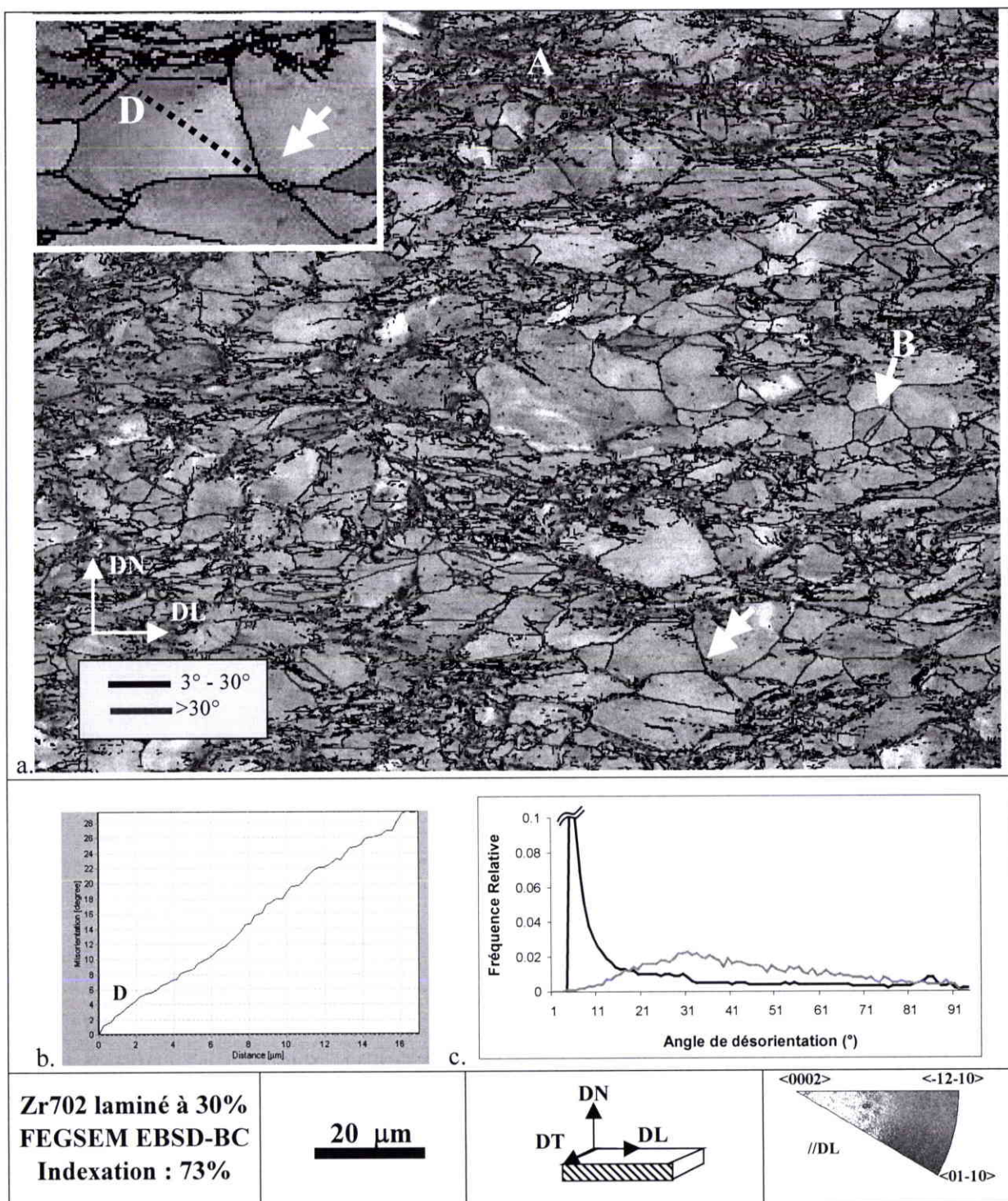


Fig. II.7. (a) Microstructure du Zr702 laminé à 30% (code de couleur du triangle standard suivant DL). (b) Désorientation par rapport au point D de chaque point le long de la ligne pointillée dans la fenêtre d'agrandissement en haut à gauche (c) distribution des orientations entre pixels voisins (en noir) ou entre pixels tirés au sort dans la cartographie (en gris)



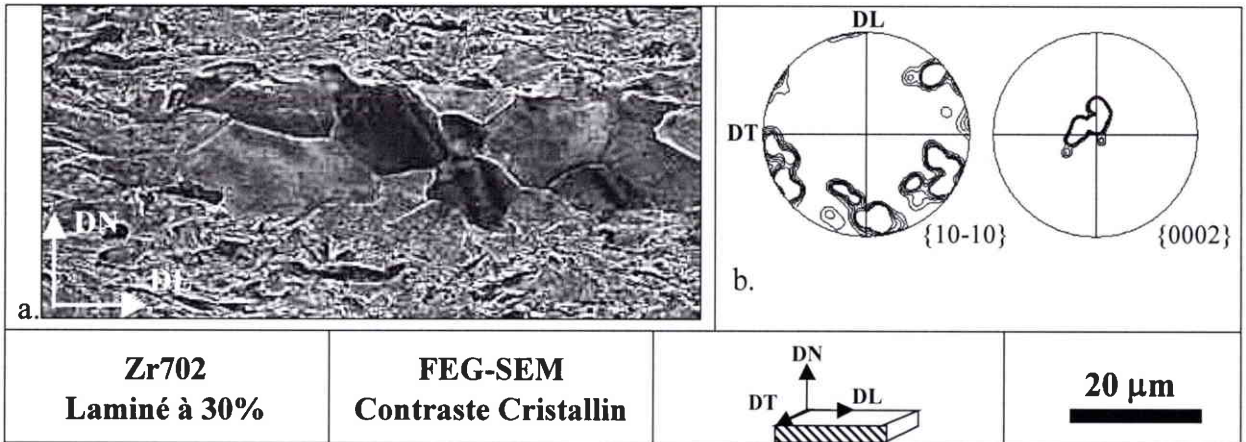


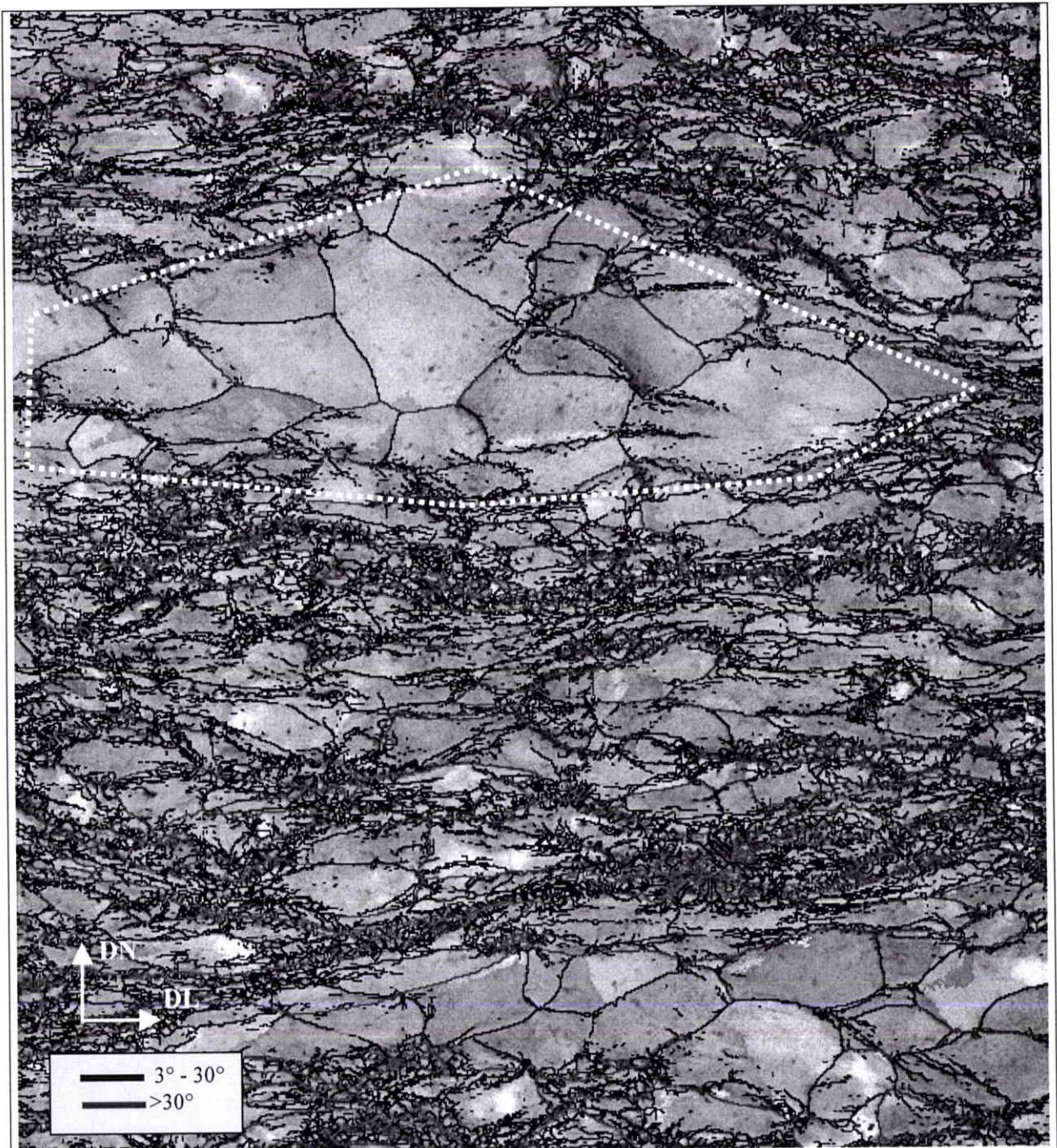
Fig. II.8. a. Paquet de grains moins déformés dans la microstructure du Zr702 laminé à 30%  
 b. FdP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  montrant l'orientation de ces grains

### c) Microstructure et microtexture du Zr702 laminé à 50%

La Fig. II.9.a montre la microstructure très hétérogène du Zr702 laminé à 50% avec des paquets de grains moins déformés et des zones qui subissent une déformation plus intense.

Les désorientations supérieures à  $30^\circ$  entre pixels voisins sont tracées en rouge et celle comprises entre  $3^\circ$ - $30^\circ$  en noir. Les joints de grains dans les paquets de grains moins déformés sont majoritairement de faible désorientation. De plus, à l'intérieur de ces grains, il y a très peu de désorientations entre  $3^\circ$ - $30^\circ$ , ce qui est tout à fait cohérent avec leur faible déformation. Ces grains sont du même type que ceux observés après le laminage à 30% c'est à dire que leurs orientations sont caractérisées par leur axe  $\langle c \rangle$  proche de DN et leur taille est assez importante ( $\sim 20 \mu\text{m}$ ).

La plupart des désorientations supérieures à  $30^\circ$  (en rouge) créent des lignes sinueuses dans la direction de laminage. Nous n'avons pas observé plus de macles dans l'échantillon laminé à 50% que dans celui laminé à 30%. On observe une accumulation de faibles désorientations aux abords des frontières à forte désorientation.



a.

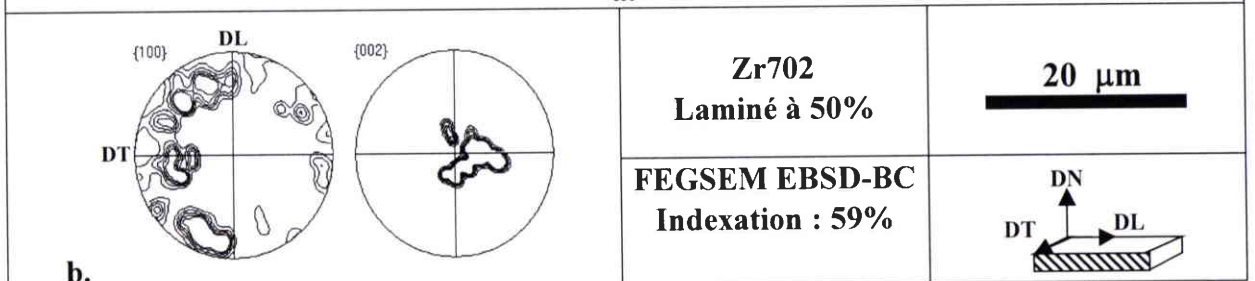


Fig. II.9.a. Microstructure et distribution des joints de forte (supérieures à  $30^\circ$ ) et de faible désorientation (inférieures à  $30^\circ$ ) du Zr702 laminé à 50%. (c) FdP des grains du paquet de grains moins déformé indiqués par les pointillés blancs (Niveau des lignes : 1, 2, 4, 8, 16, 30).

#### d) Microstructure et microtexture du Zr702 laminé à 80%

La Fig. II.10 montre la cartographie de contraste de bandes de Kikuchi pour le Zr702 laminé à 80%. Cette cartographie montre que la microstructure contient 3 types de sous-structures :

- Quelques grains moins déformés constitués des pixels plus clairs (Zone de type A)
- Des «plages» fortement déformées formant une structure lamellaire (Zone de type B).
- La zone C constituée de pixels sombres et ne contient que très peu de pixels indexés. Ces bandes fortement déformées forment un angle de  $25^\circ$  par rapport au plan de laminage

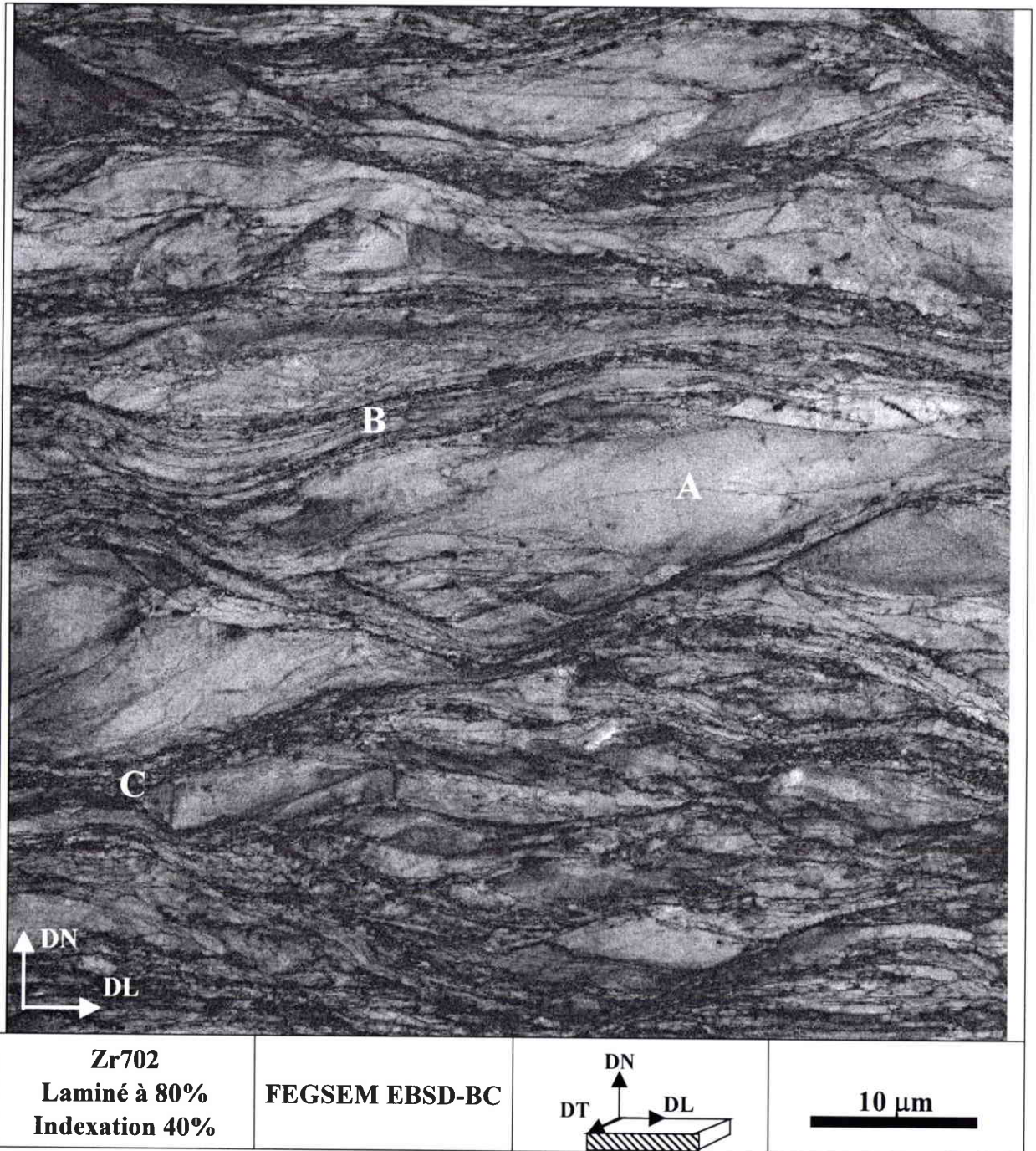


Fig. II.10. Microstructure hétérogène du Zr702 laminé à 80% constitué par des grains moins déformés (de type A), des zones de structure lamellaire (de type B) et des zones fortement déformées (de type C)

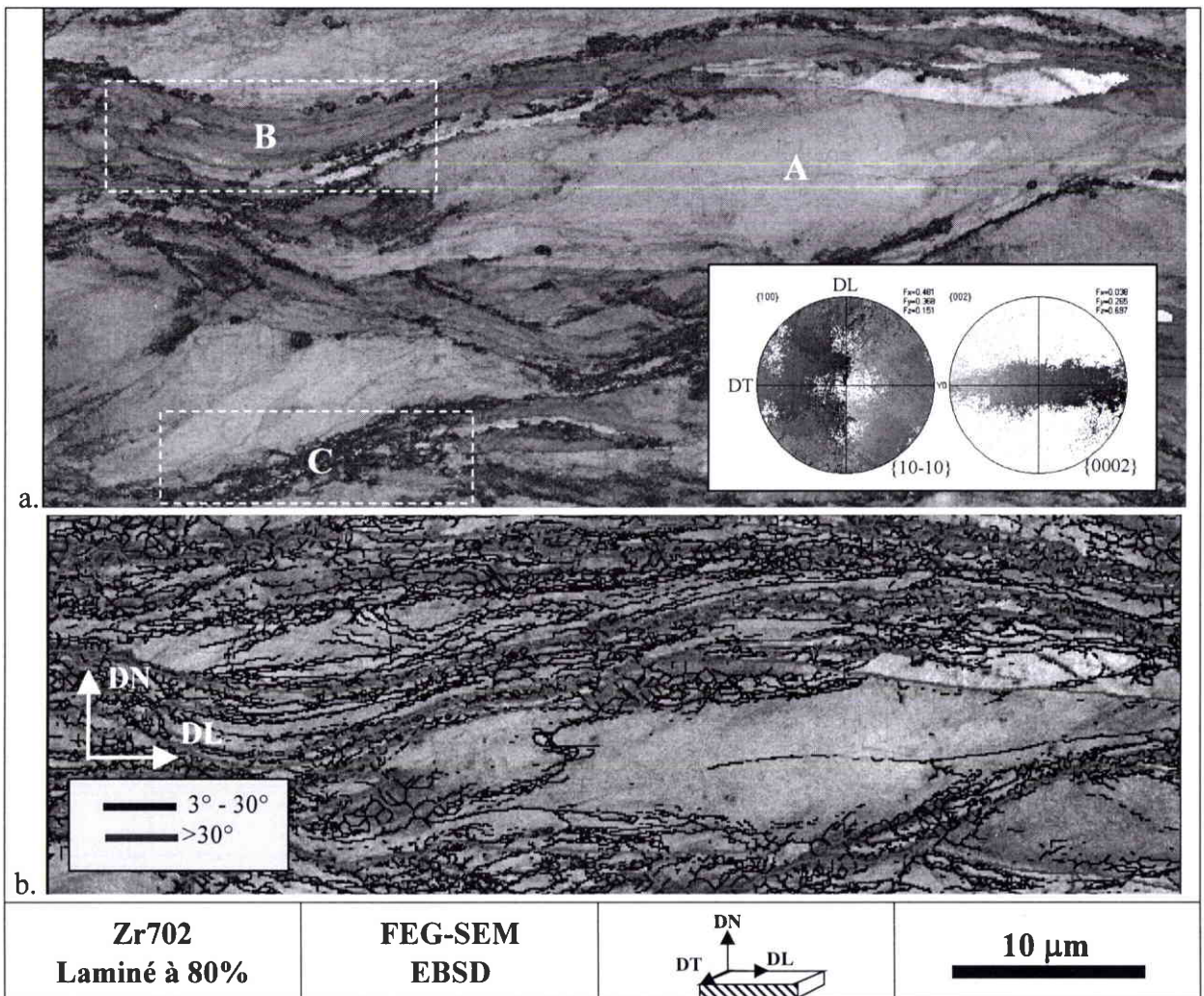


Fig. II.11. (a) Différentes sous-structures du Zr702 laminé à 80%. Certains grains sont plus aplatis que les autres. Les FdP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  sont données pour visualiser le code de couleur. (b) Distribution des petites (inférieures à  $30^\circ$ ) et des fortes désorientations (supérieures à  $30^\circ$ ). Les fortes désorientations forment des lignes sinueuses dans la direction de laminage.

La Fig. II.11 permet de mieux visualiser l'hétérogénéité de la microstructure du Zr702 laminé à 80%. La déformation est très variable d'un grain initial à l'autre. De façon purement théorique, un grain qui serait initialement cubique, d'arête égale à la TGM,  $7\ \mu\text{m}$ , et que l'on laminerait à 80% prendrait les dimensions suivantes :  $35\ \mu\text{m}$  suivant DL,  $1.4\ \mu\text{m}$  suivant DN et  $7\ \mu\text{m}$  conservés suivant DT. La réalité est bien loin de cette vision simpliste. Certains grains sont tellement aplatis et subdivisés qu'ils ne sont plus distinguables en tant que tel après 80% de laminage. A l'opposé, les grains les moins déformés ont un rapport longueur/épaisseur d'environ 4, ce qui signifie que leur épaisseur n'a été réduite que de 50%.

Il est à noter que les paquets de grains moins déformés observés après 30% et 50% de laminage n'existent plus à 80%. La déformation s'est donc propagée à l'intérieur de ces paquets entre 50% et 80% .

La cartographie d'EBSD de la Fig. II.11.a a été filtrée pour visualiser les désorientations entre les pixels initialement indexés (l'orientation des pixels voisins a été affectée aux pixels non-indexés). Malgré ce filtrage, on reconnaît des tendances intéressantes concernant la distribution spatiale des désorientations. La Fig. II.11.b montre la distribution des désorientations qui sont tracées en noirs pour les désorientations de 3°-30° et tracées en rouge pour les désorientations supérieures à 30°. Nous pouvons voir que les désorientations supérieures à 30° constituent des lignes sinueuses suivant DL. Les désorientations entre 3° et 30° sont bien distribuées dans la microstructure à part dans la partie centrale des grains moins déformés. Dans ces grains moins déformés, les désorientations 3°-30° apparaissent seulement sur la périphérie, près des anciens joints de grains.

### II.2.1.3. Caractérisation fine des différentes sous-structures observées du Zr702 laminé à 80%

#### a) Caractéristiques des grains moins déformés (Zone de type A sur la Fig. II.10)

La Fig.II.12.a montre un grain moins déformé dans la microstructure du Zr702 laminé à 80%. Les faibles désorientations (tracées en noirs) apparaissent surtout à la périphérie du grain. Les fortes désorientations (supérieures à 30°) se trouvent simplement à l'extrémité, proche de l'interface avec des grains voisins (tracées en rouge).

La Fig. II.12.b présente la dispersion des orientations à l'intérieur du grain moins déformé. Ce grain est orienté au voisinage de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  mais avec une dispersion assez large, bien que l'orientation des pixels voisins, distants de 100 nm, soit la plupart du temps inférieure à 3° (peu de lignes noires à l'intérieur du grain). La distribution des orientations dans le grain peut être décrite plus précisément comme suit. Des lignes ont été sélectionnées, parallèle à DN (en rose) ou à DL (en vert). Les Fig. II.12.d et f montrent les profils de désorientation le long de ces lignes (par rapport au premier point).

La Fig. II.12.c montre l'orientation des pixels le long de la ligne rose (parallèle à DN) et elles sont assez stables, sans beaucoup de rotation. L'allure de la désorientation le long de la ligne rose parallèle à DN est caractérisée par un plateau au milieu du grain (variation de moins de 5°) et des désorientations plus fortes aux extrémités du grain (variation jusqu'à 25° à 2 µm du joint de grains) (Fig. II.12.d). Les axes de rotation sont quelconques et sont dispersés dans le repère échantillon.

La Fig. II.12.e montre l'orientation des pixels le long de la ligne verte (parallèle à DL) dans le grain peu déformé. Ces pixels présentent l'axe  $\langle c \rangle$  proche de DN et une forte dispersion des pôles  $\langle 10-10 \rangle$  autour de l'axe  $\langle c \rangle$  (Fig. II.14.e). Le profil de désorientation le long de la ligne verte parallèle à DL, se distingue par deux segments AB et BC de caractéristiques différentes. Le segment AB, situé au milieu du grain, présente une désorientation progressive (environ 1°/µm), autour d'axes voisins de la direction cristallographique [0002] (Fig. II.12.h) et proches de DN. Le segment BC qui tangente le bord du grain, correspond à un plateau dans le profil de désorientation. Les axes de rotation sont proches de  $[-12-10]$  et fortement basculés par rapport à DN.

Cette analyse d'un grain peu déformé montre un degré de complexité supplémentaire dans l'hétérogénéité de la microstructure. En effet, les désorientations peuvent être de nature assez différente, ce qui laisse supposer des mécanismes de déformation différents au sein d'un même grain. De plus, les fortes désorientations observées en périphérie du grain montrent que l'interaction avec la matrice environnante joue un rôle important.

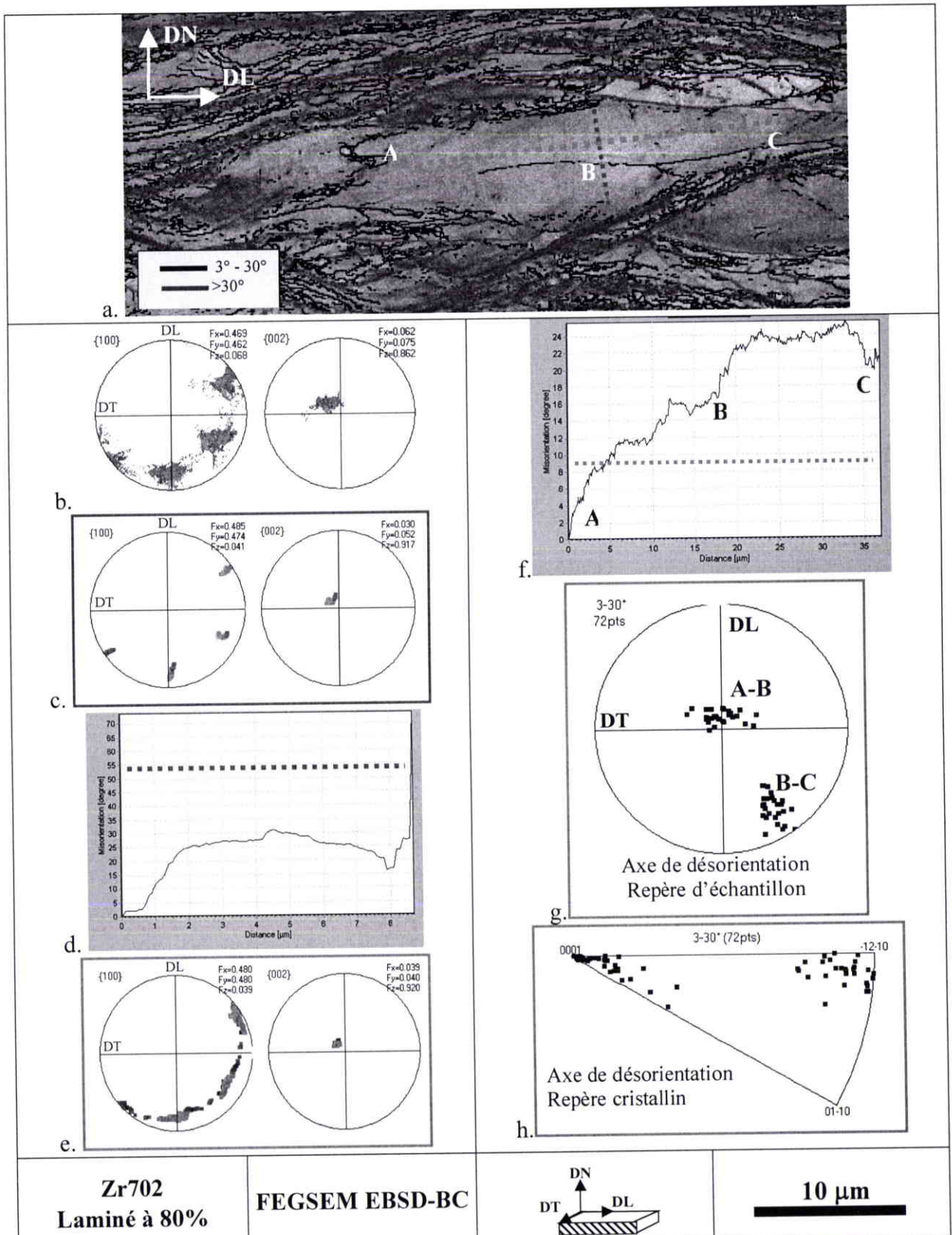


Fig. II.12.(a) Un grain moins déformé dans le Zr702 laminé à 80% (Zone A de la Fig. II.10). (b) FdP  $\{10-10\}\{0002\}$  de tous les points indexés dans de grain moins déformé. (c) Orientations de pixels le long de la ligne rose (suivant DN). (d) Désorientation des pixels de la ligne rose (suivant DN) par rapport au premier point de la ligne. (e) Orientation des pixels de la ligne verte (DL) (f) Désorientation des pixels voisins suivant DL par rapport au premier point de la ligne (ligne verte) et (g) leur axe de désorientation dans le repère échantillon et (h) dans le repère cristallin.

### b) Caractéristiques des structures lamellaires (Zone de type B)

La Fig. II.13.a concerne une zone lamellaire de la microstructure du Zr702 laminé à 80% (zones de type B dans la cartographie de la Fig. II.10). Les Fig. II.13.b et c montrent les profils de désorientation le long d'une lamelle et perpendiculairement aux lamelles. Le long des lamelles, la désorientation est faible entre chaque point mesuré : maximum de 2° pour un pas de 100 nm (Fig. II.13.b). La désorientation entre les lamelles est beaucoup plus importante, elle peut atteindre 30° (Fig. II.13.c). La largeur des lamelles est nettement inférieure à 1 µm.

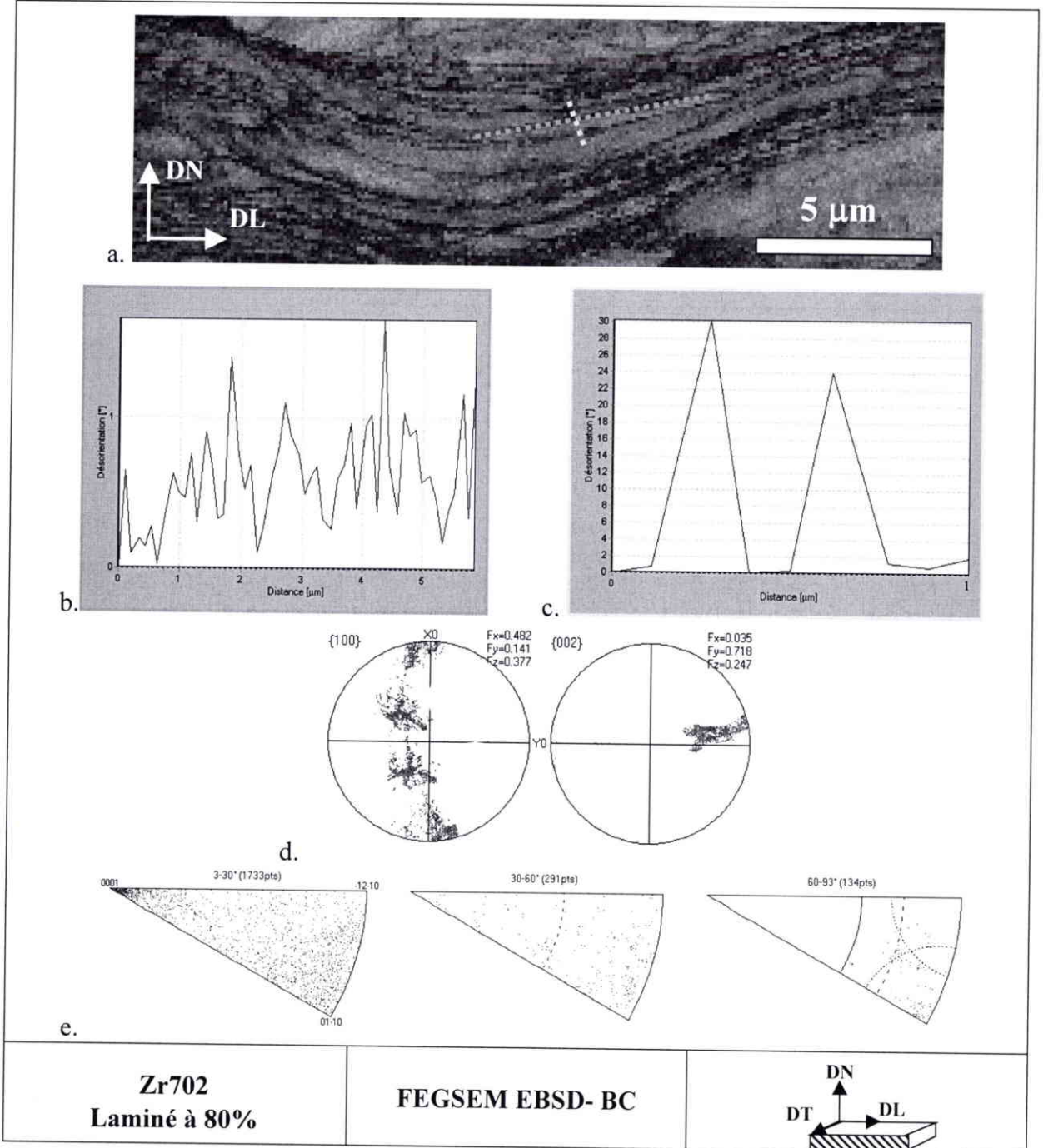


Fig. II.13.a Microstructure des bandes lamellaires (Zone de type B dans la Fig. II.10) du Zr702 laminé à 80%. (b) Désorientations le long d'une lamelle (en bleu) et (c) Désorientations entre les lamelles (en jaune). (d) FdP d'une zone de 5x15 µm² constituée de lamelles (e) FdP inverse des axes de désorientation dans la zone de 5x15 µm².

Les FdP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  montrent l'orientation des pixels indexés dans cette zone lamellaire de  $5 \times 15 \mu\text{m}^2$  de la Fig. II.13.a. La plupart des domaines dans ces lamelles ont leur axe  $\langle c \rangle$  basculé du même côté ce qui pourrait signifier qu'elles proviennent d'un même ancien grain (Fig. II.13.d).

La cartographie de la Fig. II.13.a a été filtrée pour calculer la désorientation entre les pixels initialement indexés. Les FdP inverses des axes de désorientation montrent qu'ils sont très dispersés avec cependant une concentration d'axes de désorientation proches de l'axe  $\langle c \rangle$  pour les petites angles ( $3^\circ$ - $30^\circ$ ) (Fig. II.13.e).

**c) Caractéristiques des bandes fortement déformées (Zone de type C)**

Dans la microstructure du Zr702 laminé à 80%, il y a des bandes fortement déformées qui sont souvent inclinées par rapport au plan de laminage (Fig. II.14.a). Dans la fenêtre en haut à gauche de la Fig. II.14.a, la zone d'une bande inclinée de  $25^\circ$  par rapport au plan de laminage est agrandie pour la visualiser plus en détail. La bande est constituée de cellules de taille inférieure à 500 nm. Le taux d'indexation dans ces bandes est très faible en raison de fortes perturbations du réseau cristallin. L'orientation des pixels indexés dans une petite zone de  $2 \times 10 \mu\text{m}^2$  présente une très grande dispersion (Fig. II.14.b), beaucoup plus importante que celles observées dans les zones lamellaires telles que celles de la Fig. II.13.

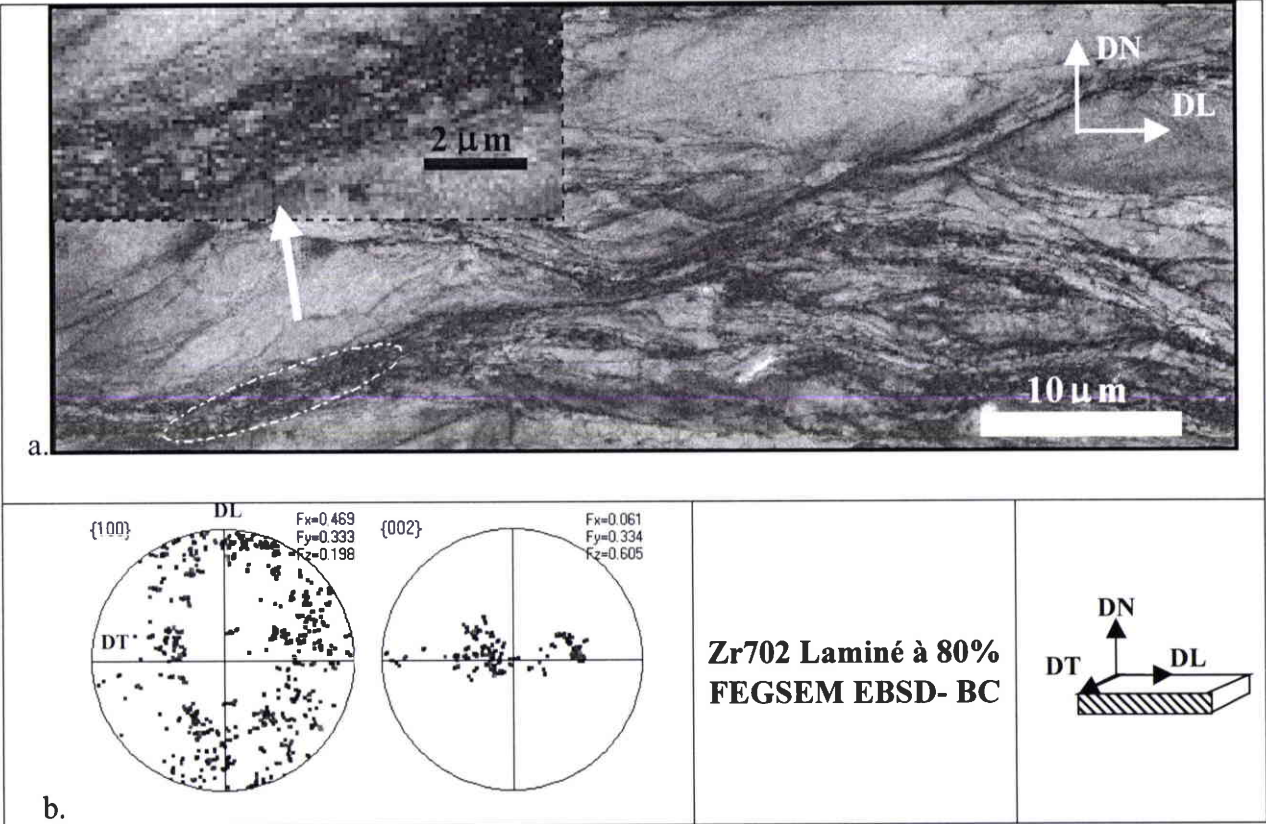


Fig. II.14.(a) Zone fortement déformée (type C sur la Fig. II.10) (b) FdP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  de la zone marquée en pointillés blancs sur une cartographie non-filtrée de surface  $2 \times 10 \mu\text{m}^2$ .



## II.2.2. Evolution du T40 au cours du laminage

### II.2.2.1. Evolution de texture depuis l'état initial jusqu'à 80% de réduction

Dans le cas du T40, la texture de l'état initial est assez similaire à celle du Zr702 initial: les axes  $\langle c \rangle$  sont inclinés à  $30^\circ$  de DN dans le plan DN-DT et les pôles  $\{10-10\}$  sont à  $10^\circ-15^\circ$  de DL (Fig. II.15.a). L'indice de texture est de 6.5. Sur la coupe à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO, la texture du T40 initial se traduit par deux pics à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=15^\circ \text{ et } 45^\circ\}$  avec une grande dispersion de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

Au cours du laminage, les axes  $\langle c \rangle$  se dispersent dans le plan DN-DT et les pôles  $\{10-10\}$  tendent à se rapprocher de DL (Fig. II.15.b-d). Sur la coupe à  $\varphi_1=0^\circ$ , le maximum de la FDO se déplace de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=15^\circ \text{ et } 45^\circ\}$ , vers la composante majoritaire de la texture de laminage  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . A 25% de laminage, il apparaît des composantes minoritaires autour de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  et à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La première disparaît par la suite tandis que la seconde se maintient, sans se développer. A 80% de laminage, la texture est caractérisée par une forte densité de pôles  $\{10-10\}$  parallèles à DL et une concentration d'axes  $\langle c \rangle$  à  $40^\circ$  de DN dans le plan DN-DT. La texture est décrite sur la coupe à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO par un maximum à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  et une large dispersion au long de  $\Phi$  depuis  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  jusqu'à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

### II.2.2.2. Evolution de microstructure pendant le laminage depuis l'état initial jusqu'à 80% de réduction

#### a) Microstructure de l'état initial du T40

La Fig. II.16.a montre la microstructure de l'état initial de la tôle de T40. Cette microstructure est parfaitement recristallisée et équiaxe avec une TGM de  $30 \mu\text{m}$ . Contrairement au Zr702, la distribution spatiale des tailles de grains est parfaitement homogène dans le T40. La distribution des désorientations entre pixels voisins est similaire à celle des désorientations de 10000 couples de pixels tirés au sort (Fig. II.16.b). Ceci montre que les orientations sont bien distribuées géographiquement de manière aléatoire dans ce matériau bien recristallisé. Ces distributions comprennent deux pics larges : le premier plus marqué et centré à  $30^\circ$  et le second très étalé aux fortes désorientations.

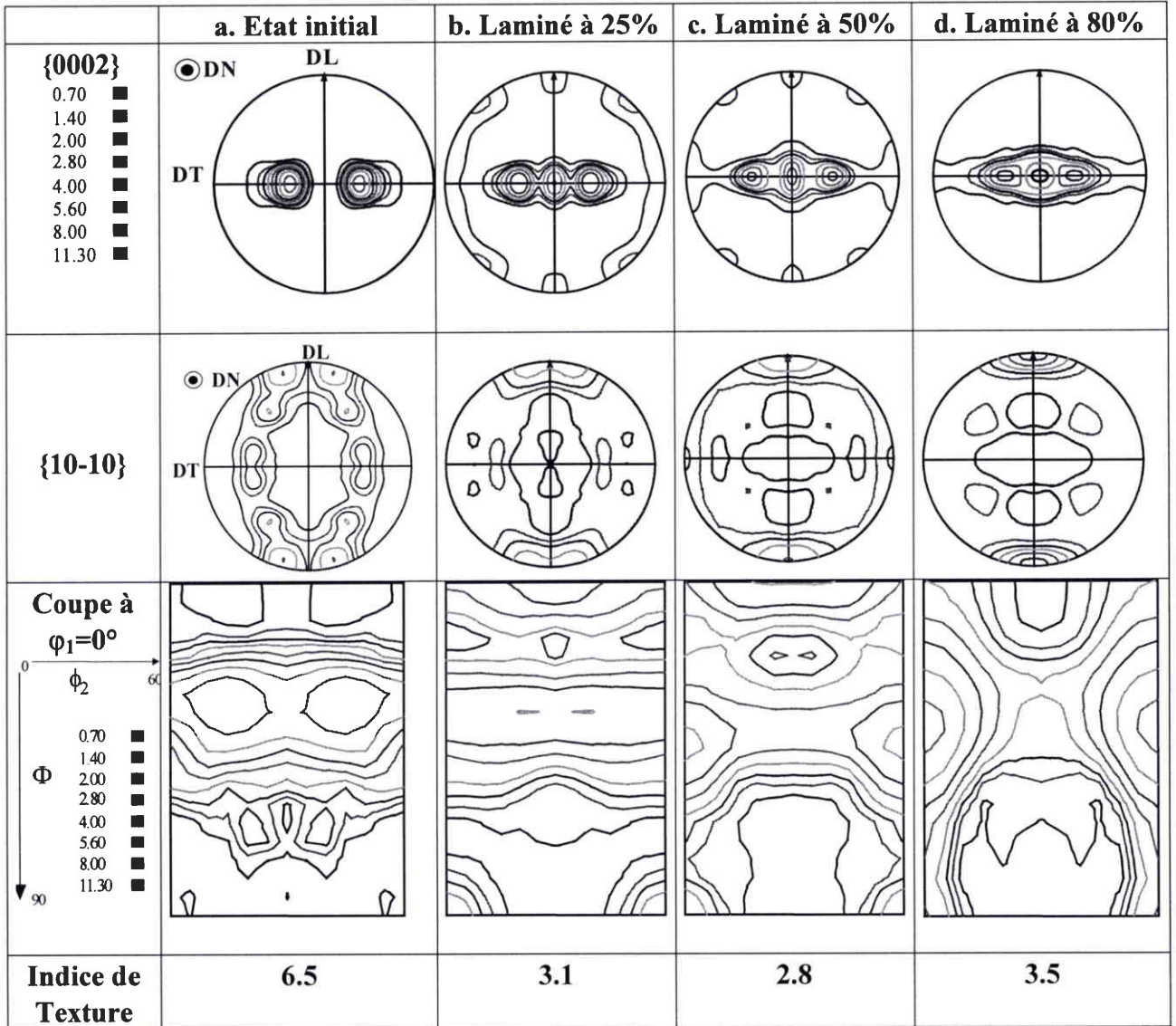


Fig. II.15. Textures du T40 mesurées par DRX depuis l'état initial (recristallisé) jusqu'à 80% de laminage [Travaux de O. VAN LANDUYT]

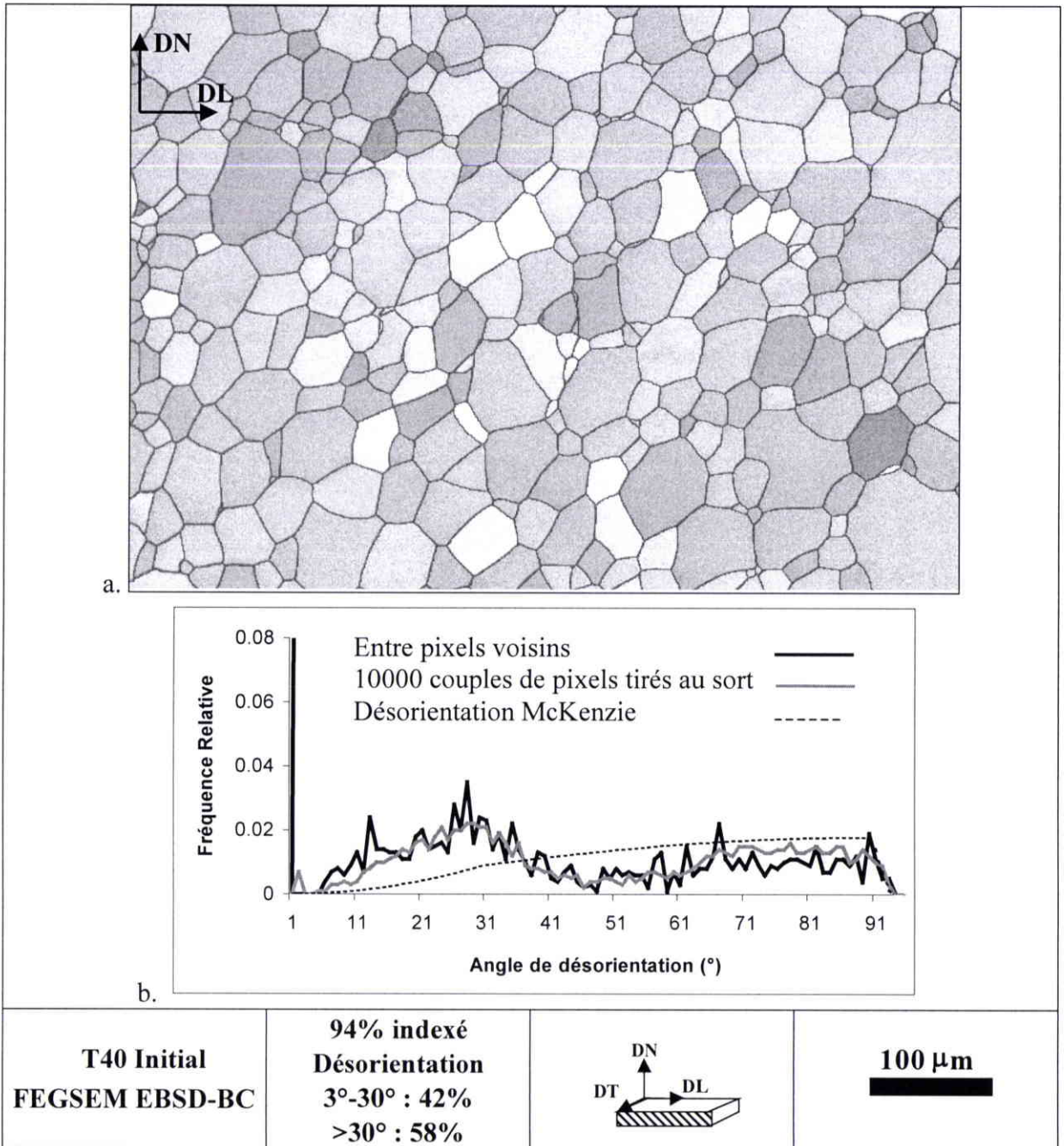


Fig. II.16. (a) Microstructure du T40 initial constituée de grains équiaxes (TGM: 30 μm). (b) Distribution des désorientations entre pixels voisins (noir) et pour 10000 couples de pixels tirés au sort dans la cartographie d'EBS (gris)

### **b) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 30%**

La Fig. II.17 montre une cartographie d'EBSD faite sur le T40 laminé à 30%. La microstructure est caractérisée par un nombre de macles important. Nous pouvons encore voir les anciens joints de grains dans cette microstructure. L'orientation des macles est aléatoire dans le repère échantillon et leur largeur est variable. Les joints de macle sont colorés suivant la nature de la macle. Pour qu'un joint soit accepté comme un joint de macle, une tolérance de 5° a été accordée autour de la valeur caractéristique de la désorientation typique de cette macle (confère Tableau II.2). La conséquence de l'importance de maclage dans le T40 est la présence des pics caractéristiques sur la distribution des angles de désorientation entre pixels voisins (Fig. II.18). Le pic centré à 64° et à 86° correspondent respectivement à la désorientation générée par le maclage en compression  $\{11-22\}\langle -1-123 \rangle$  et par le maclage en traction  $\{10-12\}\langle -1011 \rangle$  avec le grain de matrice. Le premier pic centré à 42° correspond à la désorientation entre la matrice et les macles secondaires, c'est à dire une macle à l'intérieur d'une autre macle.

L'allure de la distribution des désorientations entre pixels voisins n'est plus similaire à celle des désorientations pour des couples de pixels tirés au sort. La distribution des désorientations pour 10000 couples de pixels tirés au sort ne montre plus de pics comme dans celui du T40 initial. La distribution des désorientations entre pixels voisins montre une forte augmentation de fréquence des petites désorientations et des désorientations qui correspondent aux joints de macle. Cette distribution comporte également un pic centré sur 40° dont l'origine n'a pas pu être identifié. Il ne peut s'agir d'un effet de texture car la distribution des désorientations entre pixels tirés au sort ne comporte aucun pic à cet endroit. Sur la cartographie II.17, on voit que ces désorientations (en vert) correspondent à des frontières rectilignes assez similaires aux joints de macles. Sur la FdP inverse (Fig. II.18.b), les axes de désorientation des angles de désorientation entre 37-42° sont concentrés autour de  $\langle 02-21 \rangle$ .

Dans cette cartographie d'orientation, nous avons observé quelques cas de macles secondaires, c'est à dire des macles qui sont à l'intérieur de macles plus larges. Ces macles secondaires ont été observées aussi par [BLICHARSKI et al., 1979] dans du titane commercialement pur avec une TGM de départ de 360 µm.

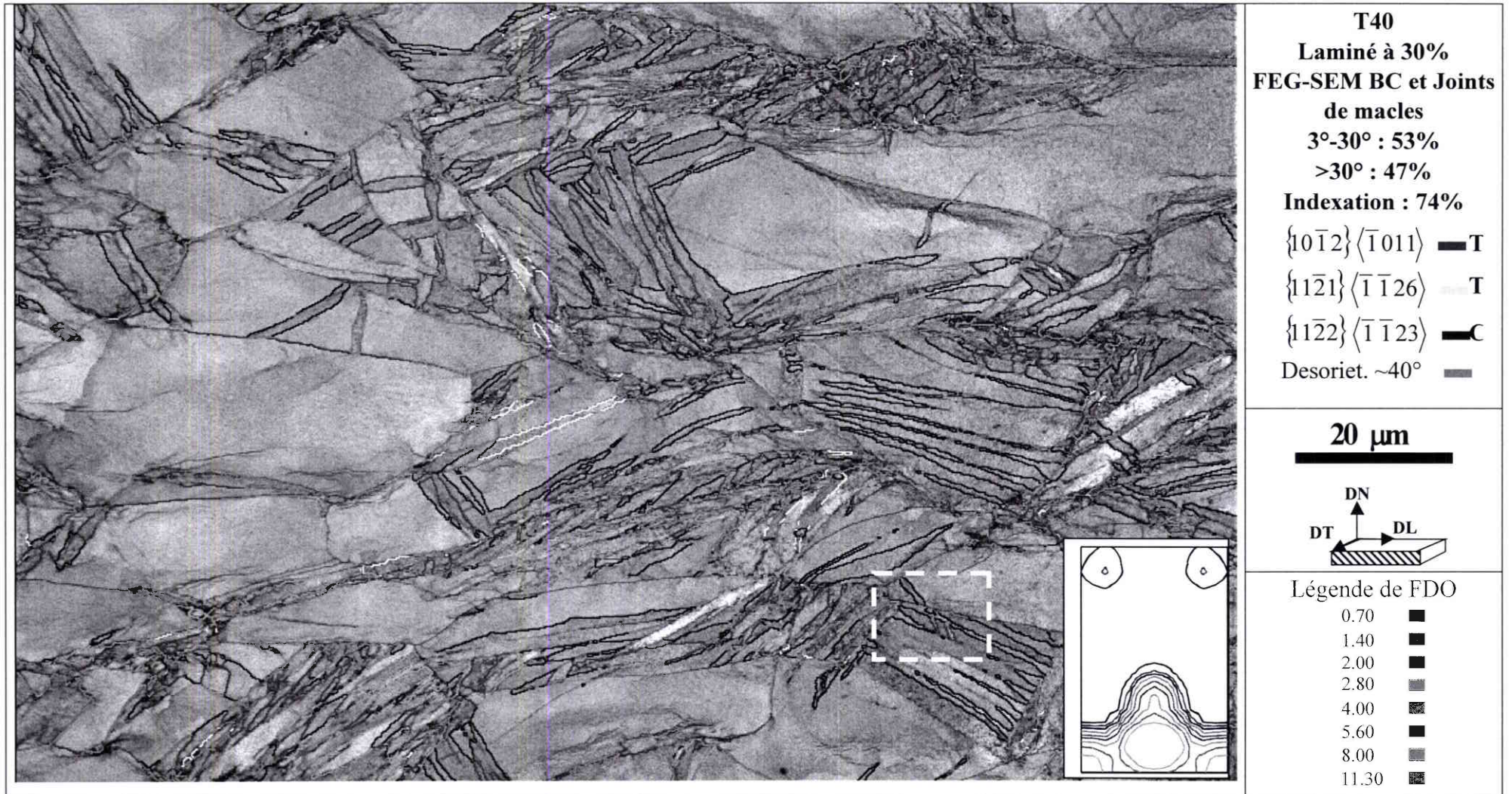


Fig. II.17. Microstructure du T40 laminé à 30%. Les joints de macles sont colorés suivant la nature du maillage (T : Traction, C : Compression) . Le rectangle blanc montre un cas de maillage secondaire. La coupe à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO des macles dans cette cartographie montre que le maillage fait basculer les axes  $\langle c \rangle$  à des angles  $\Phi$  proches de  $90^\circ$ .

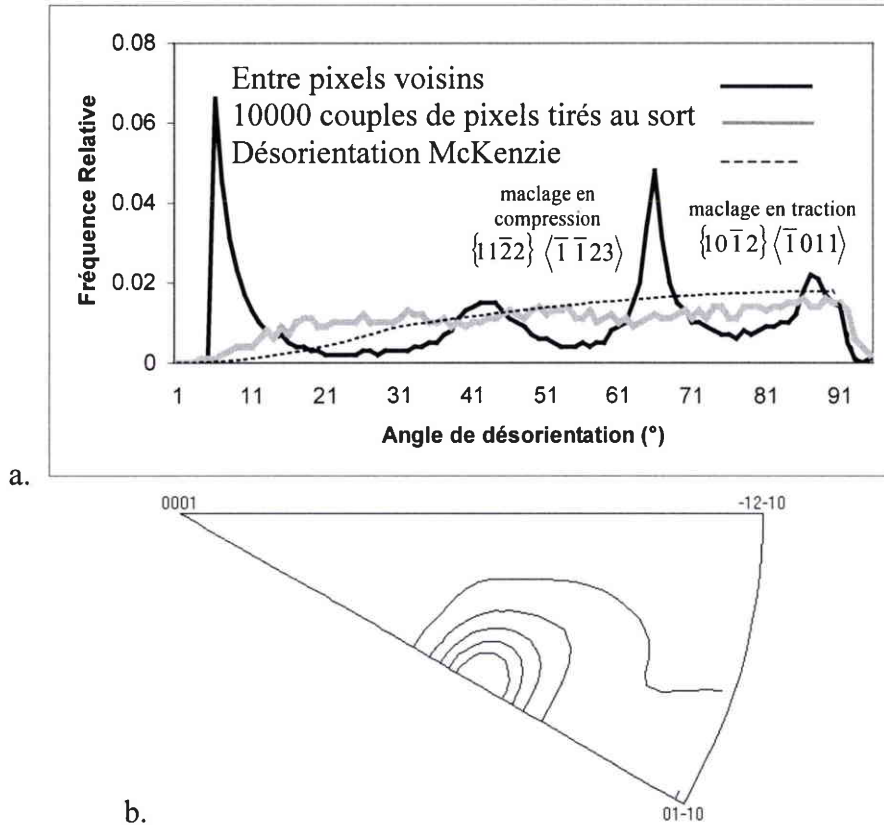


Fig. II.18.(a) Distribution des désorientations entre pixels voisins dans le T40 laminé à 30%. La courbe en gris montre les désorientations pour 10000 couples de pixels choisis aléatoirement dans la cartographie d'EBSD (b) FdP inverse des axes de désorientation dans le repère cristallin pour des angles de désorientation entre 30-50° montrant une concentration proche de <02-21> (Niveau : 1, 2, 3, 4, 5)

### c) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 50%

La microstructure du T40 laminé à 50% est caractérisée par une importante quantité de macles et par la présence de blocs désorientés entre eux (Fig. II.19). La partie en couleur sur la cartographie d'EBSD de la Fig. II.19 met en évidence un mécanisme de subdivision des grains où les deux parties d'une macle sont séparées par un bloc qui les traverse.

La zone limitée par des pointillés blancs montre le mécanisme de la subdivision des grains dans le titane laminé. En simplifiant quelque peu la situation, on peut dire que cette zone correspond à un seul grain d'origine car certains de ses joints de grains initiaux sont encore visibles et quand on applique une fonction gaussienne sur les orientations de cette zone, il apparaît clairement un pic principal avec l'axe <c> très proche de DN (Fig.19.b et c). Ce grain a subi des maclages et une subdivision en blocs. Le maillage et la subdivision dispersent fortement les orientations dans cette zone.

Dans cette figure, on voit également que les blocs et les macles commencent à s'aligner vers DL. La Fig. II.20.a montre la distribution des désorientations. La fraction des faibles désorientations (inférieures à 30°) augmente par rapport à la distribution des désorientations de l'état laminé à 30% (Fig. II.18.a). Les pics correspondant à la désorientation des joints de macle diminuent et s'élargissent.

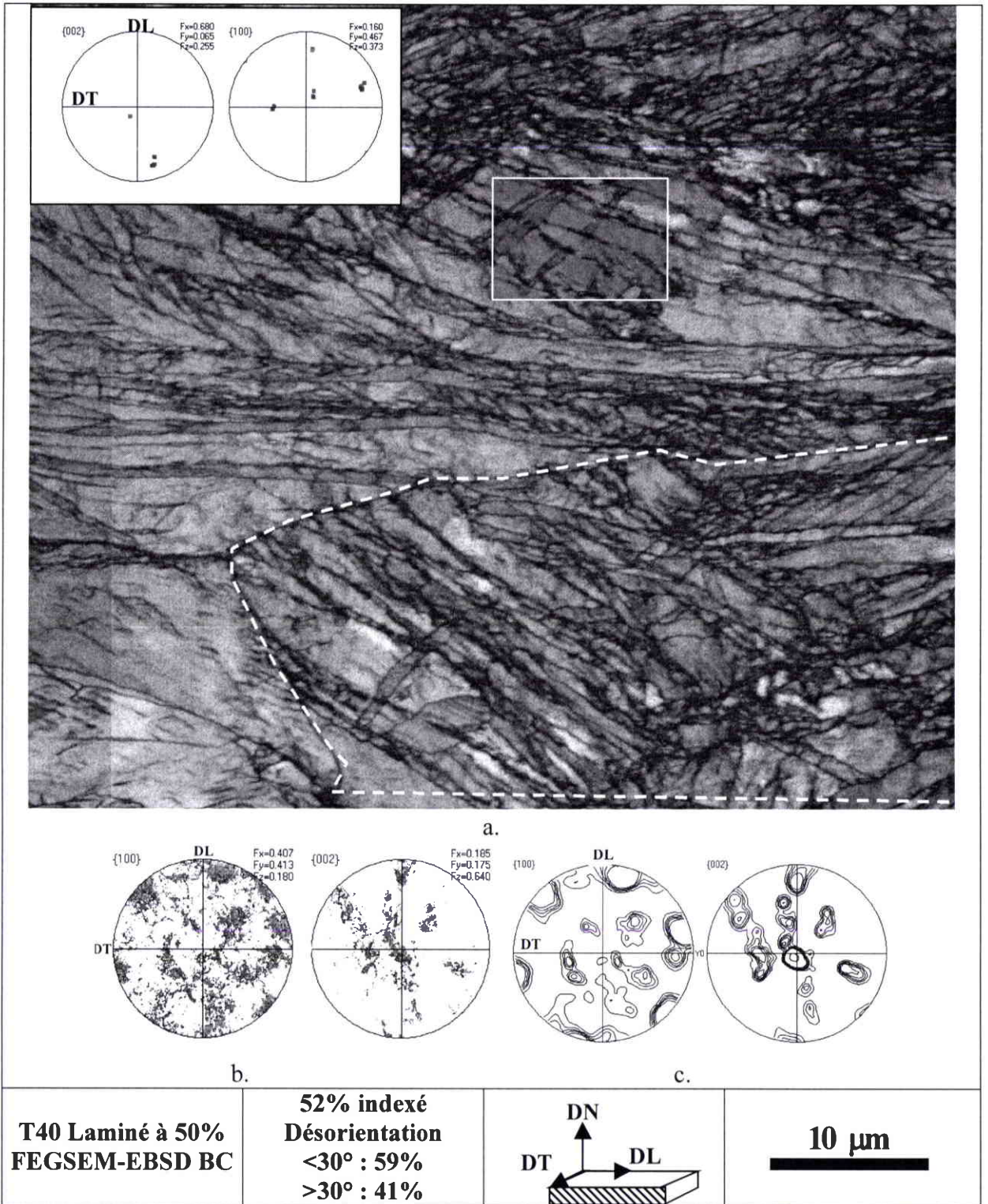


Fig. II.19.(a) Microstructure du T40 laminé à 50%. Le rectangle en couleur montre la subdivision d'une macle par un bloc de cellules. Les FdP montrent les orientations des deux parties d'une macle séparées. La zone limitée en pointillés blancs correspond à un seul grain initial mais très subdivisé à cause des macles et de la formation de blocs. (b) FdP de la zone limitée par les pointillés blancs (c) Orientation majoritaire des FdP de la Fig.(b) (Niveau : 0.7, 1.4, 2, 2.8, 4, 30)

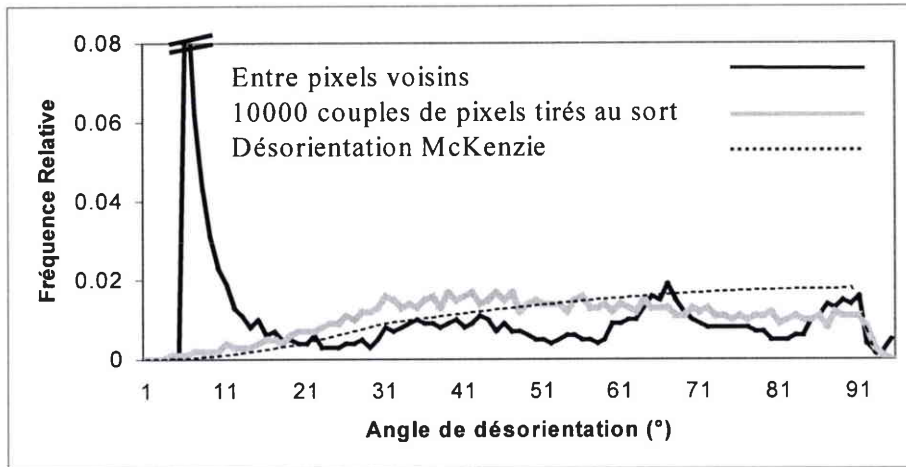


Fig. II.20. Distribution des désorientations entre pixels voisins du T40 laminé à 50%. La courbe en gris montre la distribution des désorientations pour 10000 couples de pixels choisis aléatoirement dans la cartographie d'EBSD.

#### d) Microstructure et texture locale du T40 laminé à 80%

Pour le T40 laminé à 80%, nous avons tenté de faire des mesures d'EBSD, mais le résultat n'a pas été satisfaisant en raison du taux d'indexation extrêmement faible et du faible contraste de bandes. Nous avons donc fait un traitement de restauration à 300°C pendant une heure dans le but d'éliminer une partie des dislocations tout en évitant la recristallisation. Les cartographies obtenues sont présentées sur la Fig. II.21. Les joints de grains initiaux et les joints de macles ne peuvent plus être distingués dans cet état laminé à 80% et restauré. La microstructure est très déformée et subdivisée (Fig. II.21.a et b). La microstructure du titane restauré à 300°C pendant 1 heure consiste en des structures lamellaires larges (zones de type A) ou très fines (de type B).

Les lamelles larges (au moins 1  $\mu\text{m}$ ) apparaissent plus claires, elles ont donc une structure relativement peu perturbée, donnant des clichés de Kikuchi d'assez bonne qualité. Les bandes lamellaires larges sont caractérisées par de faibles désorientations le long des lamelles et de fortes désorientations entre lamelles (Fig. II.21.b,d,e). Dans ces lamelles larges, on distingue des sous-structures d'environ 2  $\mu\text{m}$  de longueur séparées par des parois à faible désorientation. Ces sous-structures sont très probablement des cellules formées lors de la restauration par arrangement des dislocations en sous-joints. L'absence de fortes désorientations dans les lamelles larges indique que ces plages n'ont pas subi de maillage. Elles correspondent donc aux grains initiaux qui étaient orientés défavorablement vis à vis de l'activation de systèmes de maillage.

Dans cette figure, on observe également une bande de cisaillement (indiquée par l'ellipse en pointillés blancs) qui fait un angle d'environ 30° avec le plan de laminage. Le taux d'indexation dans cette bande est très faible. La bande de cisaillement est caractérisée par un infléchissement des lamelles de part et d'autre.

La Fig. II.21.b a été filtrée dans le but de visualiser la désorientation entre pixels initialement indexés. Il est intéressant de remarquer que les désorientations supérieures à 30° sont distribuées de façon homogène dans le matériau, sauf dans les lamelles de la zone de type A où elles sont beaucoup moins nombreuses.



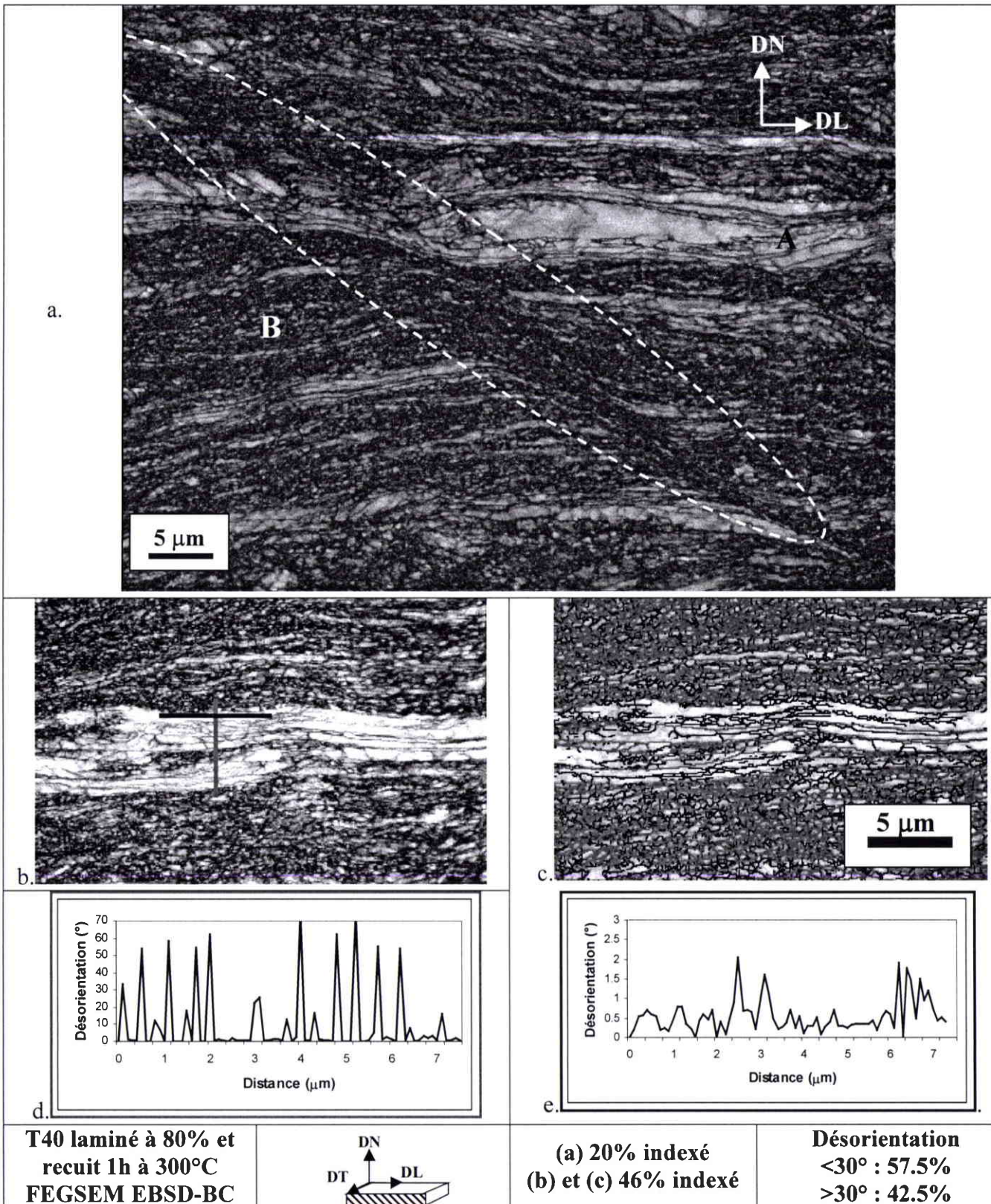


Fig. II.21. (a) Bande de cisaillement dans la microstructure du T40 laminé à 80% et recuit à 300°C pendant une heure. (b) Détail d'une zone lamellaire (c) Distribution de faibles désorientations (3°-30° en noir) et des fortes désorientations (supérieure à 30° en rouge) (d) Profil de désorientations entre pixels adjacents à travers les lamelles (ligne rose) et (e) au long d'une lamelle (ligne bleue)

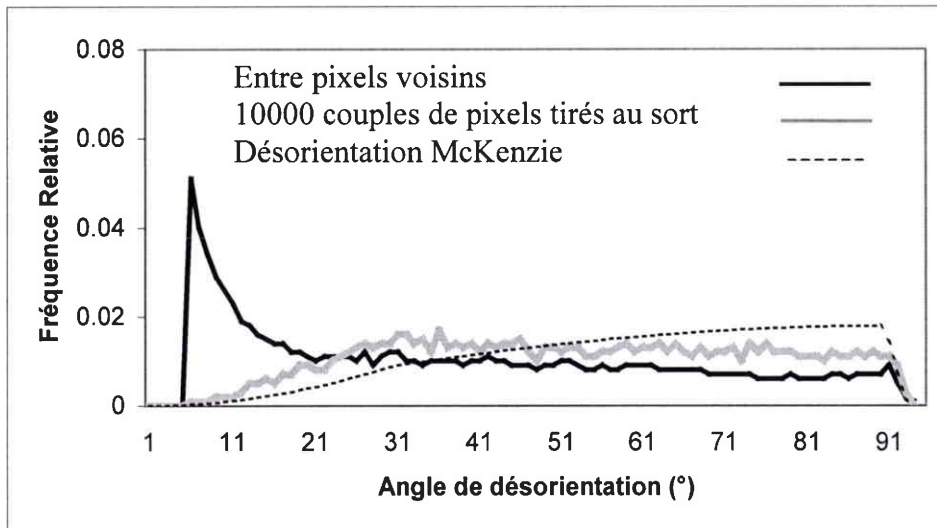


Fig. II.22. Distribution des désorientations dans la cartographie Fig. II.21 (T40 laminé à 80% et recuit à 300°C pendant une heure) entre pixels voisins (en noir) et pour 10000 couples de pixels choisis aléatoirement dans la cartographie d'EBSD (en gris).

La Fig. II.22 montre la distribution des désorientations entre pixels voisins du T40 laminé à 80% et recuit à 300°C pendant 1 heure. Par rapport au Zr702 à l'état laminé à 80%, la fraction de joints de forte désorientation (supérieure à 30°) dans le T40 est beaucoup plus importante (42.5% dans le T40 par rapport à 15.5% dans le Zr702).

### II.2.2.3. Caractérisation fine des différentes structures observées dans le T40 laminé à 80%

#### a) Grains non-maclés

La Fig. II.23 montre un grain non-maqué dans le T40 laminé à 80%. Sous le microscope optique, ces grains apparaissent comme des plages claires entourées par la matrice déformée. La forme de ces grains non-maclés est une forme très allongée suivant DL et aplatie suivant DN. En effet, dans le plan longitudinal, ces plages correspondent aux zones lamellaires larges, zone de type A de la Fig. II.21. Les orientations de ces grains non-maclés a été déterminées et sont proches de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=45^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

La Fig. II.24.a-e montre le résultat de la caractérisation par MET d'un grain non-maqué dans le T40 laminé à 80%. Ce grain est caractérisé par l'absence de maillage. Les orientations dans ce grain non-maqué ont été mesurées suivant les directions DL et DT. La désorientation est faible entre points voisins mais peut atteindre 40° d'un bout à l'autre du grain (Fig. II.24.d-e), c'est à dire sur une distance d'environ 20  $\mu\text{m}$  pour les mesures suivant DL.

Pour les points de mesure suivant la direction DL, les axes  $\langle c \rangle$  semblent stables à  $\sim 30^\circ$  de DN dans le plan DN-DT mais les pôles  $\{10\bar{1}0\}$  sont distribués sur  $30^\circ$  autour des axes  $\langle c \rangle$ . Les axes de rotation associés aux désorientations observées le long de DL sont proches de l'axe  $\langle c \rangle$ . Pour les désorientations le long de DT, les axes de rotation se situent au voisinage de DL et font basculer les axes  $\langle c \rangle$  en direction de DT.

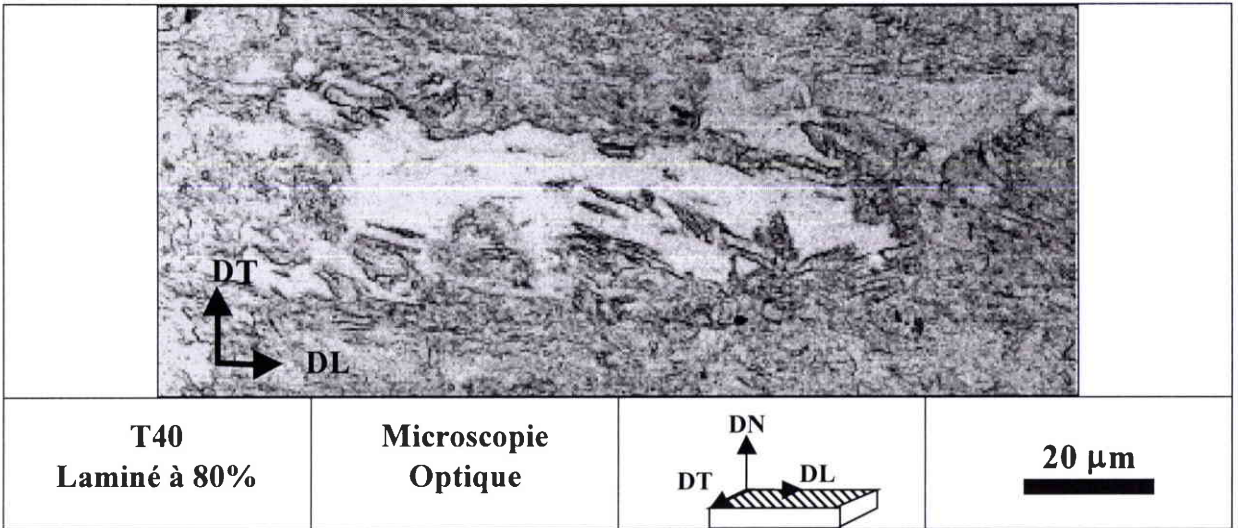


Fig. II.23. Microstructure du titane laminé à 80% montrant une plage qui correspond à un grain non-maqué.

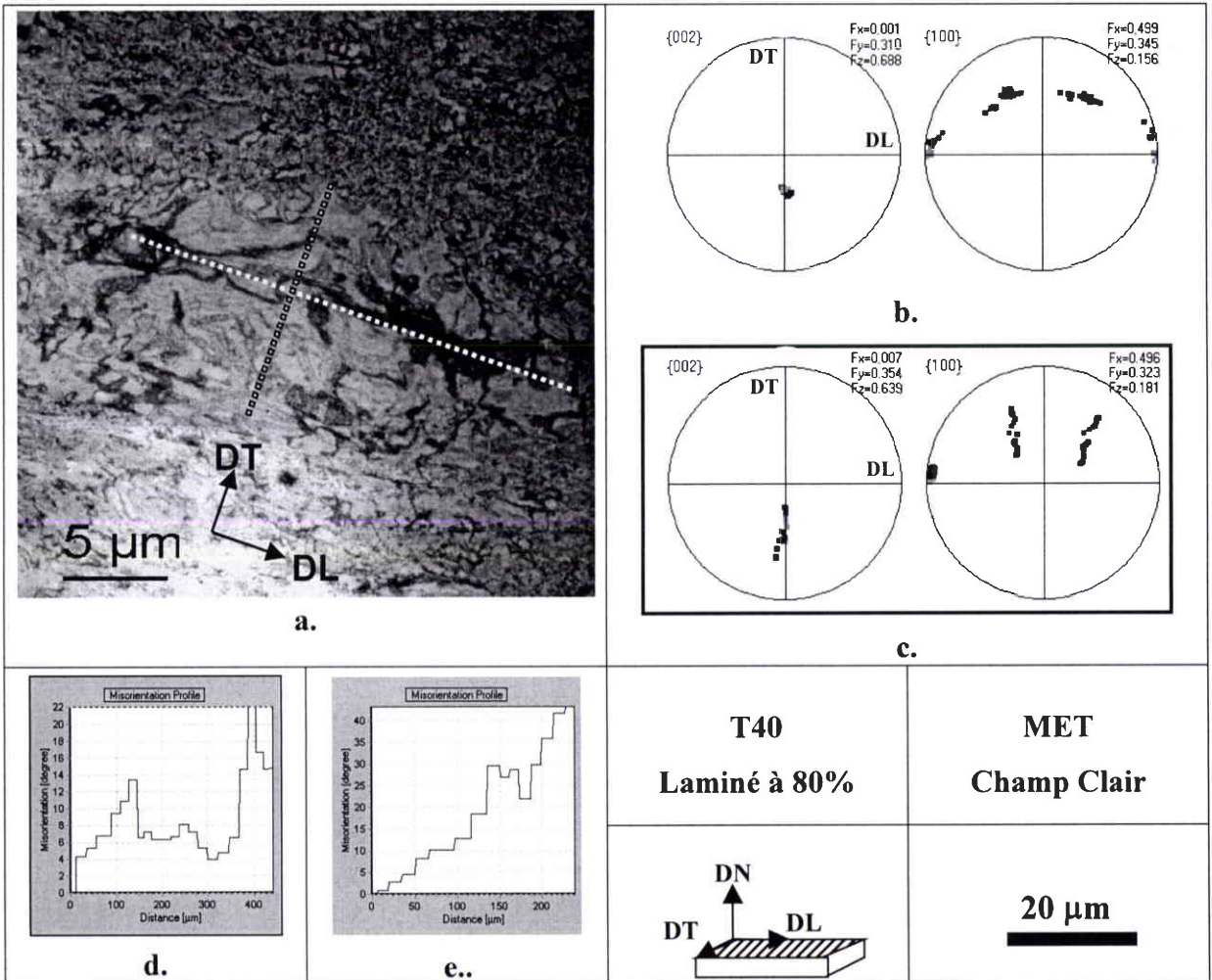


Fig. II.24. (a) Image de MET en fond clair d'un grain non-maqué dans le T40 laminé à 80% (lame mince prélevée dans le plan de laminage) (b) FdP  $\{0002\}\{10-10\}$  des orientations le long du pointillé jaune (c) le long du pointillé bleu. (d) Profil de désorientation par rapport au premier point à l'intérieur d'un grain suivant DL, ligne jaune et (e) suivant DT, ligne bleue

### **b) Sous-structures lamellaires et cellulaires très fines**

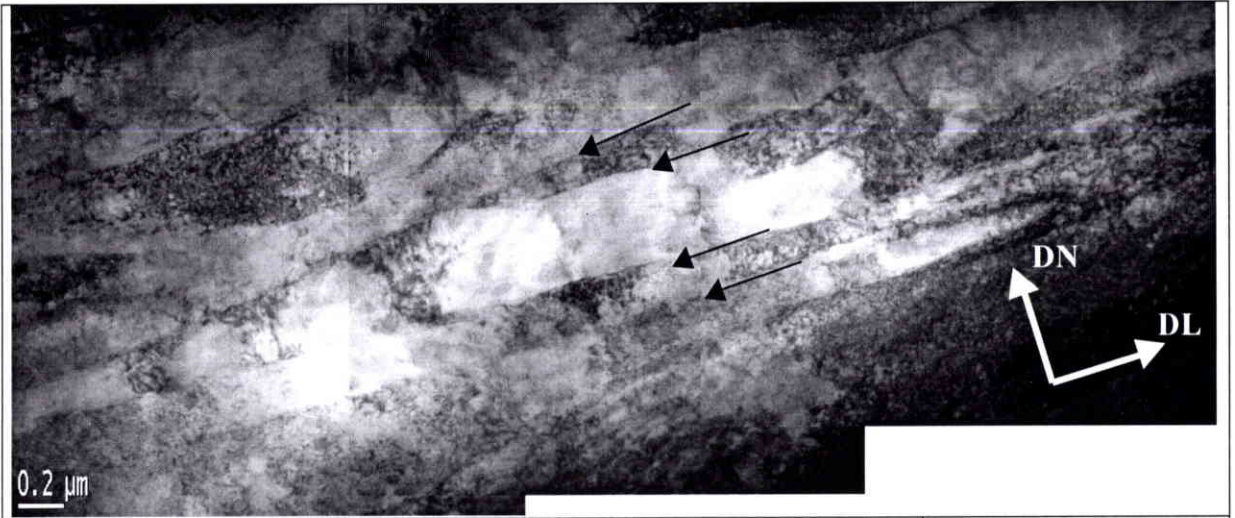
Nous avons caractérisé par MET, les sous-structures de la microstructure du T40 laminé à 80% non restauré qu'il nous avait été impossible d'observer par EBSD. En effet, ces sous-structures apparaissent à une échelle très fine et correspondent à une densité de défauts incompatible avec l'EBS. Elles sont apparues par MET lamellaires ou cellulaires, comme le montrent les résultats suivants.

La Fig. II.25 montre un détail de la microstructure du T40 laminé à 80% observé par MET dans le plan longitudinal (DN-DL). Cette zone est constituée de blocs lamellaires. L'image ne montre pas clairement la présence de cellules de dislocations le long des lamelles bien qu'elles aient pu être visualisées lors des observations en MET. Lorsque la lame mince est inclinée dans le microscope, les frontières des cellules peuvent en effet être distinguées mais il n'a pas été possible de produire une image de ces frontières pour un angle de tilt fixe. Cette difficulté pourrait être due à la superposition des cellules ce qui rend les parois de dislocations très diffuses. La largeur des lamelles varie de 200 à 600 nm et leur longueur est très variable.

La Fig. II.26 présente une cartographie d'orientation par MET dans le T40 laminé à 80% observé dans le plan longitudinal DN-DL. Les orientations mesurées sont présentées sur les FdP de la Fig. II.26.d. Les blocs lamellaires sont délimités par des désorientations fortes (le plus souvent supérieure à 30°). La Fig. II.26.c montre la distribution des désorientations entre pixels voisins qui se caractérise par une fraction importante de fortes désorientations, pour une surface de seulement 2x2  $\mu\text{m}^2$ .

Dans le plan longitudinal, il a également été observé un sous-grain délimité par des joints à grand angle comme le montre la Fig. II.27. Le sous grain de diamètre  $\sim 100$  nm se trouve dans un joint de désorientation 34°. Le cliché de CBED obtenu sur ce sous-grain (b) est d'assez bonne qualité, ce qui montre que la densité de défauts y est relativement faible. L'orientation de ce sous grain est  $\{\varphi_1=20^\circ \Phi=85^\circ \varphi_2=19^\circ\}$  ce qui ne correspond ni à la composante majoritaire de la texture de laminage  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  ni à celle de la croissance de grain  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . Il est à noter que la désorientation entre ce sous grain et son voisinage est très importante. Les autres joints reliant les domaines de couleur différente sont également marqués par une forte désorientation de 30° jusqu'à 90°. A l'intérieur de la bande en vert et de celle en rouge de la Fig. II.27.c, la désorientation est faible entre 2° à 7°. Ce sous-grain pourrait être associé au début de la formation d'une microbande dans une microstructure caractérisée par des bandes lamellaires.

Nos observations par MET sur le plan de laminage (Fig. II. 28) n'ont pas donné de résultats très satisfaisants concernant les structures de dislocations (les observations dans le plan longitudinal révèlent mieux les sous-structures). En revanche, les mesures d'orientation montrent que la microstructure du T40 laminé à 80% se caractérise par la présence de fortes désorientations même à très fine échelle (2 x 2  $\mu\text{m}^2$ ). Dans la zone indiquée par une ellipse en pointillé, les désorientations sont particulièrement importantes (souvent supérieure à 30°). Sur l'image en champ clair, cette zone ne se distingue pas particulièrement des autres. Cet exemple illustre l'importance des mesures d'orientation pour la caractérisation des microstructures fortement déformées. En effet, les images présentent des contrastes très perturbés et souvent non-interprétables. Dans ce type de situation, l'information d'orientation locale est un peu plus riche.



<p><b>T40</b> <b>Laminé à 80%</b></p>	<p><b>MET</b> <b>Champ clair</b></p>		<p><b>0.5 μm</b></p>
---	--	---	----------------------

Fig. II.25. Blocs de cellules dans le T40 laminé à 80%. Les flèches indiquent les murs denses de dislocations (parois inter-lamellaires).

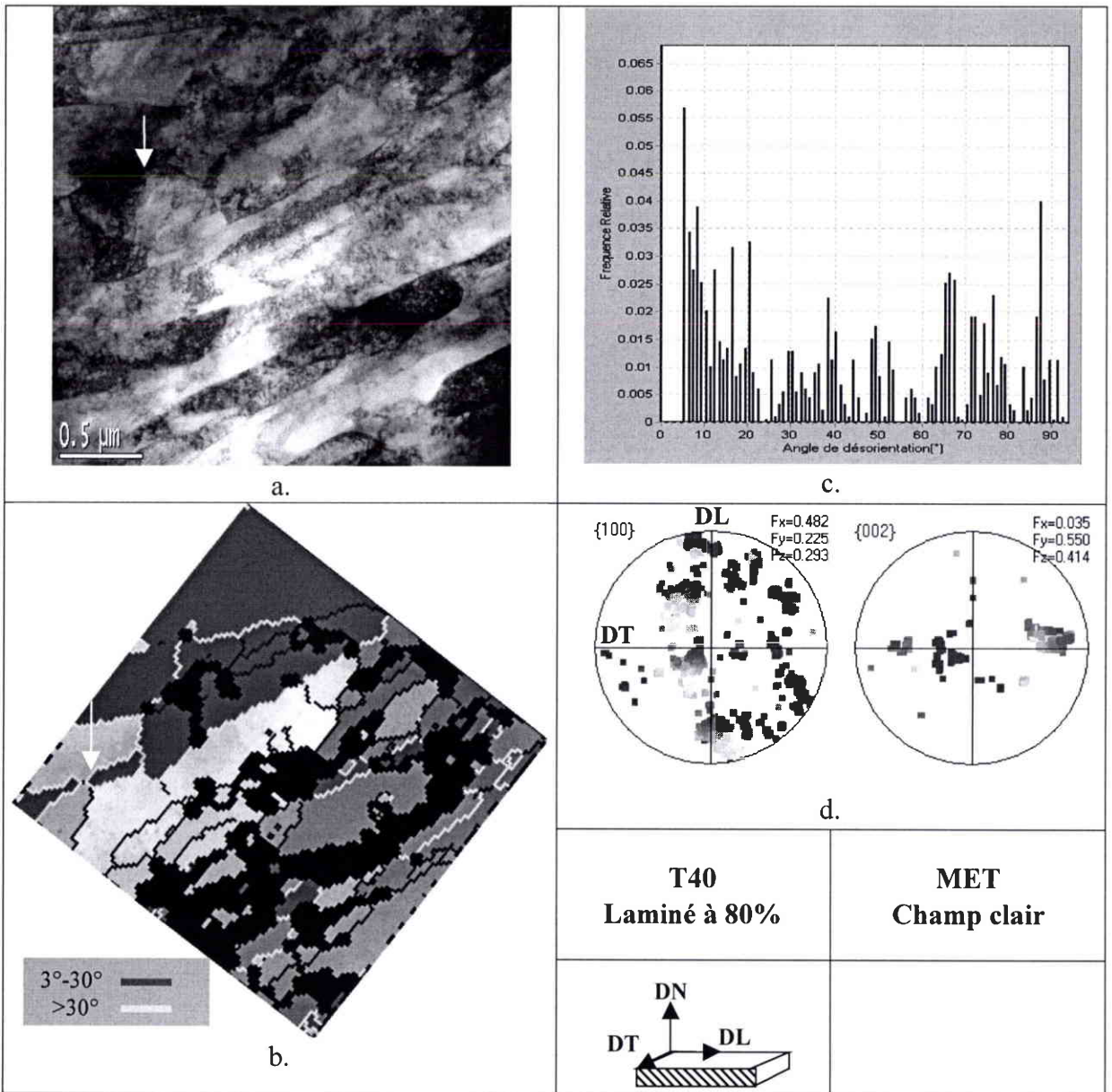


Fig. II.26.a. Blocs de cellules lamellaires dans le T40 laminé à 80% (b) Cartographie d'orientation sur la zone de la Fig. (a) dont les orientations sont présentées sur les FdP (en noir: pixels non-indexée) (d). (c) Histogramme des désorientations entre pixels voisines supérieures à 5° pour montrer l'importante quantité de joints de forte désorientation dans la zone (b) qui couvre seulement 2 x 2  $\mu\text{m}^2$ .

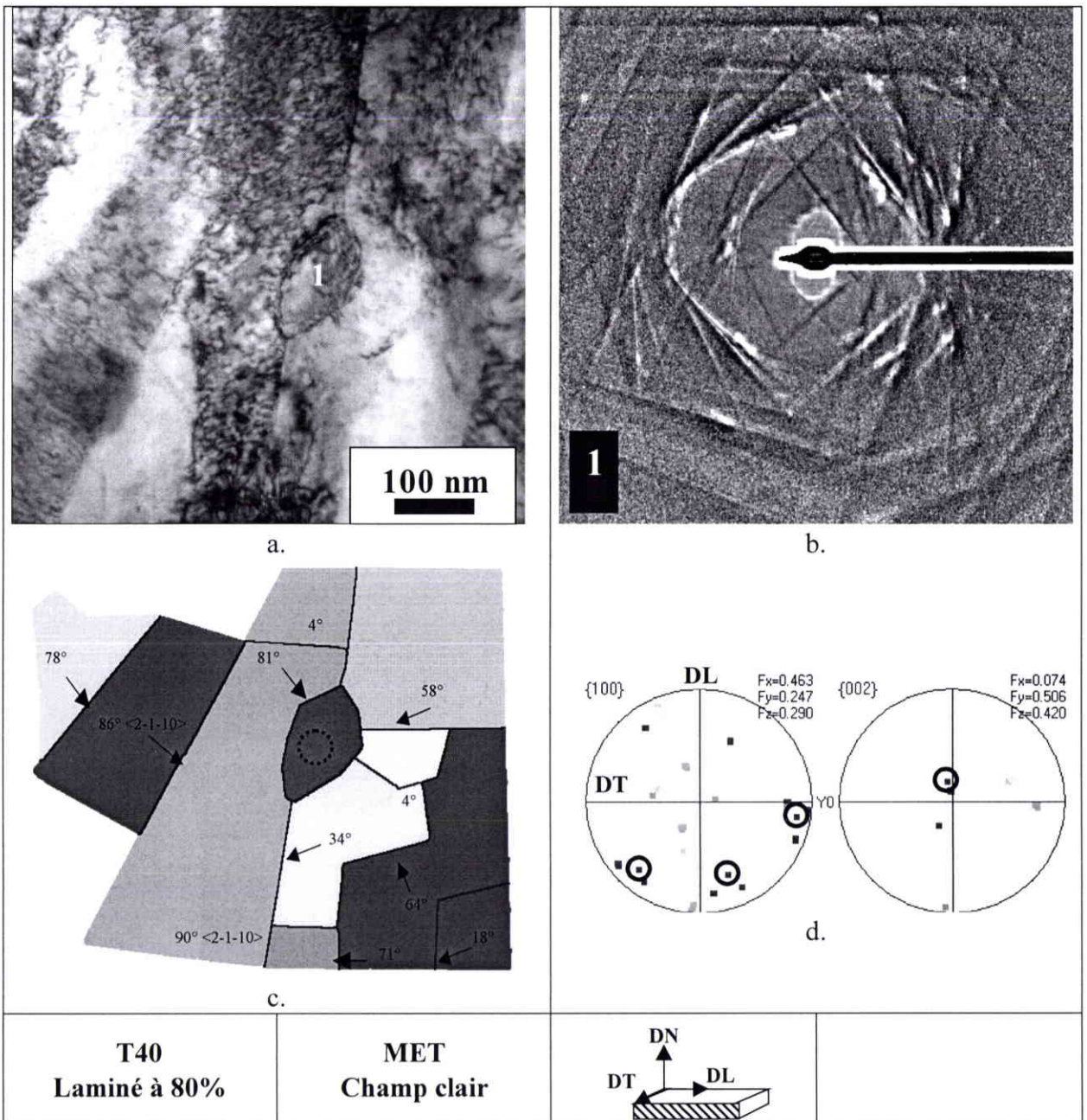


Fig.II.27.(a) Observation d'un sous-grain (1) dans un joint de forte désorientation. (b) Cliché de diffraction en faisceau convergent du sous-grain. (c) Cartographie (manuelle) montrant l'orientation de chaque domaine dans une code de couleur identique à celui des FdP (d). Les cercles noirs sur les FdP indiquent l'orientation du sous-grain lui-même marqué par un cercle en pointillés sur la cartographie (c).

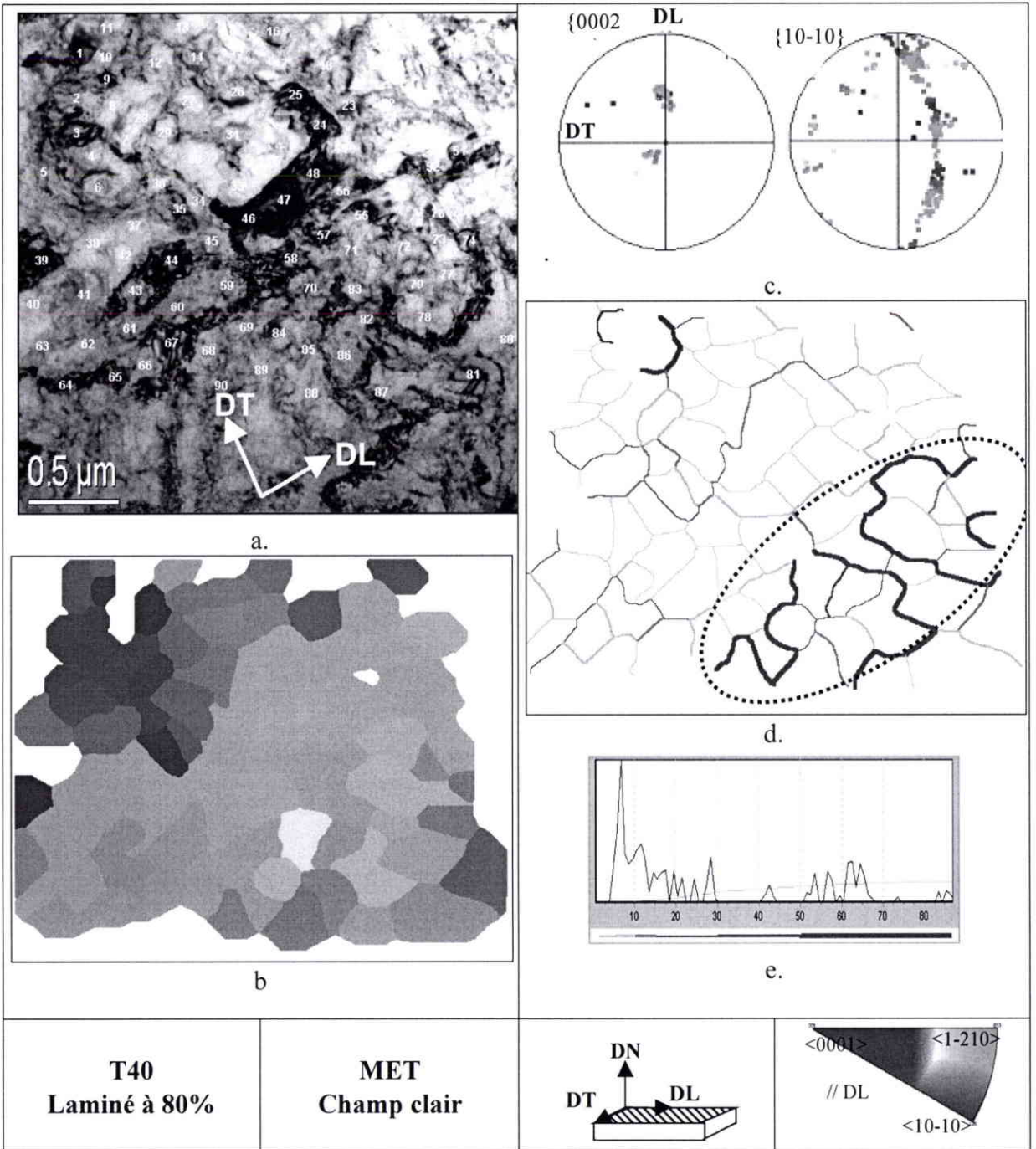


Fig. II.28.(a) Image de MET en champs clair du T40 laminé 80% dans le plan de laminage. (b-c) Orientations locales mesurées dans cette zone (~90 points). (d) Désorientations entre les points de mesure représentées par des lignes de différents couleurs suivant le code de couleur indiqué sur la distribution des désorientations (c).



### II.3. Discussion

Cette courte discussion porte sur l'analyse des résultats de caractérisation des matériaux déformés présentés dans ce chapitre et leur comparaison avec diverses données de la littérature. L'objectif est de mettre en lumière les caractéristiques qui seront importantes à prendre en considération pour l'étude des mécanismes de recristallisation qui est présentée dans le chapitre III.

#### II.3.1. Texture après 80% de laminage

Pour le Zr702 comme pour le T40, nos résultats concernant les textures de laminage sont tout à fait cohérents avec les travaux antérieurs (par exemple, pour le T40: [INAGAKI, 1992] [NAKA, 1978] [SERGHAT, 1994], pour le Zr702 : [CHAUBET et al., 2002] [FRANCILETTE, 2001]). La texture globale évolue de façon assez similaire pour les deux matériaux au moins en terme de localisation des composantes majoritaires. Dans les deux cas, la texture initiale est une texture de croissance de grains, caractérisée par une composante majoritaire à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=15^\circ \text{ et } 45^\circ\}$  pour le T40 et à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=35^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le Zr702. Cette texture se transforme progressivement au cours du laminage pour donner la texture de laminage caractérisée pour une composante majoritaire à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le T40 et à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le Zr702.

La composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \text{ ou } 40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  devient majoritaire à partir 50% de laminage. Au-delà de 50%, cette composante majoritaire se renforce. La Fig. II.29 illustre l'évolution de l'indice de texture en fonction du taux de laminage. Les textures du T40 et du Zr702 s'affaiblissent jusqu'à 40-50% de réduction d'épaisseur et se renforcent légèrement ensuite. Les textures finales sont en effet caractérisées par des pics très larges dans les FDO (dispersion d'environ  $30^\circ$  autour des orientations idéales mentionnées ci-dessus).

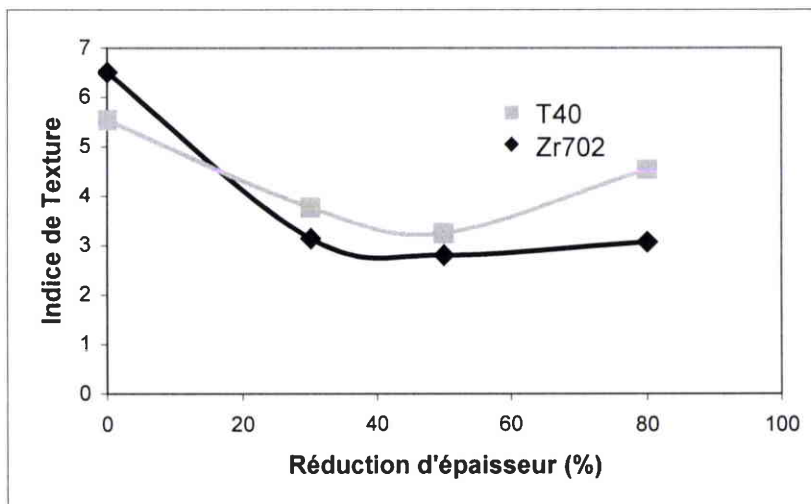


Fig. II.29. Evolution d'indice de texture en fonction du taux de réduction d'épaisseur par le laminage à froid pour le T40 et le Zr702.

[NAUER et BUNGE, 1988] ont lié la diminution de l'indice de texture dans le titane commercialement pur au maillage qui disperse les orientations des grains maclés et qui retarde le développement de la texture de déformation. Cependant, l'évolution de l'indice de texture au cours du laminage pour le Zr702 présente la même allure malgré une activité de maillage extrêmement réduite. L'activation quasi-exclusive de systèmes de glissement semble donc

capable de produire des effets de même ampleur que le maclage sur l'acuité des textures. L'indice de texture du Zr702 diminue même plus rapidement que celle du T40.

Les évolutions de texture pour le T40 et le Zr702 au cours du laminage présentent des différences portant sur les composantes minoritaires de la texture de déformation. Ces différences sont en particulier liées au maclage. Celui-ci génère une composante au voisinage de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  dans le T40 laminé à 80%. Dans le zirconium, une plus faible fraction volumique du matériau atteint également cette orientation mais de façon plus progressive, par glissement.

### **II.3.2. Microstructures après 80% de laminage**

Les observations expérimentales ont mis en évidence une forte diversification de la microstructure et de la texture locale au cours du laminage. D'une manière générale, les microstructures déformées du titane et du zirconium contiennent des zones plus ou moins déformées en raison des différences de comportement des grains dans ces matériaux polycristallins. Le titane et le zirconium ne se déforment pas de la même façon compte tenu de la différence d'activité du maclage et des caractéristiques de l'état déformé des deux matériaux sont donc différentes.

#### **II.3.2.1. T40 à 80% de laminage**

La microstructure du T40 avant le laminage s'est révélée être très homogène mais de fortes hétérogénéités se forment pendant le laminage, notamment à cause du maclage. La microstructure du T40 laminé à 80% (Fig. II.21) est majoritairement constituée de matière finement subdivisée. Il existe également des zones moins subdivisées qui correspondent aux grains initiaux qui se sont déformés sans maclage.

##### **II.3.2.1.a Grains qui ne maclent pas**

Les grains non-maclés pour lesquels le glissement est le seul mode de déformation possible, forment des structures allongées dans la direction de laminage (Fig. II.21.a-b). La désorientation peut être très forte entre les lamelles (jusqu'à plusieurs dizaines de degrés), mais elle est extrêmement réduite le long des lamelles (Fig. II.21.d et e). Les blocs lamellaires observés dans ces grains non-maclés sont similaires à ceux observés dans le nickel pur présenté dans la partie bibliographique de ce chapitre [HUGHES et HANSEN, 1997].

Ces grains sont caractérisés par des orientations avec les axes  $\langle c \rangle$  fortement basculés vers DT (environ  $50^\circ$ ) et des plans  $\{10\bar{1}0\}$  parallèles à DL. Cependant les sous-structures présentes dans ces plages ont des orientations assez dispersées (au moins  $10^\circ$ ) autour de cette orientation idéale. Il avait précédemment été montré par simulation de la déformation par un modèle de Taylor que ces orientations ne sont pas favorables au maclage [VAN LANDUYT et al., 1999].

##### **II.3.2.1.b Zones finement subdivisées**

Dans le T40, la plus grande partie des grains initiaux subissent du maclage dans les premiers stades du laminage. Les macles apparaissent effectivement très nombreuses dans les cartographies EBSD faites après 30% de laminage (Fig. II.17) et ceci est tout à fait cohérent avec les mécanismes de déformation décrits dans la littérature pour ce matériau [SINGH et SCHWARZER, 2000]. Le maclage est très important dans le mécanisme de subdivision des

grains, comme le montre la cartographie de la Fig. II.19 obtenue après 50% de laminage. Ce mécanisme est schématisé sur la Fig. II.30.

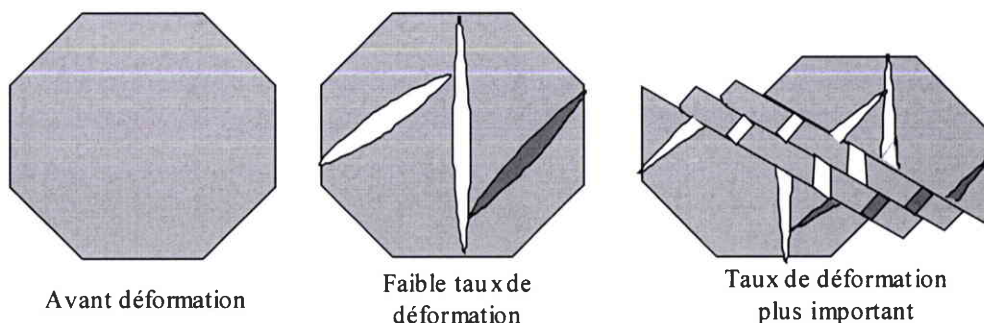


Fig. II.30. Subdivision d'un grain par maclage et glissement menant à la formation de sous-structures fortement désorientées.

A faible taux de laminage, le titane se déforme par maclage et par glissements qui génèrent par conséquent des fortes et des faibles désorientations (Fig. II.17 et 19). A 30% de laminage, les grains sont un peu aplatis et les macles sont orientées aléatoirement par rapport à DL (Fig. II.19). Le maclage crée de nouvelles interfaces qui jouent le même rôle que des joints de grains en bloquant le mouvement des dislocations [KASCHNER et al., 2004] [GRAY, 1997]. Quand le maclage cesse de s'activer, la déformation continue par glissement de dislocations et se traduit par la formation de blocs se désorientant les uns par rapport aux autres. Ces blocs subdivisent les grains maclés en volumes de plus en plus petits. Ils deviennent de plus en plus étroits et tendent à s'aligner à DL avec l'augmentation du taux de déformation. A 80% de laminage, les structures de déformation dans ces zones sont difficiles à observer par MEB, mais on peut distinguer dans certains endroits une morphologie lamellaire (Fig. II.21).

Dans ces zones finement subdivisées, on observe également des bandes de cisaillement (Fig. II.21), qui se caractérisent par un infléchissement des structures lamellaires de part et d'autre de la bande. Dans les bandes de cisaillement comme dans le reste de la matière finement subdivisée, toutes les orientations de la texture de laminage coexistent à très fine échelle, la densité de fortes désorientations est extrêmement élevée.

En raison de la faible taille des éléments microstructuraux et de la forte densité de dislocations, nos mesures d'EBSD sur le T40 laminé à 80% n'ont pas pu être concluantes, la qualité des clichés de Kikuchi étant très faible et le taux d'indexation médiocre. Il nous a été nécessaire de procéder à un recuit de restauration. [NAKA, 1978] avait également échoué dans ses tentatives d'observation par MET de l'état laminé à 80% lors de l'étude de recristallisation du T40, probablement pour les mêmes raisons. Pourtant le titane pur possède une énergie de faute d'empilement élevée ( $\sim 300 \text{ mJm}^{-2}$  [PARTRIDGE, 1967]) qui pourrait favoriser la restauration dynamique pendant le laminage et mener à la formation de cellules et de sous-joints fortement désorientés. La situation observée est sensiblement différente, avec une densité de dislocations qui reste élevée et des cellules qui ne sont pas parfaitement constituées (Fig. II.26.a). Le fait que le laminage ait été réalisé à température ambiante et par pas successif de 3% à chaque passe est sans aucun doute la raison pour laquelle la restauration dynamique n'a pas opéré de manière conséquente.

### II.3.2.2. Zr702 à 80% de laminage

Dans le Zr702, le maclage semble très peu activé et le glissement est le mécanisme dominant tout au long du laminage. Sa microstructure déformée est pourtant également très hétérogène. A 80% de laminage, le Zr702 est caractérisé par des configurations locales différentes (Fig. II.10): (a) des grains moins déformés (zone de type A), (b) des bandes lamellaires assez larges (zone de type B) et (c) des zones très déformées qui peuvent correspondre à des bandes de cisaillement ou à des zones proches des joints de grains initiaux (zone de type C).

#### II.3.2.2.a. Grains moins déformés

Il apparaît dans la coupe longitudinale (DN-DL) de la tôle de Zr702 laminée à 80% des plages de forme lenticulaire qui présentent une orientation cohérente (Fig. II.10). Ces plages correspondent à des grains qui se sont moins déformés que le reste du matériau. L'observation des microstructures pour des taux de laminage intermédiaires permet de préciser la nature de ces grains (Fig. II.8 pour 30%, Fig. II.9 pour 50% et Fig. II.10 pour 80% de laminage).

L'état de réception du Zr702 possède déjà une microstructure (Fig. II.5.a) qui n'est pas totalement homogène : on y observe des paquets de grains sensiblement plus gros que la moyenne, assez faiblement désorientés (moins de  $30^\circ$ ) entre eux et présentant des orientations caractérisées par l'axe  $\langle c \rangle$  proches de DN, c'est à dire:  $\{\varphi_1 = \forall \Phi = 0-15^\circ \varphi_2 = \forall\}$ . Ces paquets sont allongés dans la direction de laminage. On observe après 30% et 50% de laminage des paquets de grains moins déformés dont l'orientation, la désorientation et la taille rappellent les caractéristiques de ces grains particuliers décrits pour l'état initial. Après 80% de laminage, les zones moins déformées sont beaucoup plus petites qu'à 30% et 50%, elles ne se sont plus constituées de plusieurs grains mais sans doute d'un seul ou partie d'un grain. Entre 50% et 80% de laminage, la déformation s'est donc propagée dans les paquets moins déformés observés à 50%, en y formant des bandes fortement déformées et ne laissant que quelques endroits moins perturbés correspondant probablement à certains des grains.

L'existence de grains moins déformés dans le zirconium laminé à froid a déjà été décrite dans la littérature [CHAUBET et al., 2002]. L'orientation de ces grains moins déformés est cohérente avec les résultats de simulation du laminage [FRANCILLETTE, 2001] qui a montré que les grains avec l'axe  $\langle c \rangle$  proche de DN sont plus difficile à déformer.

#### II.3.2.2.b. Structures lamellaires dans le Zr702

La microstructure du Zr702 laminé à 80% présente des structures lamellaires avec une échelle de taille de lamelles variables ( $1 \mu\text{m}$  et moins). Certains grains initiaux sont transformés en blocs lamellaires avec une petite désorientation le long d'un bloc et de fortes désorientations entre blocs (Fig. II.13). Quand le taux de déformation augmente, la subdivision des grains en blocs de cellules se fait à une échelle de plus en plus fine [DRIVER, 1995]. La taille de blocs lamellaires diminue et la désorientation entre les blocs augmente.

Ce type de subdivision des grains se produit principalement par glissement et mène à la formation de blocs de cellules créant à la fois de faibles et de fortes désorientations dans la microstructure, le maclage étant très peu actif. Ces structures sont de même types que celles décrites pour le nickel pur dans la partie bibliographique de ce chapitre [HUGHES et HANSEN, 1997]. La formation de structures lamellaires est souvent observée dans les

matériaux qui se déforment principalement par glissement [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].

### II.3.2.2.c. Bandes fortement déformées

Les zones de type C de la Fig. II.10 sont constituées de blocs plus petits (Fig. II.14) résultant d'une déformation plus intense par rapport aux blocs lamellaires dans la zone B. Ceci est cohérent avec la dispersion très large des orientations dans la zone de type C avec la qualité des clichés de Kikuchi qui y est très faible. Ces zones de type C apparaissent souvent sous la forme de bandes inclinées par rapport à DL. Les structures lamellaires ont tendance à s'incurver au voisinage de ces bandes. Elles ressemblent aux bandes de cisaillement observées par [BALL et GOTTSTEIN, 1993] dans du Ni<sub>3</sub>Al+B.

Il est à noter que les sous-structures dans les zones de type C, présentent toutes les orientations de la texture de laminage (Fig. II.14). La présence des bandes de cisaillement entraîne une grande dispersion des orientations et une forte densité de dislocations car les bandes de cisaillement perturbent fortement la matrice déformée dans laquelle elles se développent [ENGLER, 2001].

### II.3.3. Distribution des désorientations dans les microstructures déformées

Dans les premiers instants de la recristallisation, la germination aura lieu aux endroits ayant stocké le plus d'énergie au cours de la déformation. Lorsque la microstructure déformée est constituée de cellules, l'énergie stockée est liée à la taille des cellules mais également à leur désorientation. De plus, lorsque le germe est constitué, sa vitesse de croissance dépend de la nature de ses frontières, qui sont généralement plus mobiles si la désorientation est plus forte avec la matrice environnante.

L'analyse de la distribution des désorientations dans les microstructures déformées est donc extrêmement importante pour l'étude des mécanismes de recristallisation.

#### II.3.3.1. Variation de la proportion de fortes et de faibles désorientations

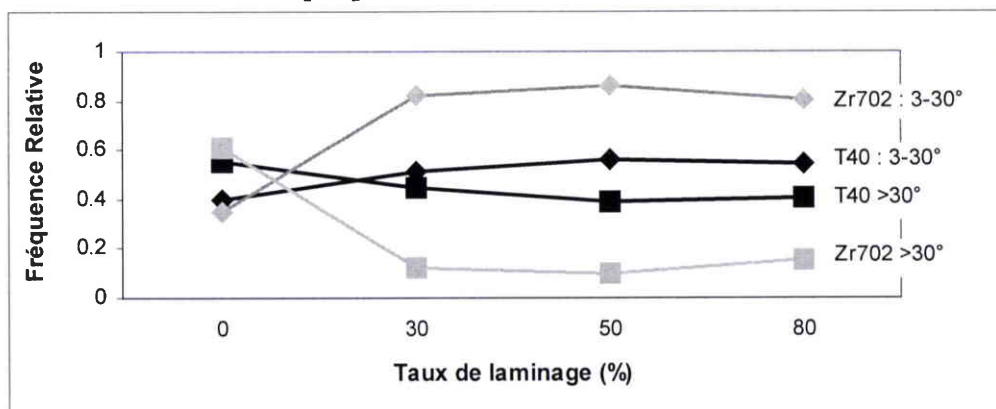


Fig. II.31. Evolution de la fréquence relative de désorientations supérieures ou inférieures à 30° au cours du laminage pour le T40 et le Zr702

La différence de mécanisme de déformation entre les alliages de titane et de zirconium étudiés a un effet significatif sur la quantité de fortes désorientations. La proportion de faibles (3-30°) et de fortes désorientations (supérieure à 30°) a été calculée à partir des cartographies EBSD pour le titane et pour le zirconium aux différents taux de laminage étudiés. Ces données sont présentées sur la Fig. II.31. Il est à noter que le résultat de ce genre d'analyse

dépend du pas de mesure, ici nous avons travaillé dans des conditions comparables pour les différentes cartographies. Ces données comportent également des incertitudes résultant de la baisse du taux d'indexation lorsque la déformation augmente. Ces données indiquent cependant des tendances intéressantes à considérer.

La Fig. II.31 montre que dans le T40 la quantité de fortes désorientations est du même ordre de grandeur que celle des faibles désorientations tout au long du laminage. En revanche dans le Zr702, la proportion des fortes désorientations est beaucoup plus faible, elle chute très rapidement, dès 30% de laminage, et reste à un niveau très bas jusqu'à 80%.

La diminution abrupte de la fraction de fortes désorientations du Zr702 au cours du laminage est caractéristique d'un matériau qui se déforme par glissement. A 30% de laminage, la proportion des fortes désorientations diminue fortement car en fait c'est la quantité de faibles désorientations qui augmente fortement en raison de la déformation par glissement. Au-delà de 30% de laminage la quantité de fortes désorientations augmente légèrement pour deux raisons [JAZAERI et HUMPHREYS, 2004a]:

- (1) la formation de sous-structures de dislocations qui sont d'abord caractérisées par des faibles désorientations mais elles augmentent au fur et à mesure du laminage
- (2) l'augmentation de la surface des « *jointes de grains* » due au changement de forme des grains.

La rétention d'une importante quantité de fortes désorientations dans la microstructure du T40 est principalement due au maclage qui génère des fortes désorientations à faible taux de laminage. La quantité des fortes désorientations ne chute pas par la suite car les désorientations générées par le maclage dans les premières étapes de déformation ne disparaissent pas ensuite. Quand le maclage cesse de s'activer, il y a ensuite la subdivision des grains en blocs de cellules et aussi une formation rapide de sous-structures de dislocations de fortes désorientations.

### **II.3.3.2. Distribution géographique des fortes désorientations dans la microstructure**

Les endroits de la microstructure où se concentrent les fortes désorientations sont comme nous l'avons mentionné plus haut, des sites favorisés pour la germination au cours de la recristallisation.

La Fig. II. 32 illustre la variation de la distance moyenne (H) mesurée entre fortes désorientations (supérieure à 30°) à partir de 20 lignes parallèles à DN dans les cartographies d'EBSD. Pour les deux matériaux, la distance moyenne entre des fortes désorientations est du même ordre de grandeur que la TGM avant le laminage et diminue fortement quand le taux de laminage augmente.

Le T40 montre une diminution importante de la distance moyenne entre fortes désorientations entre l'état initial et l'état laminé à 30%. Cette diminution est surtout due au maclage qui est un des mécanismes important à faible taux de déformation dans le titane pur. Aux taux de laminage de 50% et de 80%, la distance moyenne continue à diminuer. Elle est inférieure à 1  $\mu\text{m}$  après 80% de laminage. Il est délicat d'en donner une valeur précise car le taux d'indexation dans les zones correspondantes est assez faible. Cette diminution de distance moyenne se traduit dans la microstructure du T40 laminé à 80%, par une distribution uniforme des fortes désorientations exceptée dans les grains qui ne maclent pas (Fig. II. 21.c).

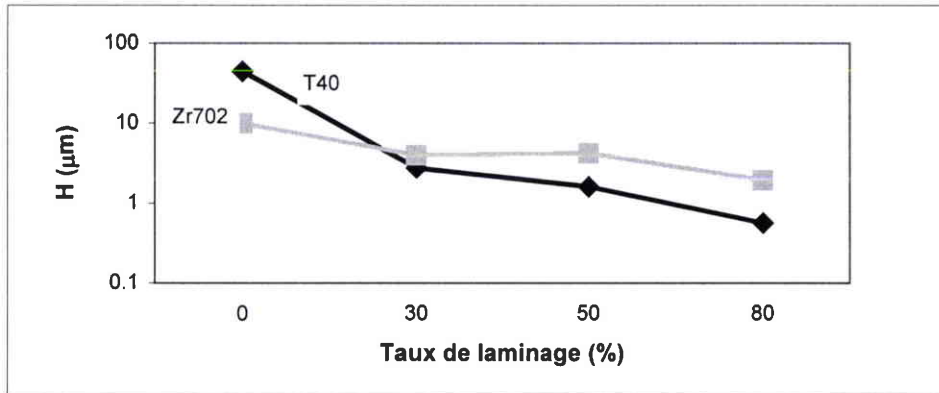


Fig. II.32. Evolution de la distance moyenne de forte désorientation (H) (supérieure à 30°) suivant DN au cours du laminage pour le T40 et le Zr702

Dans le Zr702, la distance moyenne entre fortes désorientations diminue plus régulièrement car il n'y a pas de maillage. Elle diminue dans les mêmes proportions que l'épaisseur de la tôle: de 10 μm à l'état initial à environ 2 μm après 80% de laminage. On peut en déduire que les fortes désorientations, qui forment des lignes sinueuses le long de DL, dans le zirconium laminé à 80%, correspondent majoritairement à d'anciens joints de grains. Deux grains initiaux adjacents très désorientés ne se déforment pas par les mêmes systèmes de glissements et par conséquent ne subissent pas la même quantité de déformation. Pour cela, l'interaction entre ces deux grains génère des dislocations dans les joints de grains pour accommoder cette différence de comportement [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. Les fortes désorientations se concentrent donc aux bords des anciens joints fortement désorientés.

## II.4. Conclusions

Les principaux enseignements que l'on peut tirer des résultats présentés dans ce chapitre et qui seront utiles pour la compréhension des mécanismes de recristallisation sont les suivants :

- Le titane et le zirconium qui sont des matériaux très proches du point de vue cristallographique et qui présentent des évolutions de texture assez similaires, développent des microstructures significativement différentes au cours du laminage.
- Les différences de mécanismes de déformation, en particulier au regard du maclage, permettent d'expliquer les différences de microstructure.
- Le titane subit un maclage assez intense dans les premiers stades de déformation. Sa microstructure finale est extrêmement subdivisée, avec des cellules sub-microniques très fortement désorientées. Il existe des zones correspondant à une partie d'un ancien grain qui ne maclent pas et elles se présentent dans la microstructure déformée comme des plages allongées suivant DL au sein desquelles on observe des sous-structures lamellaires assez larges. Ces zones sont caractérisées par une orientation avec l'axe  $\langle c \rangle$  assez fortement incliné vers DT et des plans  $\{10\cdot10\}$  perpendiculaires à DL. Le reste du matériau qui est finement subdivisé contient toutes les orientations de la texture de laminage. Dans cette partie du matériau les orientations coexistent à très fine échelle.
- Le zirconium maclé très peu lors du laminage à température ambiante. Sa microstructure est caractéristique d'une déformation par glissement, avec formation de sous-structures sous la forme de blocs lamellaires. La désorientation peut être assez forte entre lamelles mais elle est beaucoup plus faible le long des lamelles. La déformation est hétérogène, avec des grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de DN qui se déforment moins, et des plages incluant des structures lamellaires de tailles différentes en fonction de la déformation locale. Toutes les orientations de la texture de laminage sont présentes dans les structures lamellaires. La microstructure présente également des bandes fortement déformées inclinées par rapport à DL qui peuvent correspondre à des bandes de cisaillement ou à d'anciens joints de grains. Les fortes désorientations sont observées principalement le long de lignes sinueuses suivant DL.
- Dans les deux matériaux les microstructures déformées présentent des déformations locales très variables. Seuls les grains moins déformés se distinguent du point de vue de leur orientation. Les autres types de configurations locales (lamelles plus ou moins fines et bandes de cisaillement) sont caractérisés par la coexistence de toutes les orientations constituant les textures de déformation. Il est ainsi très difficile, voire impossible d'affecter un niveau d'énergie stockée aux différentes composantes de textures. Par exemple l'orientation majoritaire,  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le titane ou  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le zirconium est présente à la fois dans les zones de faible déformation et dans les zones fortement déformées. Les orientations caractérisant les grains particuliers, moins déformés dans le Zr ou non maclés dans le Ti, se retrouvent également dans les zones de forte déformation.



## III. RECRISTALLISATION

### Introduction

Après la déformation plastique, le métal est écroui. Cet état est caractérisé par une microstructure très perturbée. Le matériau est durci et fragilisé. Il est nécessaire de faire un recuit qui régénère les propriétés mécaniques et permet la mise en forme ultérieure. La montée en température permet de déclencher la *restauration* de la microstructure et la génération d'une nouvelle microstructure à partir de l'état restauré (par *recristallisation*).

Nous rappelons dans la première partie de ce chapitre, quelques éléments importants sur la théorie de la restauration et de la recristallisation afin de pouvoir expliquer nos résultats.

La mesure de texture par DRX nous a permis de suivre l'évolution de la texture globale au cours de la recristallisation mais c'est surtout la corrélation entre cette évolution de texture et celle de la microstructure qui permet d'en comprendre les mécanismes. Nous allons donc présenter les microstructures et les textures locales observées à différents stades de la recristallisation afin de pouvoir proposer des mécanismes de recristallisation cohérents avec l'ensemble de nos résultats.

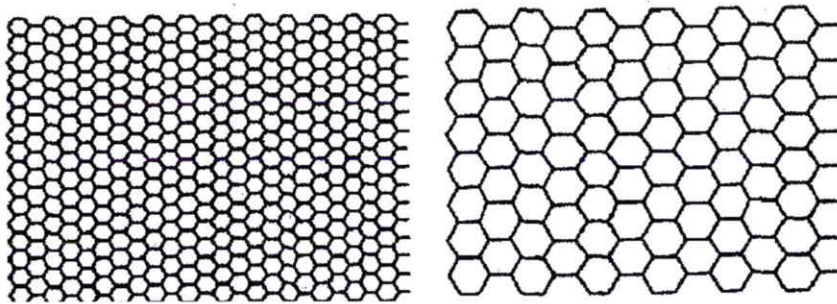
### III.1. Etude bibliographique sur l'évolution d'un matériau au cours de la recristallisation

#### III.1.1. Aspects microstructuraux

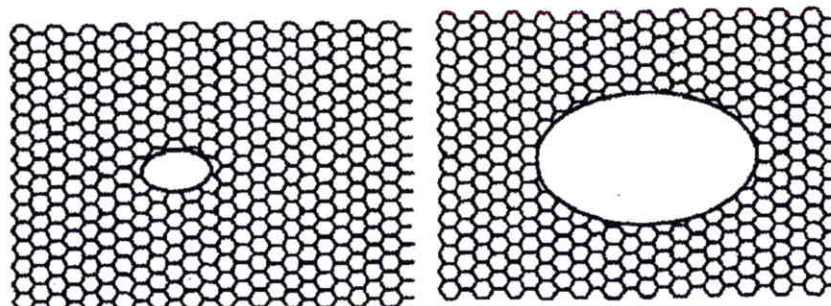
##### III.1.1.1. Restauration

La restauration aboutit à la régénération des propriétés mécaniques d'un métal écroui sans mouvement des joints de forte désorientation. Ce phénomène est caractérisé par le réarrangement des dislocations sous forme des parois de sous-grains ou par l'annihilation des dislocations. Mécaniquement, la restauration adoucit le matériau car elle élimine une partie des défauts induits pendant la déformation. L'effet de la restauration est plus significatif dans un matériau d'énergie de faute d'empilement élevée où la montée et l'annihilation de dislocations ne sont pas inhibées par la dissociation en dislocations partielles. La restauration ne donne pas d'effet significatif sur la texture du matériau car elle se fait sans mouvement de joints de forte désorientation. Il s'agit simplement de la diminution des défauts ponctuels et de la densité de dislocations, donc de l'énergie stockée.

La *restauration* est dite *statique* si elle se produit pendant le recuit du métal préalablement déformé à froid. La *restauration dynamique* peut se produire pendant la déformation «à froid» ou à chaud. La restauration est par nature un processus continu (notion définie sur la Fig. III.1). La restauration produit des sous-grains à partir de cellules ou des domaines limités par des parois de dislocations. La recristallisation par *restauration poussée*, ou *recristallisation in-situ* est un développement d'une colonie des sous-grains limités par des joints de petite désorientation qui finit en une microstructure constituée de grains équiaxes avec des joints de forte désorientation [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].



Phénomène continu : Croissance normale de sous-grains durant la recrystallisation primaire ou croissance normale de grains



Phénomène discontinu: Croissance anormale de grains ou croissance d'un germe de recrystallisation.

Fig.III.1. Illustrations des phénomènes continus ou discontinus de l'évolution d'une microstructure pendant le recuit [HUMPHREYS, 1997a].

### III.1.1.2. Recrystallisation discontinue

La Fig. III.1. schématise les concepts associés à la différenciation des phénomènes continus et discontinus. Il est à noter que la classification de recrystallisation continue ou discontinue dans un matériau de microstructure hétérogène ne concerne pas le mécanisme atomique de la recrystallisation mais se réfère à l'évolution de la microstructure à la fois dans l'espace et dans le temps. Pendant la recrystallisation, se produit dans un matériau déformé la régénération de la microstructure par la formation des nouveaux grains avec un taux de défauts bien inférieur. Ces grains grossissent et consomment la microstructure déformée jusqu'à que le matériau soit totalement recrystallisé. Au cours d'un tel processus de recrystallisation, la microstructure est hétérogène et peut être divisée en deux zones : la zone recrystallisée et la zone non recrystallisée. Ce processus de recrystallisation est dit *discontinu*. Nous présenterons ici deux modèles de la recrystallisation discontinue : la recrystallisation par la croissance non-homogène des sous-grains de [DILLAMORE et al., 1972], et par la migration de joints induite par la déformation (SIBM) de [BECK et SPERRY, 1950].

- DILLAMORE et al. [1972] ont proposé un modèle qui permet d'expliquer la germination dans une structure lamellaire sans tenir compte de la coalescence. Les Fig. III.2.a et b représentent schématiquement ce modèle. La structure initiale est schématisée en blocs de cellules lamellaires (Fig. III.2.a). A cause de l'instabilité thermodynamique de structure des joints triples, les joints ont tendance à se courber. En effet, l'équilibre des tensions interfaciales des 3 joints concourants impose leur courbure au voisinage du joint triple. La Fig. III.2.c montre l'évolution des sous-grains de la Fig. III.2.a sous l'effet des tensions interfaciales.

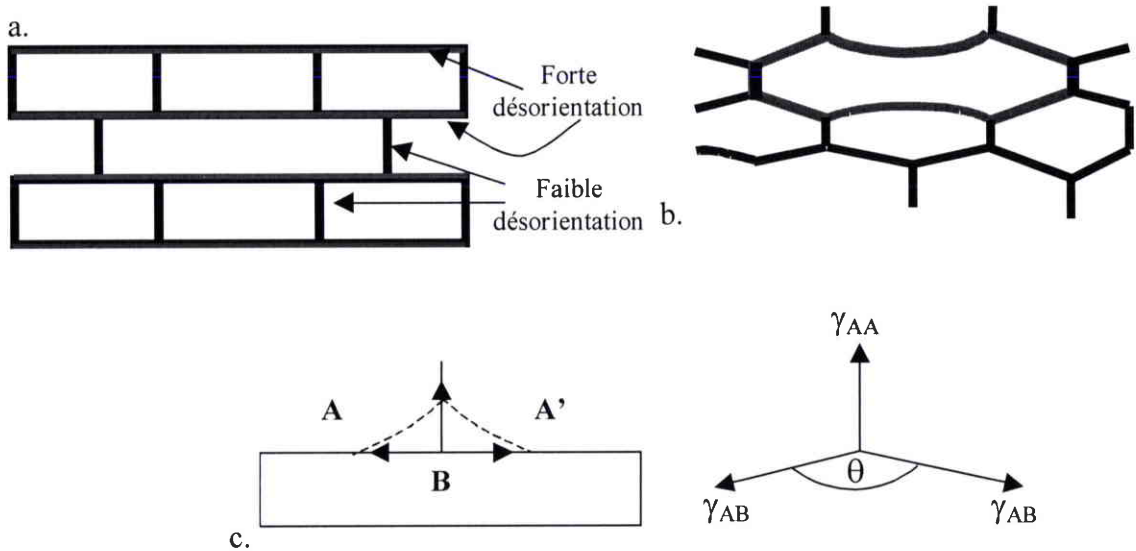


Fig. III.2. (a-b) Modèle du développement d'un grain équiaxe à partir d'une structure lamellaire [DILLAMORE et al., 1972] (c) Effet des tensions interfaciales sur le développement d'une cellule de dislocations.

On peut expliquer cette transformation d'une structure lamellaire à une structure équiaxe en mettant en jeu l'effet de l'énergie interfaciale au joint triple. Dans un matériau avec des joints de grains d'énergie égale, l'angle diédral  $\theta$  du joint AA sera égal à  $120^\circ$  car  $\gamma_{AA} = \gamma_{AB}$ . Seulement dans un matériau réel, les joints de grains n'ont pas la même énergie ce qui change cet angle diédral de  $120^\circ$ . L'équilibre vertical des tensions entre ces trois joints peut être décrit par :

$$\gamma_{AA} = 2 \cdot \gamma_{AB} \cdot \cos \frac{\theta}{2} \quad (1)$$

$$\theta = 2 \arccos \left( \frac{\gamma_{AA}}{2 \cdot \gamma_{AB}} \right) \quad (2)$$

A partir de ces équations (1) et (2), si  $\gamma_{AA} > \gamma_{AB}$ , alors  $\theta < 120^\circ$  et vice versa. Dans tous les cas, l'angle  $\theta$  ne peut pas être supérieur à  $180^\circ$  pour respecter l'équilibre des tensions interfaciales. Pour le cas d'une structure lamellaire, si on suppose que l'angle de désorientation entre A et A' soit plus faible que celui entre A et B, alors  $\gamma_{AA} < \gamma_{AB}$ , et  $180^\circ > \theta > 120^\circ$ . Les frontières entre les lamelles doivent donc se courber comme le montre la Fig. III.2.b. Ensuite, la migration d'un joint courbé se fait en direction de son centre de courbure. Le développement d'un sous-grain sera donc favorisé si celui-ci adopte une forme concave.

Dans le modèle de DILLAMORE et al. [1972], seuls les sous-grains les plus allongés, donc avec un avantage de taille, et possédant des joints de forte désorientation peuvent par conséquent croître. Le caractère discontinu de ce mécanisme provient du fait que seules quelques cellules présentent les propriétés requises.

- Pour un faible taux de déformation, peut avoir lieu un mécanisme de migration de joint induite par la déformation (SIBM - *Strain Induced Boundary Migration*) [BECK et SPERRY, 1950] [BATE et HUTCHINSON, 1997]. L'apparition d'un nouveau grain par SIBM correspond à la formation d'une courbure d'une partie d'un ancien joint de grain en laissant un cristal relativement propre de défaut derrière. La force motrice de ce mécanisme est la différence de densité de dislocations entre les deux grains séparés par le joint de grains (Fig. III.3). Une

densité de dislocations plus élevée peut se traduire par une taille de cellules de restauration plus petite le cas échéant. Ce mécanisme est particulièrement important après un faible taux de déformation.

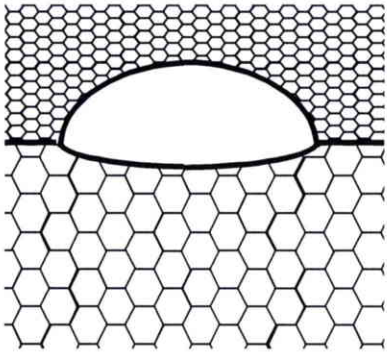


Fig. III.3. Modèle de recristallisation par SIBM dont l'origine réside dans la différence de densité de dislocations entre deux grains adjacents (symbolisée par des hexagones plus petits pour une densité plus élevée) [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].

### III.1.1.3. Recristallisation continue

Dans certaines conditions, un matériau fortement déformé peut être constitué de cellules fortement désorientées et évoluer vers des structures plus ou moins équiaxes relativement propres de défauts et possédant essentiellement des joints à grand angle. Dans ce cas, toutes les cellules présentent des propriétés similaires et la microstructure évolue de manière homogène et progressive. Le processus est continu, il n'existe pas de frontière entre la partie recristallisée et la partie encore déformée, ni dans l'espace, ni dans le temps.

JAZAERI et HUMPHREYS [2004b] ont proposé un mécanisme de recristallisation continue par le développement homogène de la microstructure. La microstructure est assez proche de celle du modèle de DILLAMORE et al. [1972] mais l'évolution de microstructure se fait de façon homogène sans avantage pour aucune cellule dans la microstructure lamellaire. Ce modèle est présenté sur la Fig. III.4. L'angle d'équilibre entre des joints dont la tension interfaciale est identique, est de  $120^\circ$ . Ce modèle considère que tous les joints sont fortement désorientés, la microstructure évolue donc vers une configuration hexagonale (modèle 2D) avec  $120^\circ$  entre les joints délimitant chaque grain. Pendant le recuit, les joints triples A et A' sont instables thermodynamiquement, ce qui fait que ces deux points se rejoignent pour créer deux autres points A1 et A2. A cause de la tension de joint entre les 3 joints liés à A1 et A2, ces deux points s'éloignent et favorisent la formation de grains hexagonaux.

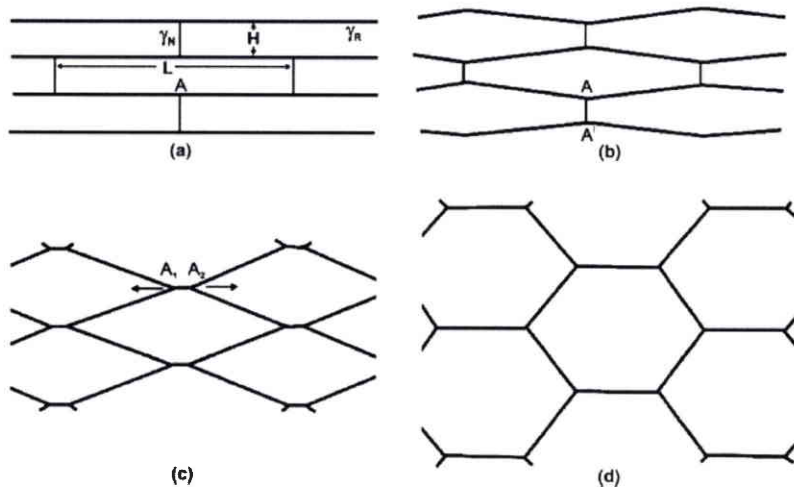


Fig. III.4. Modèle de croissance homogène de sous-grains à partir d'une structure lamellaire (a) qui évolue (b et c) à cause de l'instabilité dans les joints triples. Elle aboutit à une structure de grains équiaxes (d) [JAZAERI et HUMPHREYS, 2004b]

#### **III.1.1.4. Sites de germination**

Quelque soit le mécanisme de recristallisation, certaines conditions doivent être satisfaites pour que la recristallisation puisse être initiée:

- de petits domaines restaurés relativement propres de défauts qui peuvent constituer des germes
- d'une force motrice importante pour le développement des germes liée à la différence de densité de dislocations entre les germes et leur voisinage.
- d'un gradient d'orientation suffisamment large pour générer des joints de grains de forte désorientation.

Les nouveaux grains peuvent apparaître dans différents sites de la microstructure hétérogène, préférentiellement là où les dislocations s'accumulent pendant la déformation : aux abords des joints de grains, dans les bandes de transition, aux abords des bandes de cisaillement ou autour des précipités

##### **III.1.1.4.1. Joints de grains**

La germination de nouveaux grains près d'anciens joints de grains a déjà été observé pour des taux de déformation élevés [HUTCHINSON, 1989][SANDIM et al., 2003]. Les abords des joints de grains sont des sites préférentiels car les dislocations s'y accumulent pendant la déformation et donnent des désorientations locales importantes.

Il faut noter que dans une microstructure fortement déformée, il est très difficile de reconnaître un ancien joint de grains. On distingue cette région dite «les abords d'un ancien joint de grains» par la forte variation de désorientation entre deux zones d'orientation très différente.

Les anciens joints de grains sont les sites potentiels pour la germination car l'interaction entre deux grains qui se déforment différemment pendant le laminage provoque une forte perturbation aux joints de grains. Une forte densité de dislocations s'accumule aux abords du joint de grains pour accommoder la différence de déformation plastique entre les deux grains adjacents. Par conséquent, la région proche du joint est un site préférentiel pour la germination.

La germination aux joints de grains a été observée par [SANDIM et al., 2003] qui ont fait une étude de recristallisation sur un bicristal de Niobium laminé à 70% de réduction d'épaisseur. Dans cette expérience, ils ont observé que la germination commence aux abords d'anciens joints de grains. Le laminage sur ce bicristal entraîne également une différence d'énergie stockée dans les deux grains car leur comportement est différent vis à vis de la déformation suivant leur orientation. La recristallisation progresse plus vite dans le grain où l'énergie stockée est plus importante.

##### **III.1.1.4.2. Bandes de transition**

Les bandes de transition séparent deux zones d'orientation différente au sein d'un même grain. Elles sont caractérisées par une microstructure locale hétérogène et un gradient d'orientation. Ces conditions favorisent le développement de cellules de dislocations qui deviennent des nouveaux grains pendant la recristallisation. RIDHA et HUTCHINSON [1981, 1982] ont observé la germination dans ce type de site dans le cuivre polycristallin.

##### **III.1.1.4.3. Bandes de cisaillement**

Ces bandes se développent pour des taux de laminage importants et elles font un angle de  $\sim 35^\circ$  par rapport au plan de laminage. La région d'intersection entre ces bandes et la matrice sont les sites préférentiels pour la germination car elle contient une haute densité de dislocations et des

fortes désorientations locales. Une cellule de dislocations bien restaurée est capable de grossir très rapidement à l'intérieur d'une bande de cisaillement [ENGLER, 2001].

#### **III.1.1.4.4. Précipités**

Pendant la déformation, les précipités génèrent une zone de forte densité de dislocations et de fortes désorientations locales autour d'eux pour accommoder la différence de comportement plastique. Ces précipités sont un obstacle pour le mouvement des dislocations. Dans ces conditions, les cellules de dislocations peuvent se développer très vite pendant la recristallisation et devenir de nouveaux grains. Ce type de germination est appelé également «*PSN*» (*Particle Stimulated Nucleation*) et a été observé dans beaucoup d'alliages contenant des particules de diamètre important (supérieur à 1  $\mu\text{m}$ ) [JAZAERI et HUMPHREYS, 2004a].

### **III.1.2. Texture de recristallisation**

#### **III.1.2.1 Evolution de la texture pendant la recristallisation**

Dans le domaine de la recristallisation, la texture peut changer ou non selon les mécanismes de germination et de croissance des nouveaux grains.

##### **III.1.2.1.1. Recristallisation avec un changement de texture**

Il existe deux théories concernant le changement de texture pendant la recristallisation : *l'hypothèse de croissance orientée et celle de germination orientée.*

Les deux théories sont à l'origine de nombreuses discussions concernant les matériaux cubiques [DOHERTY et al., 1997]. Dans l'aluminium et le cuivre, la recherche actuelle tend à expliquer la formation des textures de recristallisation de type cube par la germination orientée [HUTCHINSON et NES, 1986] [DOHERTY et al., 1993]. La croissance orientée qui repose sur des relations d'orientations particulières (type CSL, macle de recuit, etc..) est assez discutable dans la mesure où la densité de dislocations reste souvent importante dans la matrice déformée. Ceci y génère des fluctuations d'orientation locales qui rompent la relation d'orientation avec le germe en croissance. Par contre, le concept d'«*orientation pinning*» de JUUL JENSEN [1995] a remis cette théorie en discussion pour étudier la formation des textures de recristallisation.

##### **- Modèle de germination orientée**

L'hypothèse est basée sur la germination préférentielle des orientations qui seront majoritaires à la fin de recristallisation. Ce modèle a été proposé initialement par BURGERS et LOUWERSE [1931] qui ont travaillé sur le monocristal d'aluminium compressé. Cette théorie a été utilisée pour expliquer la formation de la texture de recristallisation appelée la texture cube pour l'aluminium [DOHERTY et al., 1998] et dans le cas de l'acier pour le matériau CC [MIROUX et al., 1998].

Un autre mécanisme qui peut être classifié dans la germination orientée est la recristallisation par *la migration de joint induite par la déformation (SIBM)*, qui a déjà été évoqué dans le paragraphe III.1.1.2. La caractéristique de SIBM est que le nouveau grain possède une orientation proche de celle de l'ancien grain à partir du quel il se développe. Pour cela, la texture est fortement liée à la texture de déformation après la recristallisation si ce mécanisme était le seul régnant dans le matériau pendant la recristallisation.

##### **- Modèle de croissance orientée**

Certains sous-grains grossissent plus vite car ils possèdent une relation d'orientation plus favorable avec le matériau déformé ou avec les autres sous-grains. Leur grossissement plus rapide

leur permet de dominer la texture de recristallisation à la fin du processus. Ce modèle a été proposé par BARRET [1940] et BECK [1953].

Dans les matériaux CFC, il est connu que les joints de grains avec une désorientation de 30°-40° autour de l'axe <111> sont très mobiles. ESCHER et al. [1998] ont étudié le développement de la texture de recristallisation dans du Ni<sub>3</sub>Al monocristallin et polycristallin après un laminage à froid. Ils ont observé que le développement des grains possédant l'orientation majoritaire de la texture de recristallisation est favorisé par la présence de joints ayant une désorientation de 35° autour de <111> et par celle des joints de macles de recuit.

Il existe deux concepts qui s'apparentent au modèle de croissance orientée : «*Orientation pinning*» et «*Compromise texture*». Dans les deux cas, on ne cherche plus à expliquer pourquoi les germes de certaines orientations se développent plus vite, mais au contraire on cherche à expliquer pourquoi la vitesse de croissance des germes des autres orientations est plus faible.

a. **Modèle d'«Orientation Pinning»**

Le concept d'«*Orientation Pinning*» a été proposé par JUUL JENSEN [1995]. L'idée est que les grains recristallisés qui se développent dans un matériau très déformé sont fortement ralentis s'ils rencontrent des régions d'orientation voisine de la leur. Ceci est fortement probable pour les germes appartenant à la composante majoritaire de la texture de déformation. Ce processus est d'autant plus marqué et efficace que l'acuité de la texture de déformation est importante.

b. **Modèle de «Compromise Texture»**

L'idée de «*compromise texture*» a été proposée par BECK [1953]. Cette théorie repose sur deux effets antagonistes. On suppose que la germination n'est pas orientée. La texture des germes reproduit donc la texture de déformation. Le nombre de germes pour l'orientation majoritaire est plus grand, cette orientation resterait donc majoritaire si tous les germes avaient la même vitesse de croissance. Cependant, ces germes ont une probabilité plus grande d'être freinés par «*orientation pinning*».

Inversement, on peut imaginer que les germes appartenant à une composante minoritaire est fortement désorientée avec le reste de la texture de déformation pourront se développer sans «*orientation pinning*». Toutefois, ils ne domineront pas la texture de recristallisation s'ils ne sont pas suffisamment nombreux au départ. Le compromis (d'où «*Compromise texture*») réside en une densité de germes suffisamment élevée, mais pas trop pour ne pas subir d'«*orientation pinning*».

SZTWIERTNIA et HAESSNER [1995] ont développé et ont utilisé ce modèle pour expliquer le mécanisme de recristallisation dans du cuivre déformé à 95% de laminage.

### III.1.2.1.2. Recristallisation sans changement de texture

Dans certains cas, la recristallisation ne s'accompagne pas d'un changement de texture. Plusieurs mécanismes peuvent en être responsables :

- La **recristallisation in-situ** a été introduite par [CRUSSARD, 1944] dans son étude sur la recristallisation de l'aluminium pour désigner la très nette chute de la limite d'élasticité avec le maintien de la texture de déformation au cours d'un recuit. A partir de là, ce terme est souvent utilisé pour interpréter la rétention de la texture de déformation. La recristallisation in-situ est un processus continu et a été définie par [HUMPHREYS, 1997a] comme un développement homogène des sous-grains limités par des faibles désorientations qui génère ensuite par

croissance ou par coalescence, une microstructure constituée de grains équiaxes et de joints de grains à grand angle.

- La **recristallisation symétrique** a été introduite par [LUCKE et RIXEN, 1970]. Deux composantes de texture peuvent se développer au détriment l'une de l'autre. Si les deux processus sont équilibrés, il n'en résulte pas de changement de texture. Ce mécanisme est assez probable dans le cas de deux composantes en relation de symétrie l'une de l'autre par rapport à la symétrie d'échantillon. En effet, les deux composantes doivent avoir un niveau d'énergie stockée équivalent. En prenant l'exemple de la texture de laminage du titane pur, cette recristallisation symétrique se traduit par les cellules de la composante majoritaire de la texture de laminage  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  qui sont consommées par les cellules de l'autre composante  $\{\varphi_1=180^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  et inversement. Les deux composantes de texture forment la texture de laminage du T40 fortement laminé. La recristallisation symétrique dans une microstructure caractérisée par plusieurs sous-composantes de texture de déformation a été étudiée par [SZTWIERTNIA, 2002] dans de l'aluminium.
- La **recristallisation continue** évoquée dans le paragraphe III.1.1.3 peut aussi résulter à une texture proche de la texture de déformation

### III.1.2.2. Formation de la texture de recristallisation dans le titane et dans le zirconium

Pour les matériaux hexagonaux, la texture de déformation est normalement retenue après la recristallisation [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. La texture de recristallisation du titane alpha monophasé et du zirconium alpha monophasé ont été l'objet d'étude de plusieurs auteurs [MCGEARY et LUSTMAN, 1953][HU et CLINE, 1968] [NAKA, 1978][INOUE et INAKAZU, 1988][INAGAKI, 1991][WAGNER et al., 2002] [CHAUBET et al., 2002]. La texture de recristallisation du titane et du zirconium alpha monophasé est effectivement proche de celle de laminage avec une composante dominante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le titane et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le zirconium.

#### III.1.2.2.1. Titane pur

Sur la formation de la texture de recristallisation du titane, la plupart des auteurs ont proposé l'hypothèse de la **recristallisation in-situ** [WAGNER et al., 2002] [HU et CLINE, 1968] ou par la **croissance de sous-grains** [NAKA, 1978] pour expliquer la rétention de la texture de laminage après la recristallisation.

Pour le titane, il y a une ambiguïté à expliquer le mécanisme exact de recristallisation qui est due aux difficultés d'observation pendant les premiers stades de recristallisation. NAKA [1978] a utilisé un microscope électronique à transmission à très haute tension (1 MV) pour étudier in-situ la germination du titane et malgré ceci, il n'a pas pu observer clairement la germination car la microstructure contenait une densité de dislocations trop importante. En plus de ce problème dû aux dislocations, l'hétérogénéité de déformation dans la microstructure déclenche simultanément les différents mécanismes de recristallisation au cours du recuit [WAGNER et al., 2002]. Il est donc difficile de tirer une conclusion sur le mécanisme de recristallisation du titane surtout pour le début du processus car la plupart des observations effectuées par ces auteurs ont été faites très localement par MET [HU et CLINE, 1968][NAKA, 1978][INOUE et INAKAZU, 1988][WAGNER et al., 2002].



### III.1.2.2. Zirconium pur

La texture de recristallisation d'un alliage de zirconium (Zircaloy-4) a été étudiée par CHAUBET et al. [2002] et par DEREK [1981]. Par rapport au Zr702, l'alliage Zircaloy-4 contient plus de précipités et ils peuvent influencer l'évolution de texture au cours du recuit. L'étude de DEREK [1981] a abouti à la conclusion que la texture de laminage est retenue pendant la recristallisation. Il pourrait y avoir une relation entre cette rétention de la texture de laminage avec la présence des précipités dans cet alliage. La croissance des germes de recristallisation pourrait être contrôlée par l'interaction entre les joints en mouvement et les précipités. Les germes se sont développés à partir des cellules de dislocation qui restaurent ou qui coalescent par la migration des joints de faible désorientation. L'orientation de tous les germes forme la texture de laminage et pendant le recuit et ils ont la même probabilité de croître. Du fait de l'interaction précoce entre les joints et les précipités lors de la croissance, la texture varie peu pendant la recristallisation.

## III.2. Résultats

Pour chacun des deux alliages étudiés, la cinétique de recristallisation a été évaluée à partir de mesures de microdureté. Les traitements de recristallisation ont été réalisés à 500°C (0.4  $T_f$  pour le titane et 0.36  $T_f$  pour le zirconium). Bien que cette température soit basse, elle nous apparut judicieuse de façon à pouvoir produire des échantillons véritablement limitée dans le domaine de la recristallisation. Les résultats présentés ici concernent l'évolution de la texture globale et l'examen détaillé de l'évolution de la microstructure et des orientations locales.

### III.2.1. Evolution de la texture et de la microstructure pendant la recristallisation du Zr702

#### III.2.1.1. Evolution de la dureté et de la fraction recristallisée pendant la recristallisation

A partir des résultats de mesure de microdureté, nous pouvons suivre la recristallisation du Zr702 laminé à 80%. Elle semble se terminer au bout d'environ 240 minutes de recuit à 500°C (Fig. III.5). La dureté du Zr702 varie de 235 à 190  $Hv_{0.3}$  entre l'état laminé à 80% et l'état recristallisé.

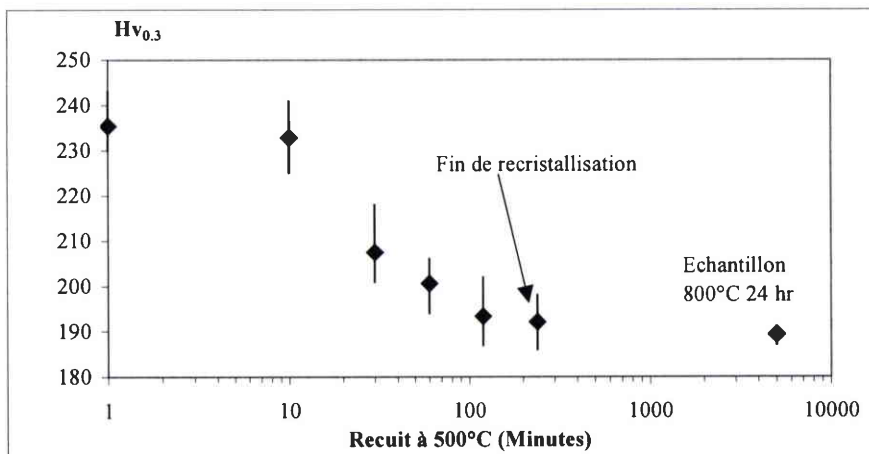


Fig. III.5. Evolution de la microdureté Vickers pour les échantillons traités à 500°C en fonction de la durée de recuit. La microdureté de l'échantillon dans la phase de croissance de grains est aussi donnée comme référence.

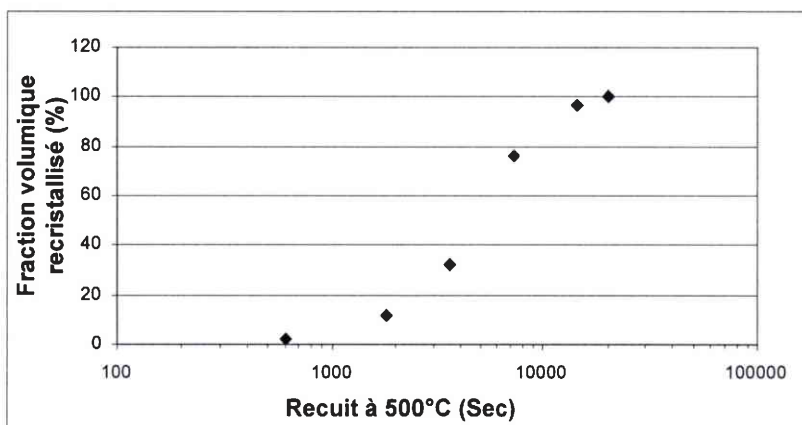


Fig. III.6. Evolution de la fraction volumique recrystallisée du Zr702 pendant le recuit à 500°C.

Fig. III.6 montre l'évolution de la fraction volumique recrystallisée pendant la recrystallisation du Zr702 à 500°C (mesurée sur les images de MEB FEGSEM). Le temps nécessaire pour recrystalliser 50% du Zr7020 laminé à 80% à 500°C est de 80 minutes. La recrystallisation se termine au bout de 360 minutes, ce qui est un peu plus long que ce que nous avons évalué à partir de l'évolution de la microdureté.

### III.2.1.2. Evolution de la texture globale

L'évolution de la texture du Zr702 en fonction du temps de recuit à 500°C est représentée sur la Fig. III.7. Après la recristallisation, la texture du Zr702 reste similaire à la texture de laminage car les composantes majoritaires de la texture de laminage sont retenues.

Pour le Zr702, le maximum de FDO à l'état déformé est situé à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  avec une densité de 11.2. Après la recristallisation, le maximum de FDO reste à la même position mais sa valeur diminue jusqu'à 6.9.

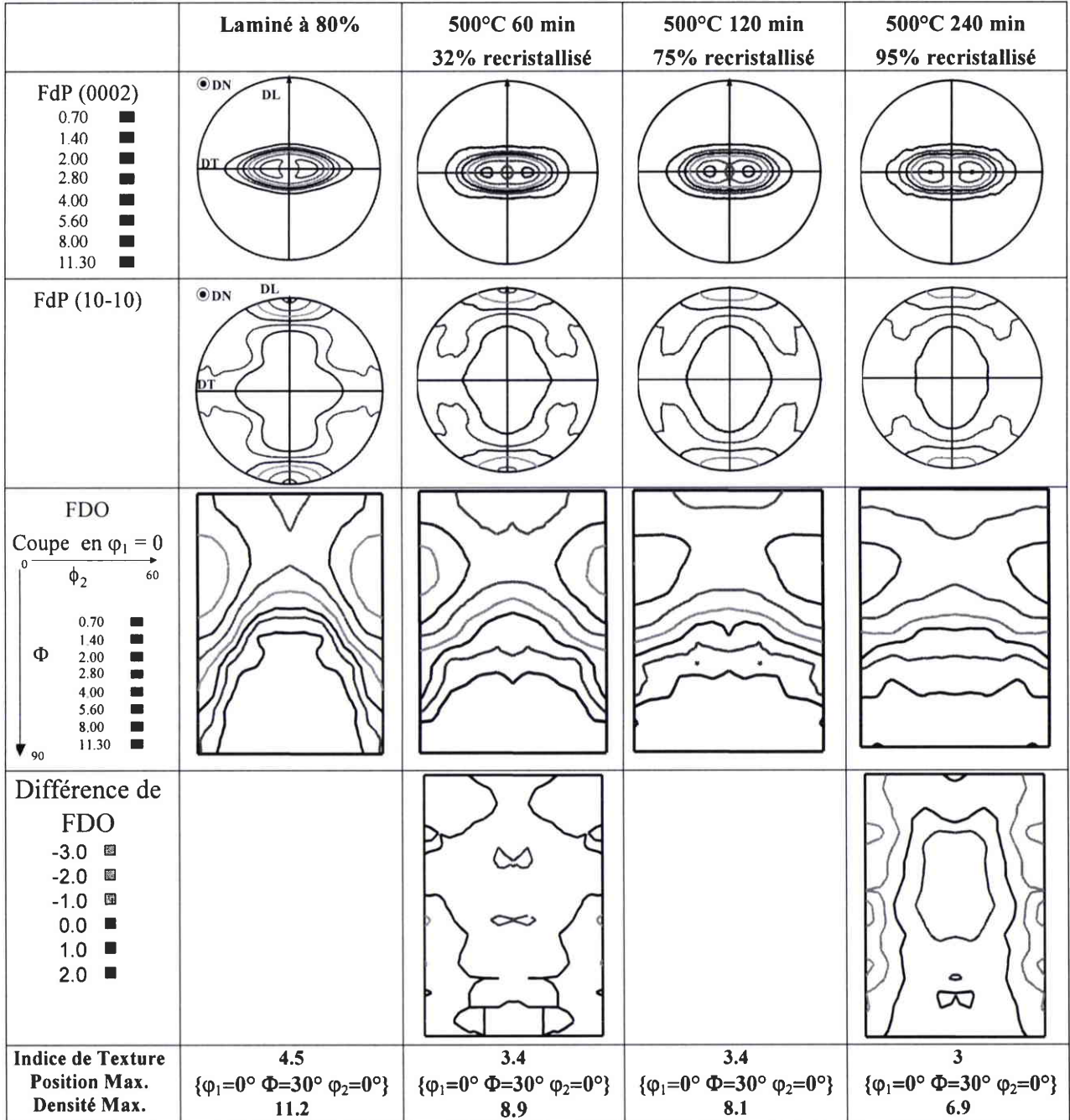


Fig. III.7. Evolution de la texture globale mesurée par DRX au cours de la recristallisation du Zr702. La texture change peu pendant la recristallisation. A la fin de recristallisation le maximum reste toujours à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La différence de FDO correspond à la comparaison quantitative entre l'état partiellement recristallisé considéré et celui de l'état déformé.

Le calcul de différence de texture entre l'état déformé et celui recuit à 500°C pendant 60 minutes montre qu'il y a peu de changement de texture. Les orientations qui se développent (la partie positive en rouge) correspondent à  $\{\varphi_1=0^\circ-5^\circ, 20^\circ<\phi<40^\circ, 15^\circ<\varphi_2<45^\circ\}$  (Fig. III.7). Ce calcul de différence de texture confirme que le changement de texture est très faible dans un état où 32% du matériau a déjà été recristallisé.

Le calcul de différence de texture entre l'état déformé et celui presque totalement recristallisé (recuit à 500°C pendant 240 minutes) montre que les orientations qui se développent sont situées dans la même zone de la FDO, formant un large pic centré à  $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ . Cette composante (qui deviendra majoritaire dans la texture de croissance de grains) se développe mais elle reste minoritaire dans la texture de recristallisation.

A partir des fonctions de différences de texture entre des états plus ou moins recristallisés et l'état de départ laminé à 80%, nous avons calculé les valeurs de la fraction volumique réorientée ( $V_{\text{dif}}$ ) et de l'indice de différence de texture ( $J_{\text{dif}}$ ) pour le Zr702 (Tableau III.1).

	Fraction Vol. recristallisée	$V_{\text{dif}}$ (%)	$J_{\text{dif}}$
Déformé à 80%	0%	0	0
Recuit à 60 min à 500°C	32%	8.2	0.20
Recuit à 120 min à 500°C	78%	15.8	0.27
Recuit à 240 min à 500°C	~100%	26	0.35

Tableau III.1. Valeurs de la fraction volumique réorientée ( $V_{\text{dif}}$ ) et de l'indice de différence de texture ( $J_{\text{dif}}$ ) pour le Zr702 à différents stades de recristallisation

L'évolution du volume réorienté montre que la recristallisation du Zr702 procède progressivement. Bien que le changement de texture apparaisse faible au regard de l'évolution de la FDO au cours de la recristallisation, ce qui se traduit par des faibles valeurs de ( $J_{\text{dif}}$ ), il concerne quand même 26% du volume en fin de recristallisation.

### III.2.1.3. Evolution de la microstructure

Nous allons maintenant examiner la microstructure et les orientations locales à différents stades de la recristallisation

#### III.2.1.3.1. Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes

Un traitement de courte durée (5 minutes) à 500°C permet d'observer les premiers stades de la recristallisation du Zr702. La microstructure du Zr702 à ce stade a été caractérisée par EBSD. La Fig. III.8 montre la microstructure observée dans le plan longitudinal d'un échantillon de Zr702 recuit pendant 5 minutes à 500°C. Cette microstructure est caractérisée par une forte hétérogénéité. On y distingue trois types de configurations locales:

- Zone de type A: zones allongées suivant DL qui correspondent aux grains moins déformés précédemment observés dans la microstructure laminée à 80%
- Zone de type B: zones lamellaires constituées d'arrangements linéaires de cellules sub-micrométriques. Ces zones lamellaires rappellent à celles observées dans la microstructure déformée mais sont mieux résolues, probablement grâce à la restauration.
- Zone de type C: nouveaux grains, alignés suivant des lignes sinueuses. Ces lignes sinueuses rappellent celles le long desquelles il existait de fortes désorientations à l'état laminé à 80%.

Il faut noter sur la cartographie EBSD de la Fig. III.8, que la taille des nouveaux grains peut atteindre 5  $\mu\text{m}$ , ce qui est beaucoup compte-tenu de la durée très courte de recuit (5 minutes). Le développement de ces premiers grains est donc très rapide.

Nous avons mesuré l'orientation de 391 nouveaux grains à partir de la cartographie d'orientation de la Fig. III.8 et ces orientations sont représentées sur la Fig. III.9. Les orientations des nouveaux grains sont très dispersées. Les axes  $\langle c \rangle$  sont distribués dans le plan DN-DT avec une concentration à environ  $30^\circ$  de DN. Les directions  $\langle 10\text{-}10 \rangle$  sont distribuées entre DL et DT avec une densité qui semble un peu plus importante au voisinage de DL. Ces orientations décrivent une texture similaire à la texture de laminage. A partir de ces résultats, il apparaît clairement qu'il n'y a pas de germination orientée dans le cas du Zr702.

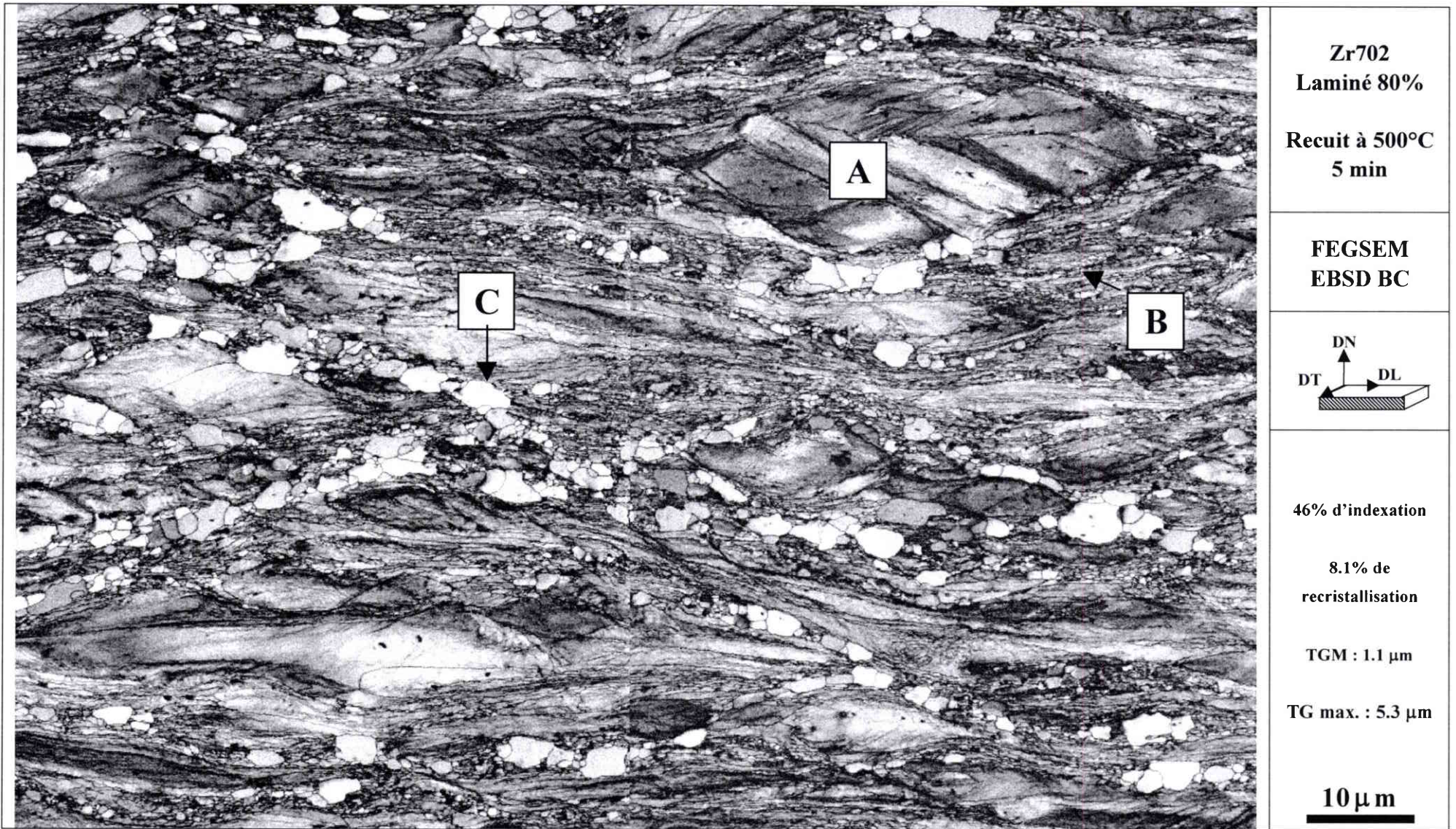


Fig. III.8. Microstructure du Zr702 recuit pendant 5 minutes à 500°C. Les nouveaux grains sont alignés suivant des lignes sinueuses qui pourraient correspondre aux zones de fortes désorientations observées dans l'état déformé (Fig. II.11.b)

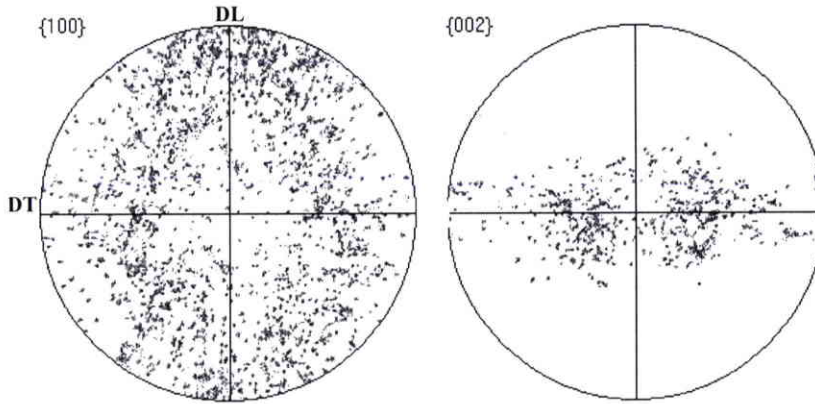


Fig. III.9. FDP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  montrant l'orientation de 391 nouveaux grains mesurée dans l'échantillon Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes (cartographie de la Fig. III.8)

Les désorientations ont été caractérisées dans la cartographie de la Fig. III.8. La Fig. III.10 montre trois distributions :

- La distribution des désorientations entre pixels voisins (en bleu) montre une distribution typique d'une microstructure déformée avec une importante fraction de faible désorientation.
- La distribution des désorientations entre pixels tirés au sort (en rouge) permet de voir l'effet de la texture, sans couplage géographique.
- La troisième distribution en noir, caractérise la désorientation des nouveaux grains avec leur voisinage (avec d'autres nouveaux grains adjacents ou avec la matrice adjacente).

Bien que le taux d'indexation soit limité (46%), on voit nettement que la distribution des désorientations des joints de nouveaux grains est intermédiaire entre les deux autres distributions. Les nouveaux grains possèdent à la fois des joints de faible désorientation (inférieure à 30°) et des joints de forte désorientation (supérieure à 30°), respectivement  $\sim 1/3$  et  $\sim 2/3$ . Les joints de faible désorientation sont supposés avoir une faible mobilité, ce qui peut ralentir la croissance des nouveaux grains (par «*orientation pinning*»).

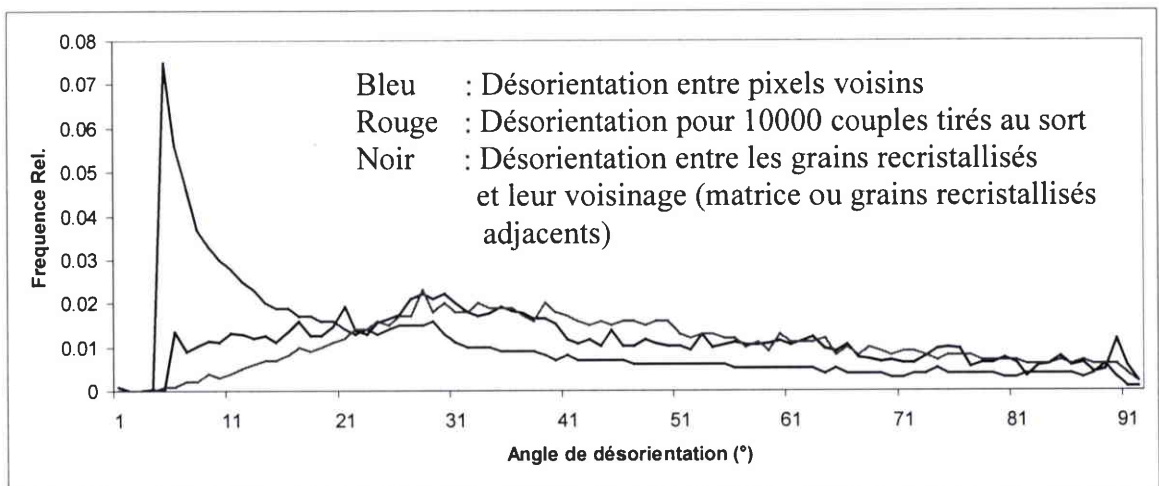


Fig. III.10. Distribution des désorientations établies à partir de la cartographie d'orientation de la Fig. III.8 (Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes).

Cette analyse des désorientations autour des nouveaux grains a été répétée pour deux sous-catégories : les grains orientés à moins de  $15^\circ$  de  $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$  et ceux orientés à moins de  $15^\circ$  de  $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ . Nous n'avons pas observé de différence significative entre les deux distributions. Il ne semble donc pas que l'un des deux types de grains soit plus sujet que l'autre à un ralentissement de croissance par «*orientation pinning*».

### III.2.1.3.2. Zr702 recuit à $500^\circ\text{C}$ pendant 30 minutes

La Fig. III.11 montre la microstructure de l'échantillon Zr702 recuit à  $500^\circ\text{C}$  pendant 30 minutes. Par rapport à la situation précédente, il y a plus de nouveaux grains qui apparaissent et simultanément la matrice déformée subit une restauration plus avancée.

Les nouveaux grains sont en effet plus nombreux, mais leur taille n'est pas tellement plus grande qu'au bout de 5 minutes de recuit. Ils forment toujours des lignes sinueuses suivant DL mais ces lignes sont souvent plus larges, constituées de plusieurs grains dans la largeur. La structure de la matrice peut être distinguée beaucoup plus nettement que précédemment, grâce à la restauration qui y a eu lieu.

Les zones de type A sur la Fig. III.8, correspondant à d'anciens grains mais déformés, existent toujours dans la microstructure, même s'il n'y en a pas de clairement reconnaissable dans la zone cartographiée sur la Fig. III.11. Les anciennes zones de type B, de structure lamellaire, ont partiellement été consommées par la recristallisation, mais il en subsiste encore.

Par exemple dans la zone marquée par des pointillés blancs, la microstructure est caractérisée par des blocs lamellaires. Cette zone peut correspondre à une partie d'un ancien grain déformé qui est restée entier car dans la cartographie en couleur de la Fig. III.11, tous les pixels dans cette zone ont des couleurs similaires. La désorientation est faible le long d'une lamelle (de l'ordre de  $5^\circ$  au maximum) mais entre les lamelles, la désorientation peut dépasser  $15^\circ$ .

La Fig. III.11.a montre les signes de différents mécanismes. Le rectangle 1 montre le développement d'un grain d'orientation différente dans la structure lamellaire décrite ci-dessus. Ce grain est probablement issu d'un germe formé au voisinage de l'ancien joint de grains, il consomme la structure lamellaire par migration d'un joint de forte désorientation (rouge, supérieure à  $30^\circ$ ).

Dans certains cas (rectangle 2), on observe clairement le blocage de la croissance d'un grain lorsqu'il rencontre une orientation proche de la sienne. L'interface indiquée par la double flèche correspond à une désorientation de  $16^\circ$ . La croissance du grain semble «contourner» la cellule faiblement désorientée.



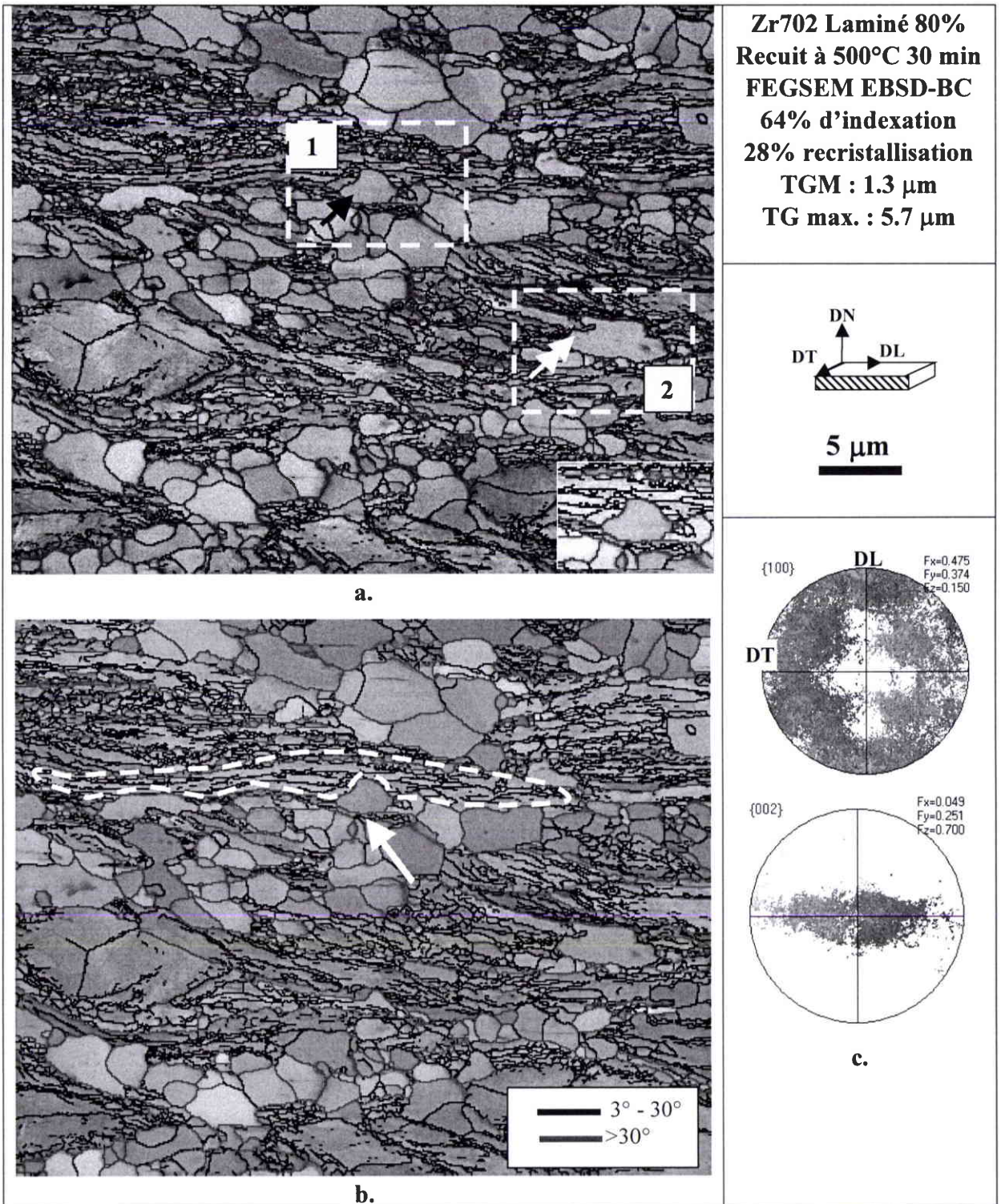


Fig. III.11. (a) Microstructure du Zr702 recuit à 500°C pendant 30 minutes. Les joints de grains sont tracés pour montrer que presque tous les nouveaux grains sont délimités par des joints de forte désorientation. (b) Cartographie d'orientation de la zone précédente (on y voit notamment le développement d'un grain par la croissance anormale d'un sous-grain à l'intérieur de la structure lamellaire en vert délimitée par les pointillés blancs) (c) FDP {100} et {0002} définissant le code de couleur utilisé en (b)

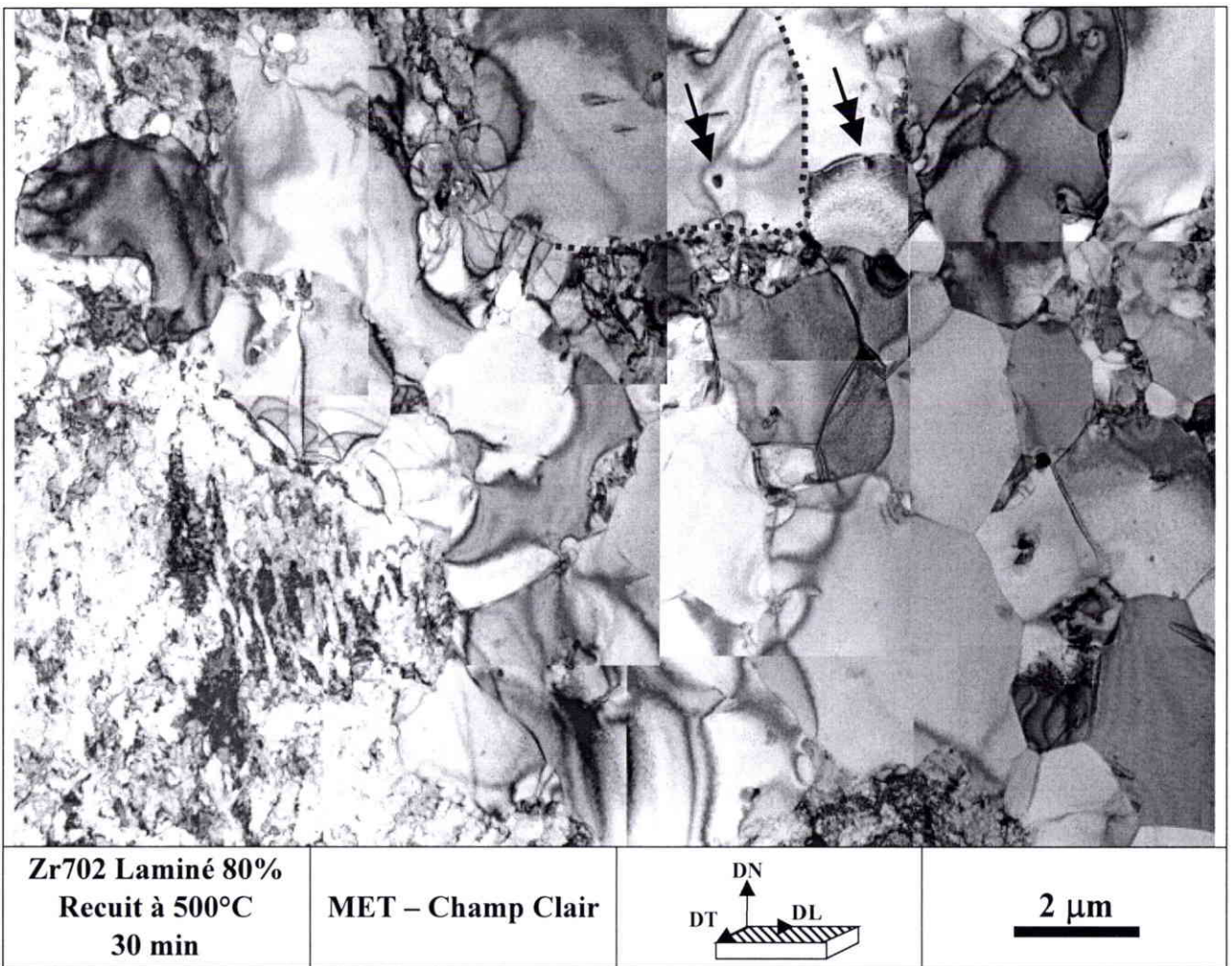


Fig. III.12. Microstructure du Zr702 recuit à 500°C pendant 30 minutes. Image de MET en champ clair montre des précipités au joint de grains et à l'intérieur d'un grain. Le grain est limité par un joint de forte désorientation (indiqué par la ligne en pointillé).

Des lames minces ont été prélevées dans cet échantillon recuit pendant 30 minutes à 500°C, afin de vérifier par MET si la présence de précipités intermétalliques dans le Zr702 influe sur les mécanismes de recristallisation. La Fig. III.12 montre une situation typique des observations réalisées. De ce cliché, on voit que le nombre de précipités est assez faible. La taille des précipités est de l'ordre de 0.1 μm, cette taille est trop faible pour générer la germination stimulée par des précipités (PSN).

Par contre, certains joints de grains sont susceptibles d'être ancrés par ces précipités. Des précipités sont effectivement observés au niveau des joints de grains et à l'intérieur des grains. Ceci tend à montrer que la migration des joints de grains nécessaire à la recristallisation ne semble pas être tellement gênée par la présence de ces précipités. Il faut toutefois mentionner qu'une autre hypothèse pourrait être avancée pour expliquer ces observations. Il n'est pas impossible que les précipités se fragmentent pendant la déformation et se reforment pendant le recuit de recristallisation. Les précipités observés à l'intérieur des grains seraient alors susceptibles d'être apparus après les grains. Cette hypothèse est malheureusement quasiment impossible à vérifier dans la mesure où il faudrait rechercher la présence ou plutôt l'absence de particules de 0.1 μm dans la microstructure complexe de l'état laminé.

### III.2.1.3.3. Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes

La Fig. III.13 montre la microstructure de l'échantillon Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes. Les observations sont globalement similaires à celles faites sur la cartographie III.11 après 30 minutes de recuit à 500°C, sauf que la recristallisation a progressé dans les plages lamellaires. Les nouveaux grains constituent maintenant de larges bandes qui entrent déjà dans la phase de croissance de grains, alors que d'autres zones ne sont encore que restaurées. Des nouveaux grains continuent d'apparaître, par divers mécanismes comme le suggèrent les rectangles 1 et 2 dans la Fig. III.13.

Un nouveau grain se développe à partir des sous-grains (rectangle 1). Le développement de ce grain pourrait être dû à la croissance anormale d'un sous-grain qui possède un avantage de taille et une frontière très mobile qui lui permet de grossir au détriment des autres sous-grains.

Dans le rectangle 2, on observe des sous-grains bien constitués dans une zone de structure lamellaire. Les sous-grains appartenant à une lamelle sont faiblement désorientés entre eux mais ceux (indiqués par des flèches simples) situés au bord et présentant une forte désorientation avec la lamelle adjacente, pourront devenir des grains en se développant latéralement. Ce type de croissance peut aboutir à la formation d'un paquet de grains alignés avec des faibles désorientations entre eux comme les grains indiqués par la double flèche dans le rectangle 2.

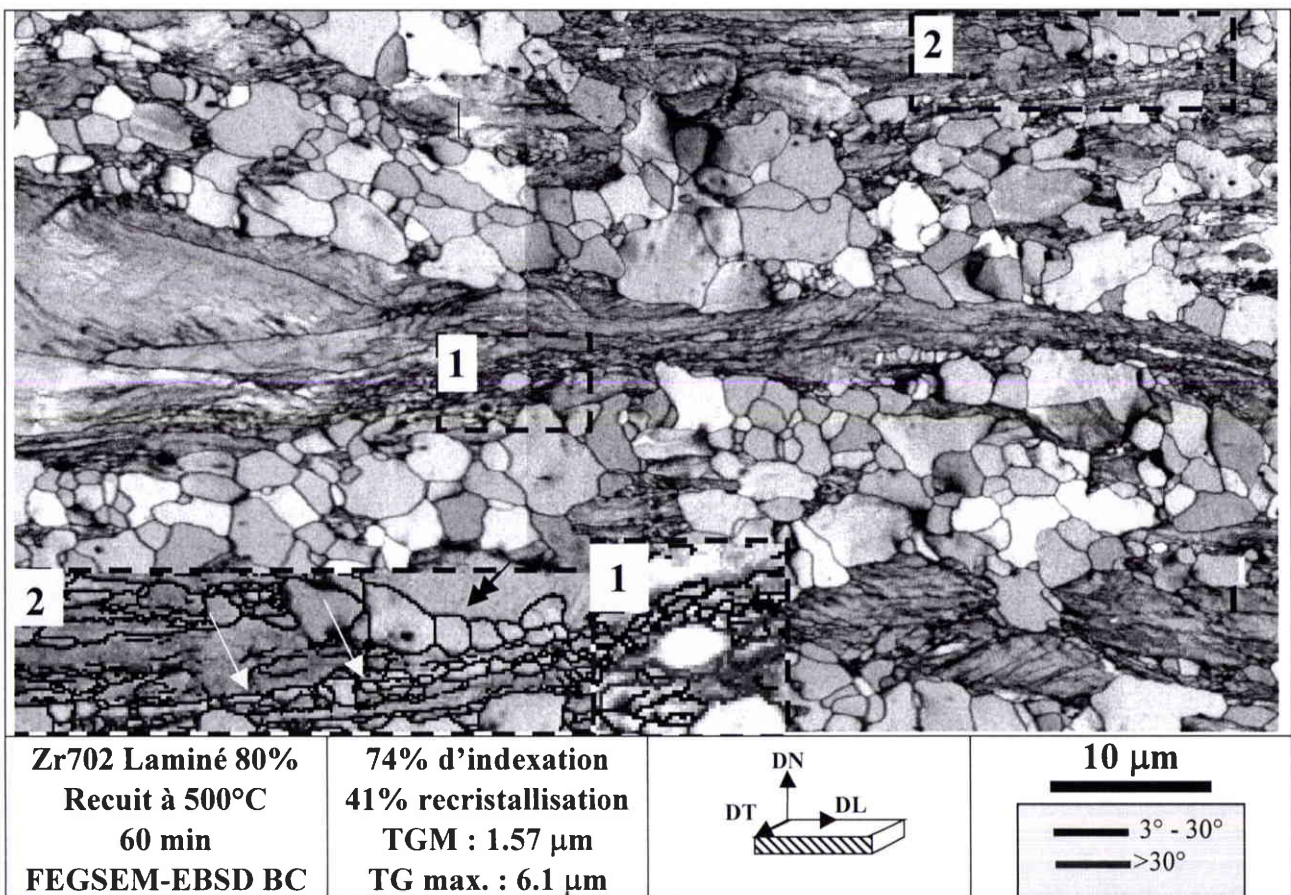


Fig. III.13. Cartographie EBSD en mode de contraste de bandes sur le plan DL-DN du Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes. La recristallisation du Zr702 à 500°C est marquée par un temps d'incubation assez long pour certaines zones qui sont encore en restauration

### III.2.1.3.4. Zr702 recuit à 500°C pendant 120 minutes

La Fig. III.14 montre la microstructure d'un échantillon de Zr702 recuit pendant 120 minutes à 500°C. A ce stade, 80% du matériau a recristallisé. Seules les zones correspondant aux grains moins déformés ne sont pas encore recristallisées. Ces zones non-recristallisées présentent une assez grande dispersion d'orientation mais globalement elles sont le plus souvent orientées avec leur axe  $\langle c \rangle$  proche de DN. La Fig. III.14 montre clairement une zone de ce type. Ces zones peuvent disparaître par plusieurs mécanismes indiqués par les rectangles en pointillés sur la Fig. III.14:

1. Le joint avec une zone restaurée adjacente se courbe pour pénétrer dans la zone non-recristallisée A. Cette situation évoque le mécanisme de SIBM sachant que les deux zones dans la fenêtre 1 sont non-recristallisées mais la zone B est plus en avance en restauration, elle contient donc moins de défauts que la zone A. La désorientation entre la zone A et B est de  $29^\circ$  autour de l'axe de désorientation [0001].
2. Un sous-grain faiblement désorienté s'est formé dans la zone non-recristallisée par restauration. Ce sous-grain est de taille comparable à celle des grains recristallisés. Il est tout à fait probable que ce sous-grain subsiste comme un nouveau grain à la fin de recristallisation.
3. La croissance d'un grain adjacent à l'intérieur dans la zone non-recristallisée.

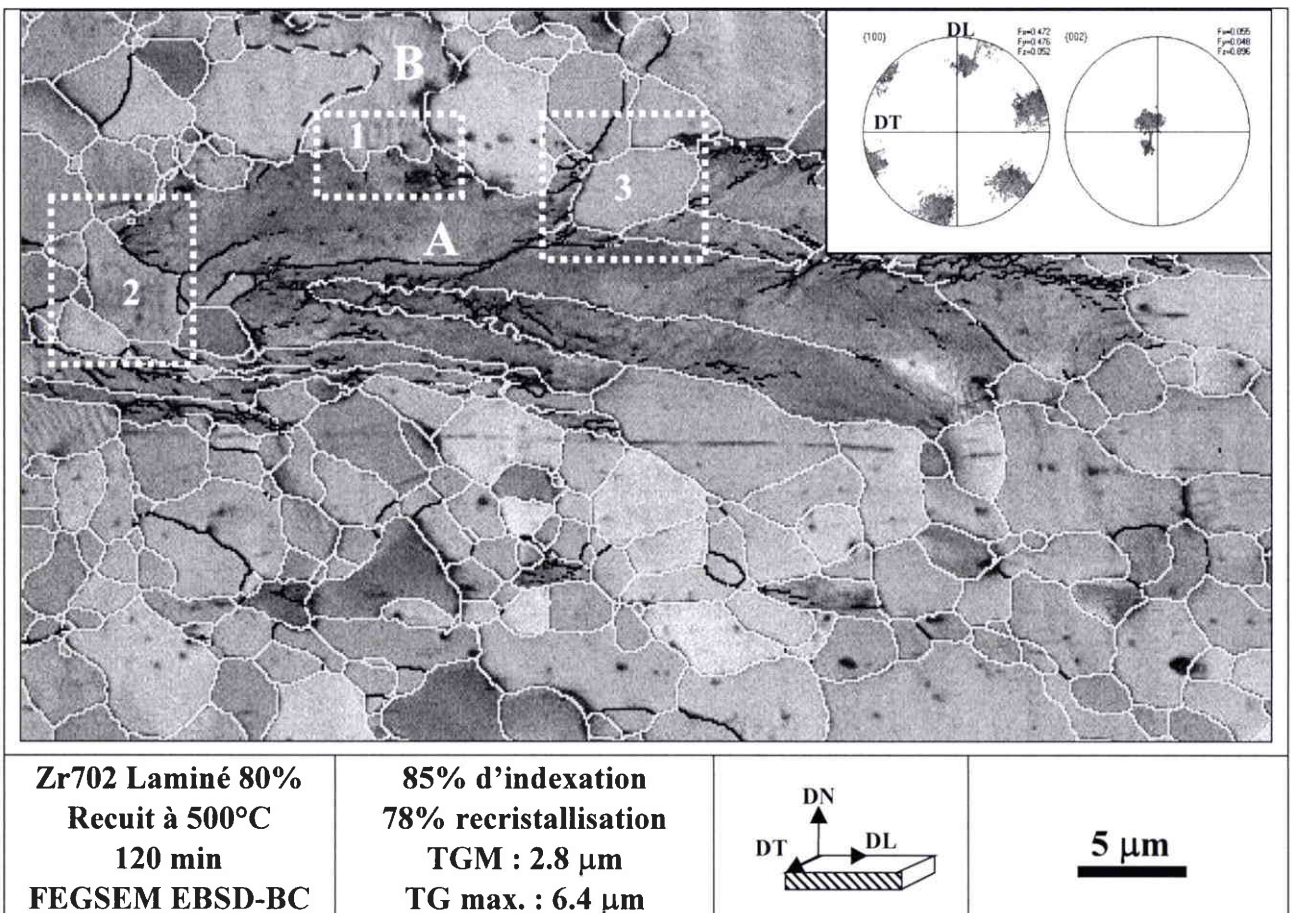


Fig. III.14. Microstructure du Zr702 recuit à 500°C pendant 120 minutes montrant un grain moins déformé en voie de disparition par plusieurs mécanismes. Traits bleus : désorientation de  $3^\circ$  à  $15^\circ$ , jaunes: désorientations de plus de  $15^\circ$ . Les FdP  $\{10\cdot10\}$  et  $\{0002\}$  donnent les orientations mesurées dans le grain moins déformé, avec son axe  $\langle c \rangle$  proche de DN.

### III.2.1.3.5. Fin de recristallisation dans le Zr702

Pour le Zr702, la recristallisation est presque terminée après un traitement thermique à 500°C pendant 240 minutes. Ceci est prouvé par notre mesure de dureté et aussi par le MEB. La Fig. III.15 montre une microstructure totalement recristallisée de l'échantillon Zr702 obtenu après un recuit à 580°C pendant 10 minutes. La TGM est de 3.1  $\mu\text{m}$ . Le traitement thermique à 580°C pendant 10 minutes est approximativement équivalent à celui à 500°C pendant 240 minutes. Le diamètre équivalent maximum des grains dans cette cartographie est de 11  $\mu\text{m}$ .

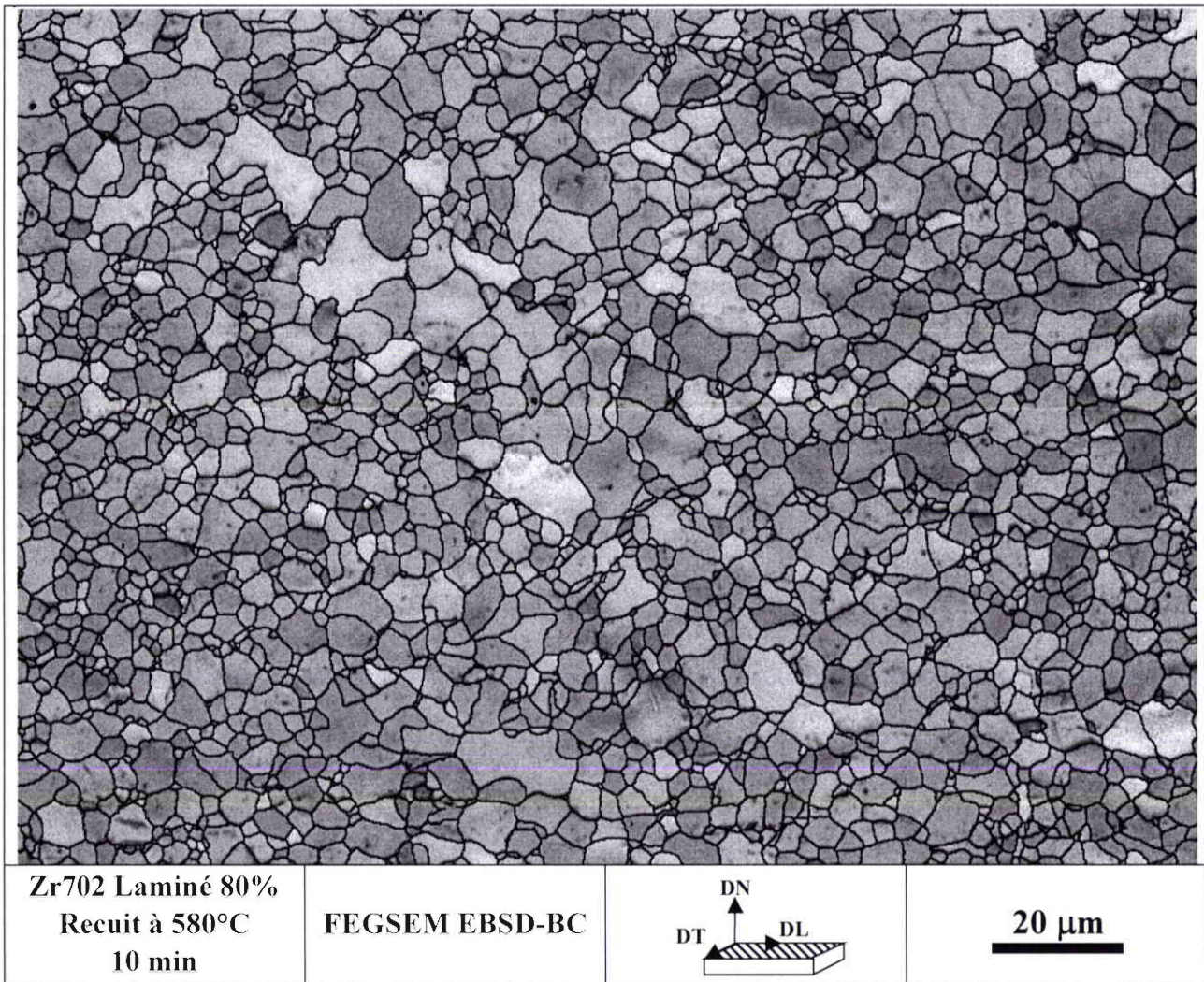


Fig. III.15. Microstructure après la recristallisation du Zr702 (recuit à 580°C pendant 10 minutes). (TGM : 3.1  $\mu\text{m}$ )

### III.2.2. Evolution de texture et de microstructure pendant la recristallisation du T40

#### III.2.2.1. Evolution de dureté pendant la recristallisation

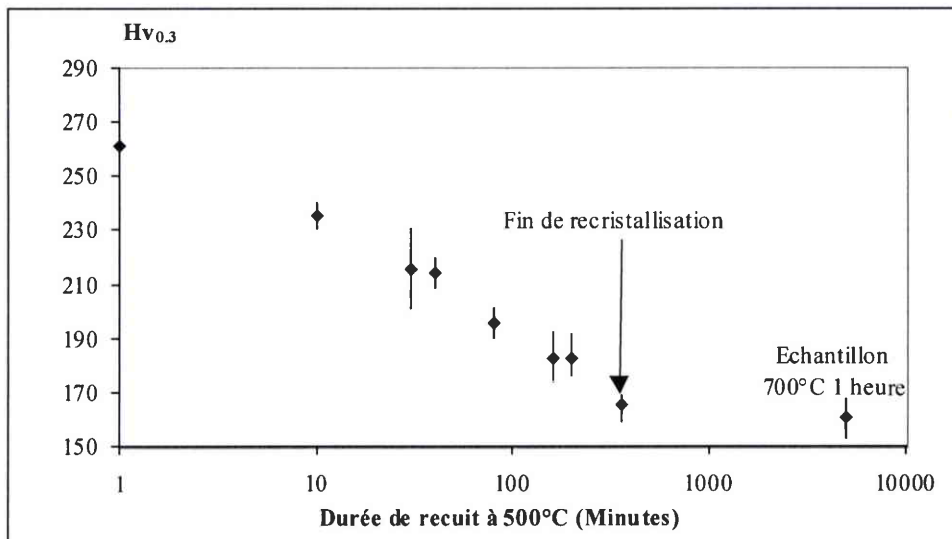


Fig. III.16. Evolution de microdureté Vickers pour le T40 recuit à 500°C en fonction de la durée de recuit. La microdureté de l'échantillon dans la phase de croissance de grains est aussi donnée comme référence. (Travaux de VAN LANDUYT)

La Fig. III.16 montre l'évolution de la microdureté au cours de la recristallisation. La microdureté varie de 261 à 165 Hv<sub>0.3</sub>. A partir de ce graphique, on peut estimer que la recristallisation du T40 se termine également aux environs de 360 minutes à 500°C.

#### III.2.2.2. Evolution de texture globale

La Fig. III.17 montre la section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO du T40 déformé et celles d'échantillons qui ont été recuits à 500°C pendant 40, 80 et 360 minutes. Sur ces figures, on voit que l'évolution de la texture pendant la recristallisation du titane est également très limitée. La valeur maximum de la FDO atteint 12.9 à  $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=40^\circ, \varphi_2=0^\circ\}$  pour l'état déformé. Après la recristallisation, le maximum est un peu moins élevé (8.4) mais reste au même endroit. La Fig. III.17 montre également la section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la différence de texture entre l'échantillon recuit pendant 40, 360 minutes à 500°C et l'état déformé. Les orientations qui se développent au cours de la recristallisation correspondent aux valeurs positives de la fonction de différence, représentées en rouge; ce sont les orientations aux alentours de  $\{\varphi_1=0^\circ, \Phi=30^\circ, \varphi_2=30^\circ\}$ . Elles se développent au détriment des autres orientations constituant la texture de laminage (valeurs négatives, vert).

	V <sub>dif</sub> (%)	J <sub>dif</sub>
Déformé à 80%	0	0
Recuit à 40 min à 500°C	19	0.28
Recuit à 210 min à 500°C	23	0.45
Recuit à 360 min à 500°C	22	0.4

Tableau III.2. Valeurs de la fraction volumique réorientée et de l'indice de différence de texture pour le T40 calculées à partir des fonctions de différence de texture.

La recristallisation du T40 est marquée par un changement d'orientation sensiblement plus important que ne semble l'indiquer le simple examen visuel de la FDO. En effet, au bout de 40

minutes de recuit à 500°C il y a déjà 19% de volume qui est réorienté alors qu'à la fin de recristallisation, seulement 22% du volume change son orientation.

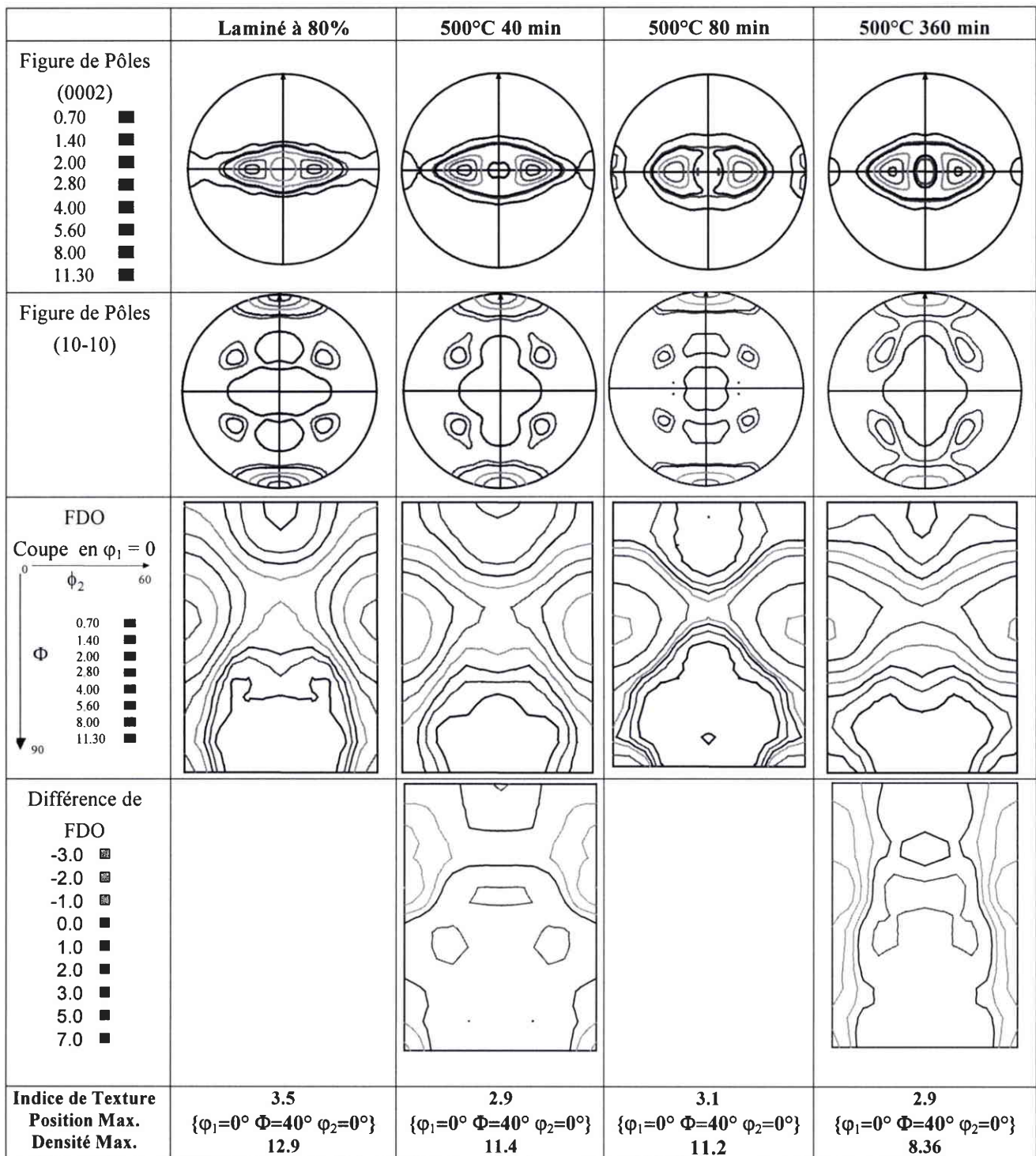


Fig. III.17. Evolution de texture pendant la recristallisation du T40 pour différents temps de recuit. La texture change assez peu pendant la recristallisation. A la fin de recristallisation le maximum reste à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La différence de FDO correspond à la comparaison quantitative entre l'état partiellement ou complètement recristallisé et celui laminé à 80%. [Travaux de O. VAN LANDUYT]

### III.2.2.3. Evolution de microstructure

#### III.2.2.3.1. T40 recuit à 500°C pendant 1 minute

Après 1 minute de recuit à 500°C (Fig. III.18), la microstructure est assez similaire à celle après un traitement thermique à 300°C pendant 1 heure (Fig. II.21.a). La microstructure est encore dans la phase de restauration et elle est composée par des grains non-maclés détectés dans la microstructure déformée (Zone A) et des domaines (Zone B) constitués de groupes de pixels clairs entourés par des pixels sombres. Compte-tenu de l'énergie de faute d'empilement élevée (~300 mJ/m<sup>2</sup>), on peut supposer que la restauration se fait assez facilement dans le titane. Ces groupes de pixels clairs peuvent donc correspondre à des sous-grains ou à des nouveaux grains de très petite taille. La résolution spatiale des cartographies EBSD ne permet pas de déterminer leur nature exacte. Nous avons donc fait des observations complémentaires par MET pour mieux analyser la microstructure à ce stade de recristallisation.

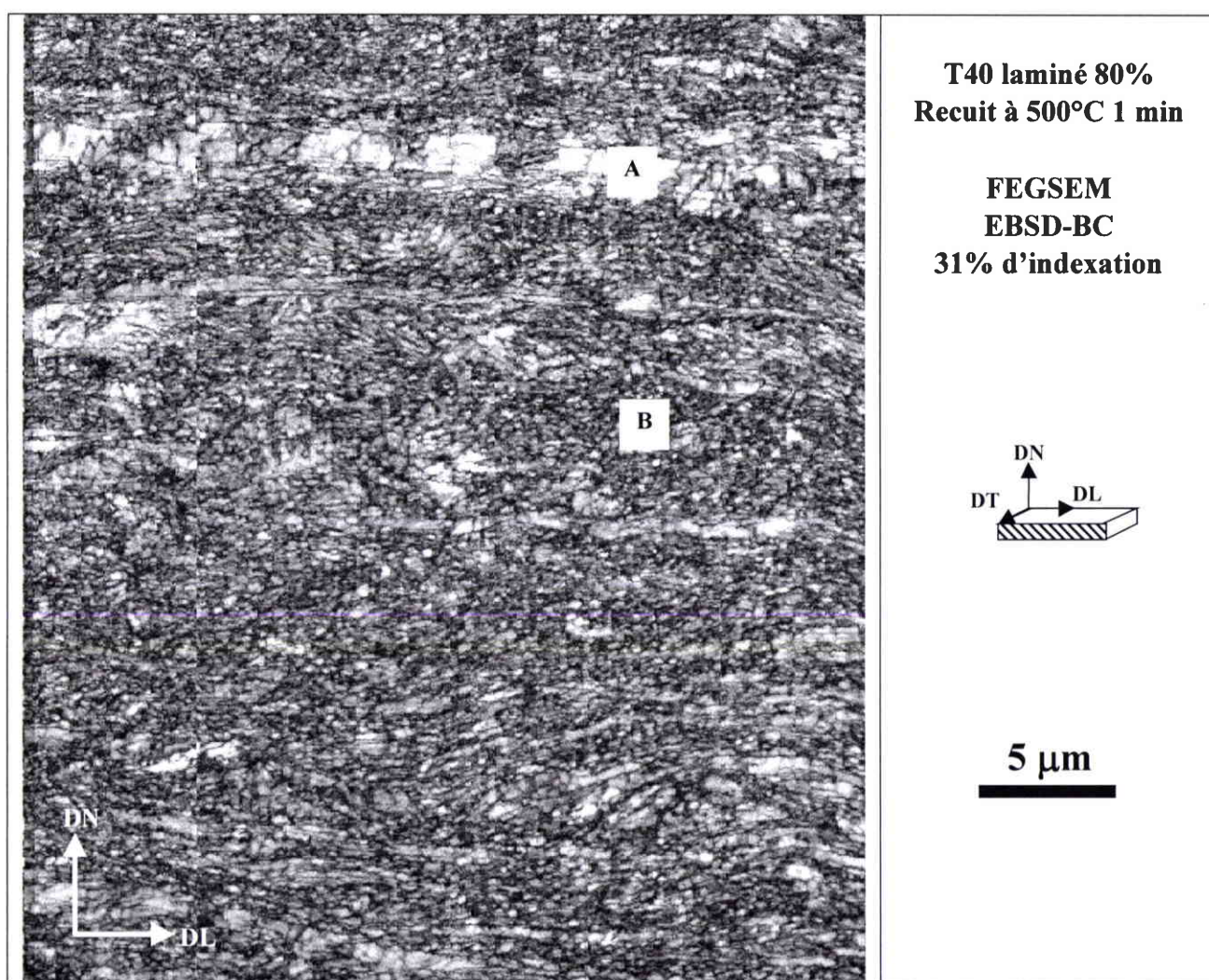


Fig. III.18. Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 1 minute. Elle contient des cellules ou des sous-grains restaurés qui sont caractérisés par des groupes de pixels clairs.



Des lames minces ont été prélevées dans le plan de laminage. Les observations par MET (Fig. III.19) ont montré que la microstructure dans les zones de type B sur la Fig. III.18 est constituée à la fois de sous-grains plus ou moins formés et de nouveaux grains. La taille de ces éléments microstructuraux est nettement inférieure au micromètre.

La Fig. III.19 montre des nouveaux grains isolés qui sont encore de taille très petite (environ 200 nm). Sur la Fig. III.19 a et b, les frontières de forte désorientation sont matérialisées par des lignes pointillées blanches. Les nouveaux grains sont apparus sur ces lignes et préférentiellement au niveau des joints triples. A l'intérieur des domaines délimités par ces lignes on distingue des sous-grains en formation dont les parois encore épaisses sont indiquées par des flèches simples.

La Fig. III.19.c-e montrent un nouveau grain de taille sensiblement plus importante (environ 600 nm). Quelques dislocations subsistent au sein de ce grain, mais la qualité des clichés de Kikuchi obtenus (Fig. III.19.d) montre que leur densité est très faible. Ce grain est fortement désorienté par rapport à la matrice environnante (Fig. III.19.e).

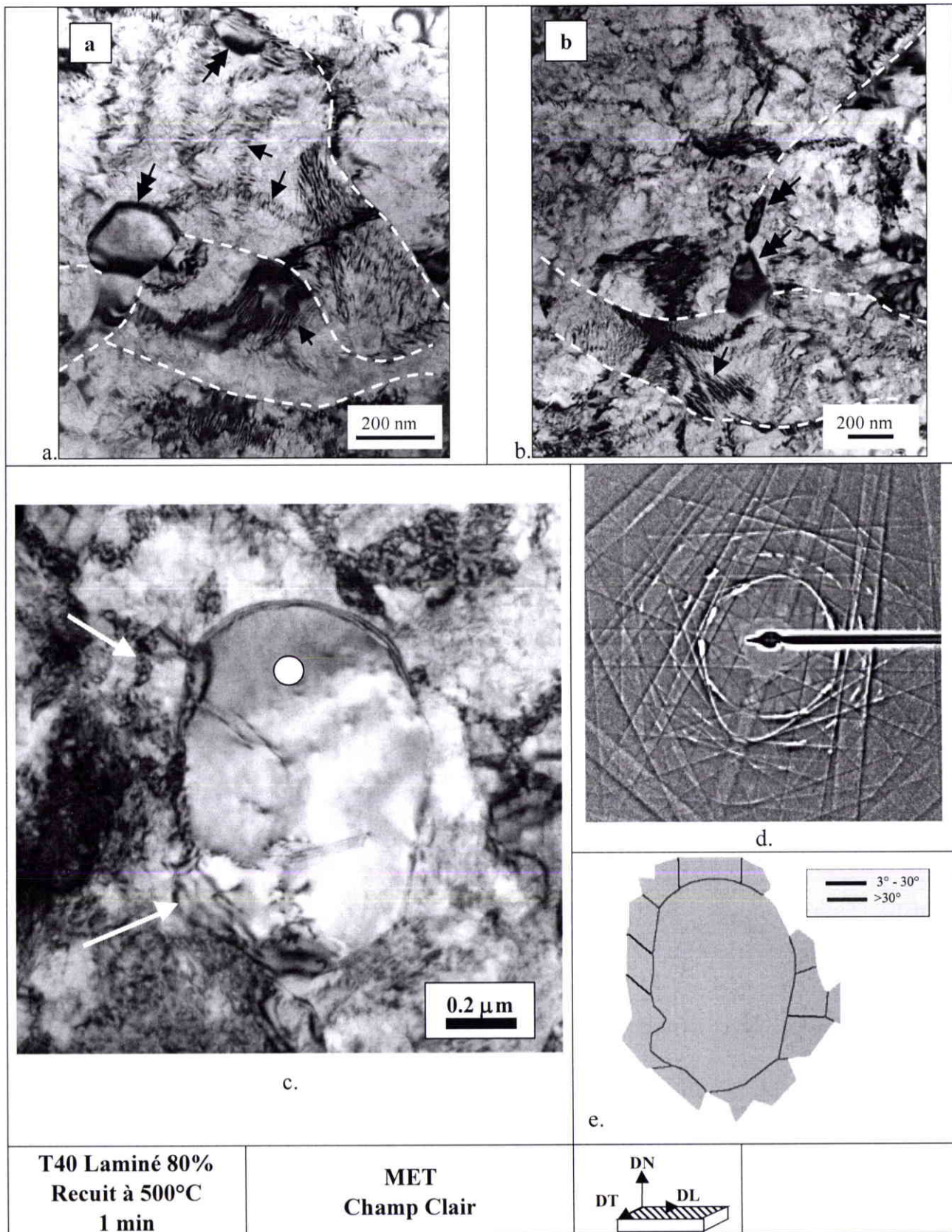


Fig. III.19. (a-b) Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 1 minute. Les doubles flèches montrent des nouveaux grains le long de joints de forte désorientation (traits pointillés blancs). [WAGNER et al., 2002] (c) Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 1 minute avec un sous-grain limité par des fortes désorientations (e). (d) Cliché du diagramme de Kikuchi montre un état cristallin presque parfait sur le point blanc dans le sous-grain.

Dans la même lame mince, il a été également observé un groupe de nouveaux grains (Fig. III.20). La taille de ces grains est là encore de quelques centaines de nanomètres. Ils sont majoritairement délimités par des joints de forte désorientation (Fig. III.20.b). Les fortes désorientations mesurées entre les nouveaux grains suggèrent que cet endroit était constitué dans la microstructure déformée de blocs de petite taille et fortement désorientés. La Fig. III.20 fait environ  $2.5 \mu\text{m}^2$ , elle comporte 3 types d'orientations (subsets 1 à 3 représentés sur la Fig. III.20.c avec une couleur différente). La zone non recristallisée du haut de la Fig. III.20.a est constituée de lamelles présentant de manière alternée les deux orientations avec l'axe  $\langle c \rangle$  basculé dans le plan (DN-DT), de part et d'autre de DN (Fig. III.20.c et d). Les frontières entre les deux types de lamelles sont fortement désorientées. A l'intérieur d'une lamelle, les désorientations sont en revanche assez limitées. La densité de dislocations n'y est pas extrêmement élevée. Il peut donc s'agir d'une zone initialement moins déformée ou d'une zone où la restauration a éliminé une partie des défauts issus de la déformation.

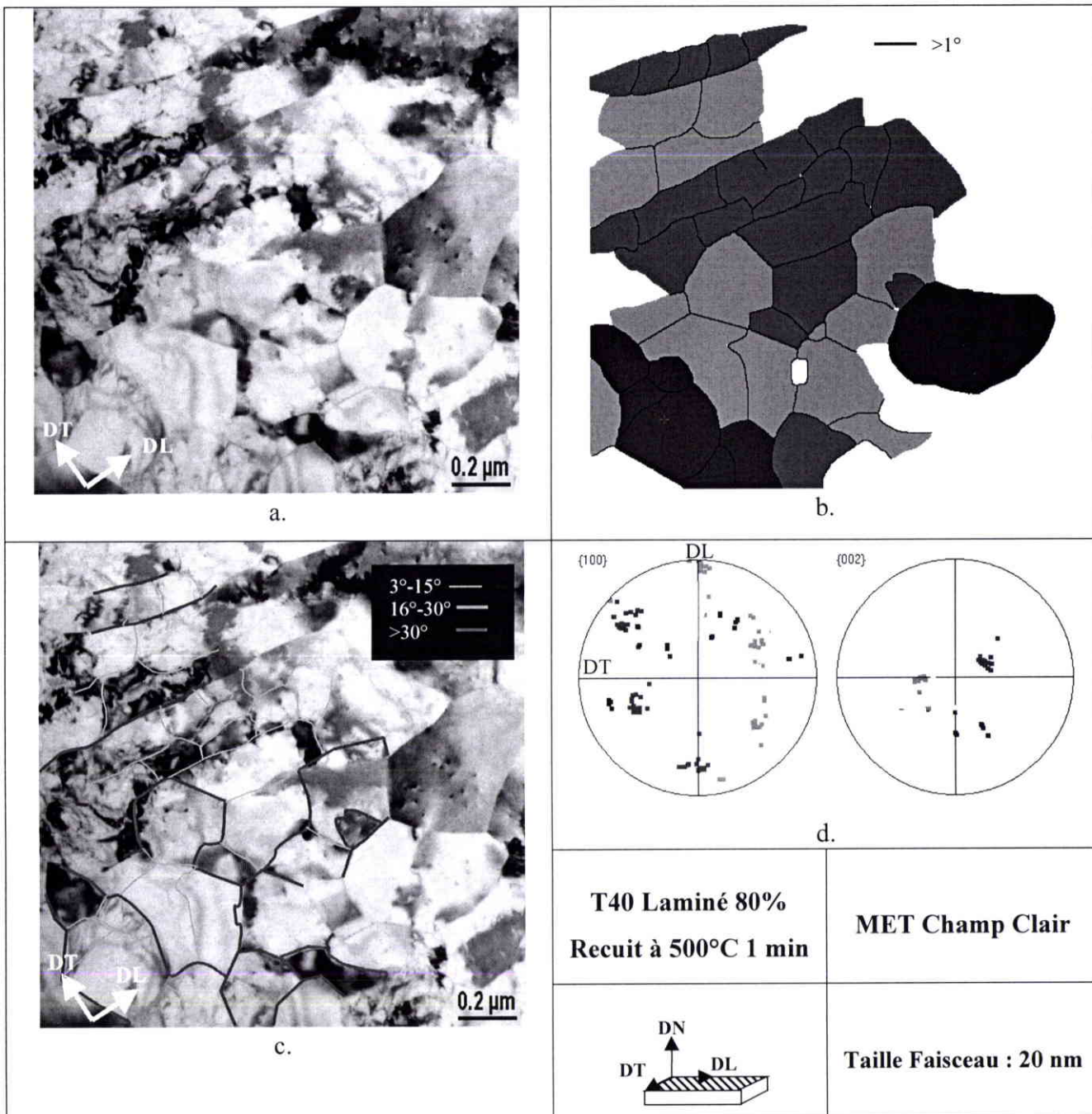


Fig. III.20.(a) Image MET en fond clair de la microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 1 minute constituée par des blocs de cellules lamellaires alignés suivant DL dans la partie supérieure de l'image et par des nouveaux grains dans la partie inférieure. (b) Chaque domaine est désigné arbitrairement et ils sont colorés suivant le code de couleur dans (d). (c) Désorientation entre les cellules/les grains. (d) la FDP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$

### III.2.2.3.2. T40 recuit à 500°C pendant 2 minutes

La Fig. III.21 et III.22 montrent la microstructure du T40 recuit pendant 2 minutes à 500°C. L'évolution par rapport au stade précédent (1 minute) est flagrante. Le nombre et la taille des nouveaux grains augmentent. Les nouveaux grains apparaissent partout dans le matériau sauf dans les grains non-maclés où il n'y a pas encore de signe de germination. La taille moyenne des nouveaux grains est de l'ordre de 0.8  $\mu\text{m}$ .

Nous avons déterminé les orientations des nouveaux grains qui sont tracées dans les FDP de la Fig. III.21.b. Les orientations des nouveaux grains sont dispersées mais incluses dans la texture de laminage. Le nombre de nouveaux grains dont l'orientation a été mesurée est de 382. Ce nombre n'est pas statistiquement suffisant mais au regard de cette dispersion on peut déjà supposer que le processus de germination n'est pas orienté.

La Fig. III.22 montre la microstructure du même échantillon que de la Fig. III.21 mais avec plus haute résolution pour mettre en évidence le rôle des bandes de cisaillement au cours de la recristallisation du titane. La cartographie est malheureusement un peu déformée en raison d'instabilités expérimentales dans les conditions opératoires, mais elle est néanmoins interprétable puisque l'on y distingue assez clairement les détails microstructuraux. La bande de cisaillement est indiquée par l'ellipse blanche et il n'y a pas d'indice que cette zone soit un site préférentiel pour la germination. La densité de nouveaux grains observés le long de cette bande n'est pas plus élevée que celle observée dans les zones qui étaient initialement subdivisées à très fine échelle.

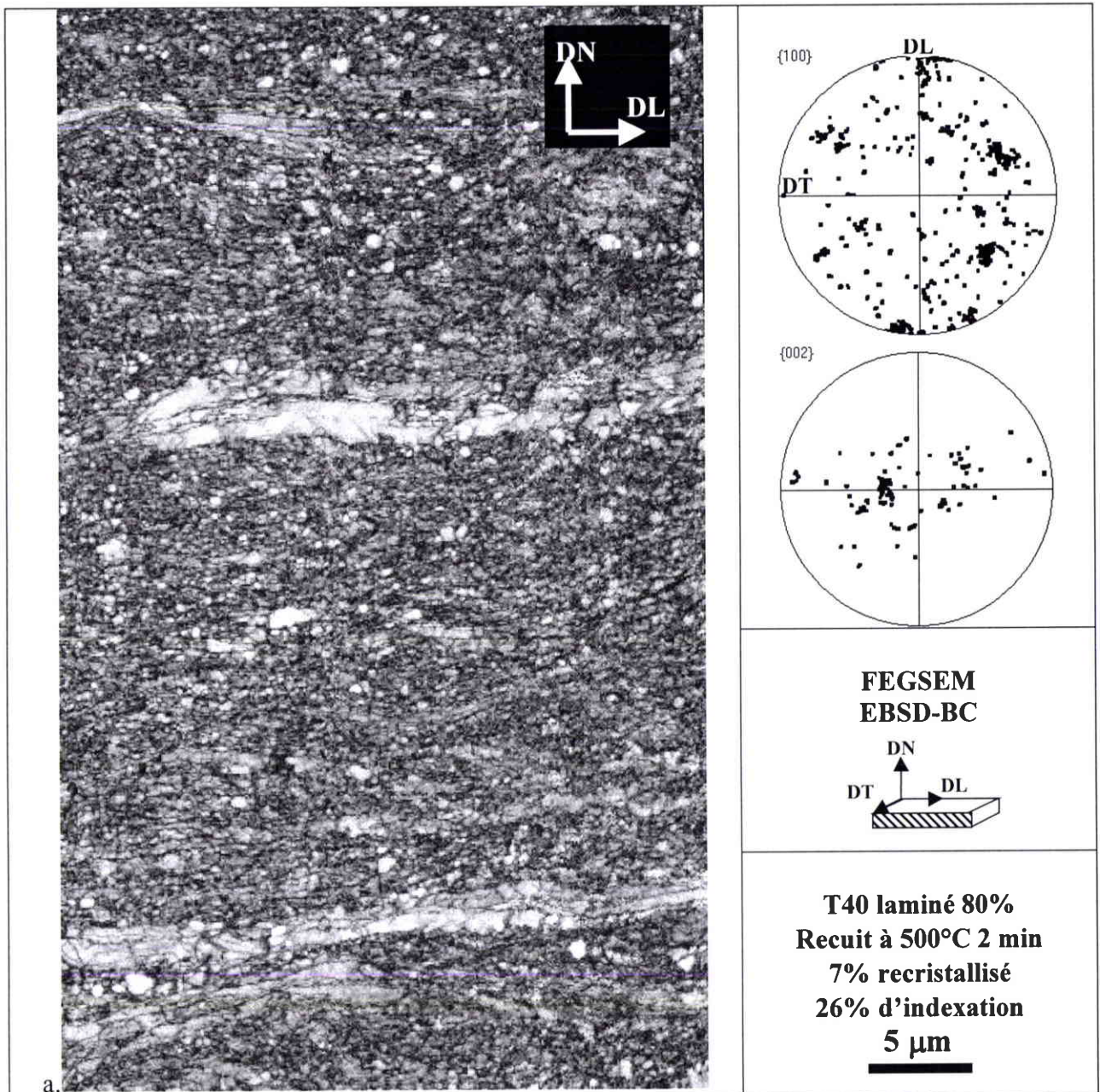
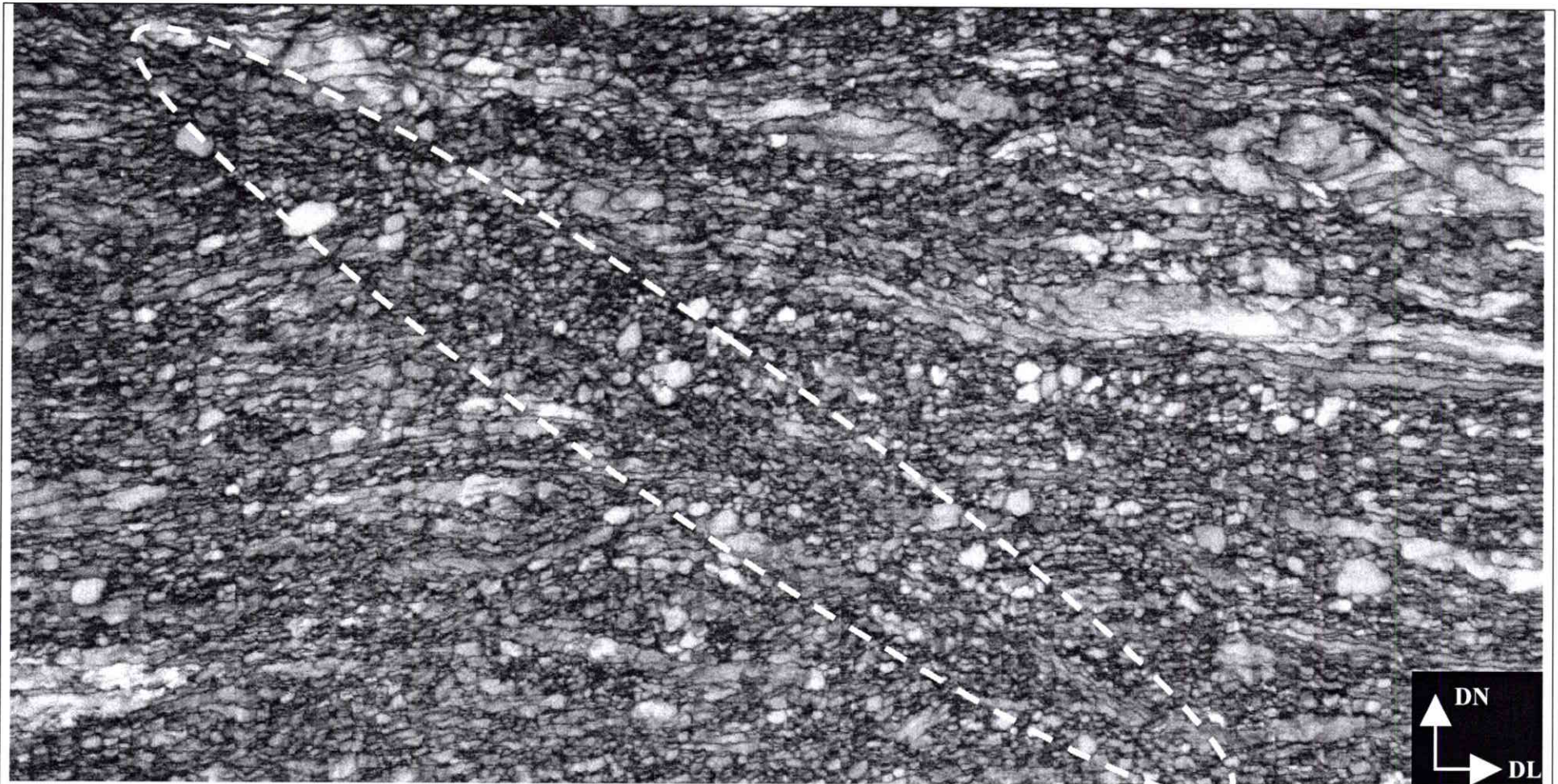
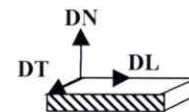


Fig. III.21.a. Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 2 minutes. (b) FDP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  de nouveaux grains (très clairs sur la cartographie de contraste de bandes)



**T40 laminé 80%**  
**Recuit à 500°C 2 min**  
**FEGSEM**  
**EBSD-BC**

**34% d'indexation**  
**7% recristallisé**  
**TGM : 0.8 μm**  
**TG max. : 1.3 μm**



**5 μm**

Fig. III.22. Bande de cisaillement observée dans la microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 2 minutes. La bande de cisaillement ne montre aucun signe de germination préférentielle, les nouveaux grains n'y sont pas plus nombreux que dans les zones qui étaient finement subdivisées dans l'état déformé.

### III.2.2.3.3. T40 recuit à 500°C pendant 5 minutes

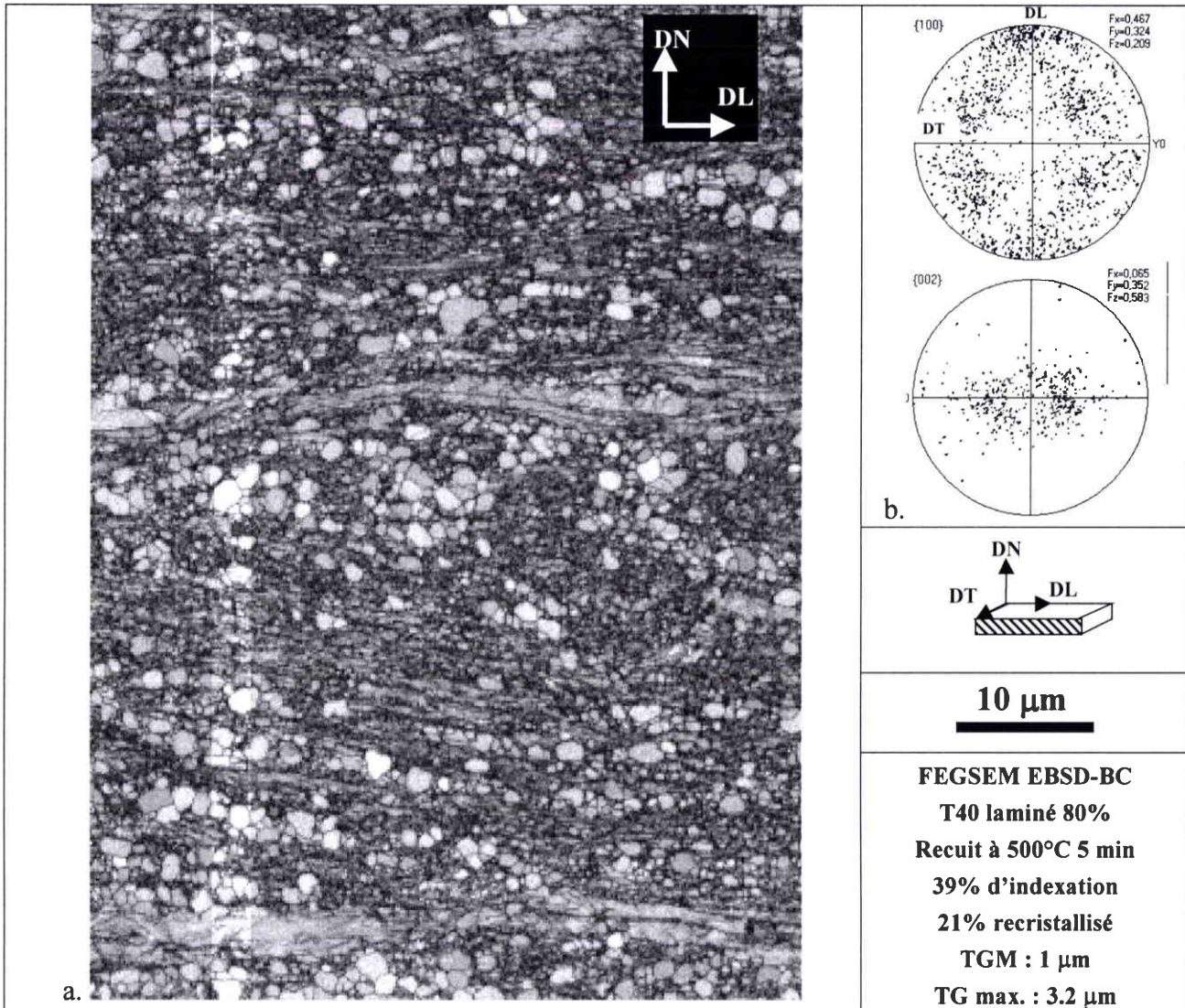


Fig. III.23. Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 5 minutes. Il y a plus de nouveaux grains dans la microstructure formant parfois des paquets de nouveaux grains. Certains paquets de nouveaux grains sont allongés suivant DL .

En continuant le recuit, d'autres nouveaux grains apparaissent pour consommer la microstructure déformée. La fig. III.23 montre la microstructure de l'échantillon recuit à 500°C pendant 5 minutes qui est un peu plus avancée en fraction volumique recristallisée. On peut y voir plus de nouveaux grains et ils forment maintenant plus systématiquement des paquets de grains. La taille maximum de grains recristallisés dans cet échantillon est de 3.2 µm mais la TGM est égale à 1.0 µm. Encore une fois, nous avons déterminé l'orientation des nouveaux grains pour voir si le processus de germination est orienté ou non. La Fig. III.23.b montre la FDP de 350 nouveaux grains recristallisés. L'orientation des nouveaux grains recristallisés commence à former clairement la texture de laminage. Ceci confirme que la germination n'est pas orientée pour le T40. Les orientations des nouveaux grains existent déjà dans la texture de laminage et toutes les orientations de la texture de laminage ont une probabilité de donner des germes (puis des nouveaux grains) qui semble varier comme leur fraction volumique initiale.



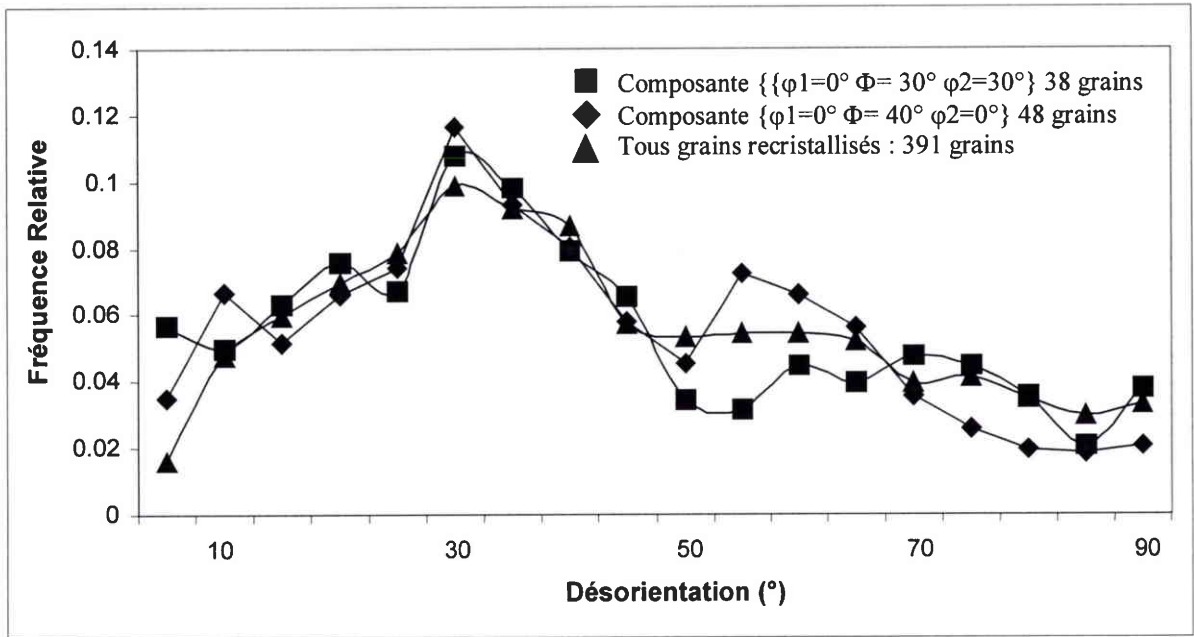


Fig. III.24. Désorientation entre les grains de composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  avec la matrice environnante. De 391 grains recristallisés, 38 grains correspondent à la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  et 48 grains à celle de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La tolérance pour la sélection des grains est de  $15^\circ$  par rapport à l'orientation idéale de chaque composante.

En particulier les nouveaux grains orientés au voisinage de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  (composante majoritaire de la texture de laminage) sont un peu plus nombreux que ceux appartenant à la composante minoritaire  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . L'analyse des désorientations entre les grains de chacune de ces deux composantes (définies avec une tolérance de  $15^\circ$ ) et la matrice déformée les environnante (Fig. III.24) n'a pas révélé de différence significative. Si l'on suppose que la croissance d'un nouveau grain est contrôlée par la désorientation de ses joints, il ne semble pas que l'une des deux composantes soit favorisée pour la croissance orientée.

### III.2.2.3.4. T40 recuit à 500°C pendant 40 minutes

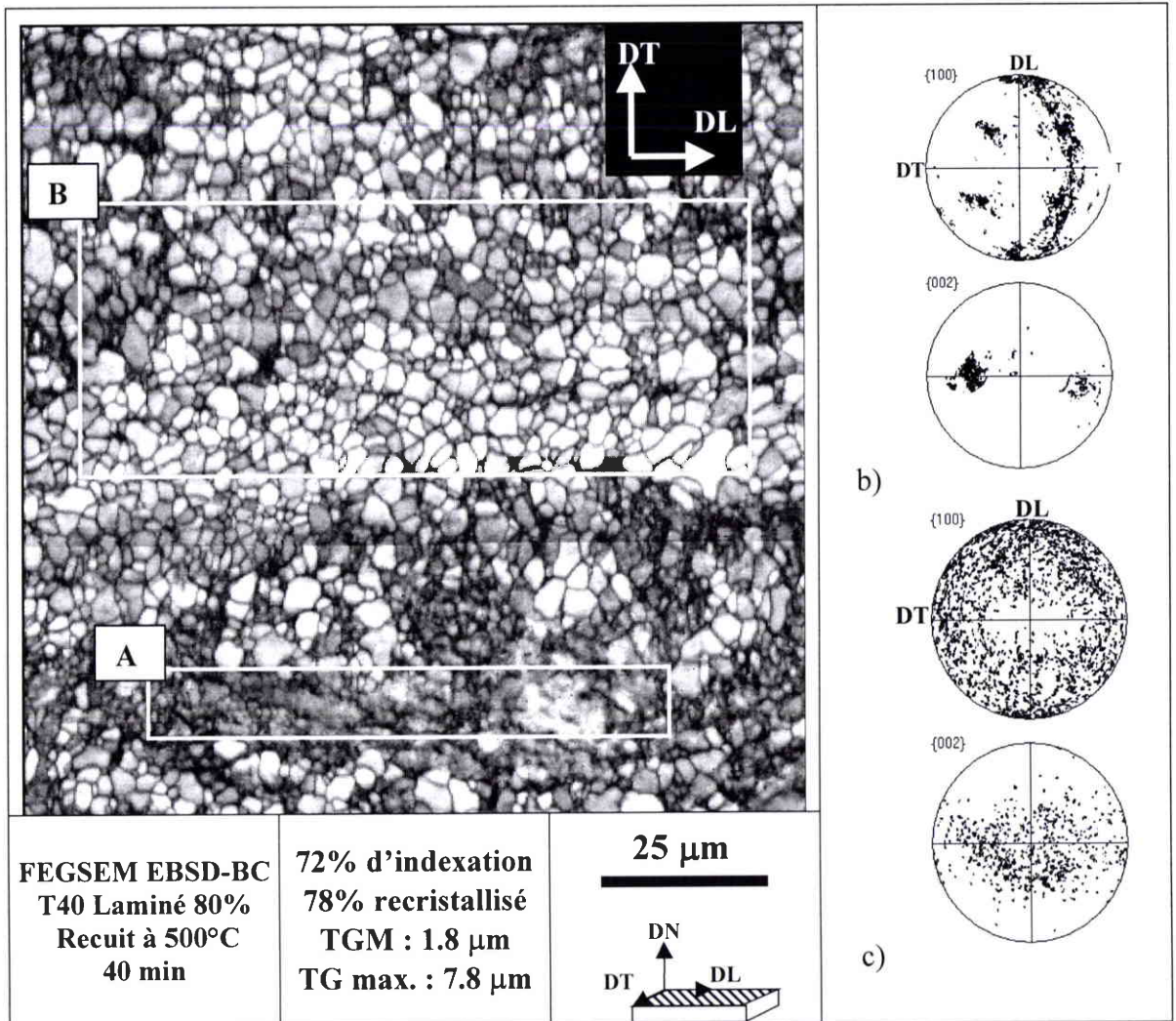


Fig. III.25.(a) Microstructure du Zr702 recuit à 500°C pendant 40 minutes observée dans le plan de laminage. (b) FDP {10-10} et {0002} de la zone A (c) FDP {10-10} et {0002} de la zone B

Après 40 minutes de recuit à 500°C, presque 80% du T40 est déjà recrystallisé (Fig. III.25.a). Cette observation faite sur la section DL-DT montre que la recrystallisation est hétérogène car quand les zones de type B sont presque totalement recrystallisées, tandis que les zones de type A sont encore en restauration. Les zones de type A correspondraient aux grains non-maclés du titane déformé à 80% (Fig. II.21 et 23).

La Fig. III.25.b et c montrent respectivement les FDP {10-10} et {0002} des zones A et B. La zone A est caractérisée par des orientations avec l'axe  $\langle c \rangle$  qui sont regroupés à  $\sim 50^\circ$  de DN dans le plan DN-DT. Les axes  $\langle a \rangle$  sont bien distribués entre DT-DL. Ce type de distribution d'orientation a été observé dans le grain non-maqué du T40 déformé (Fig. II.24) auquel cette zone peut être associée. Pour la zone B, l'orientation des grains recrystallisés est très dispersée sans concentration d'axe  $\langle c \rangle$  dans le plan DN-DT. Ceci conforte l'hypothèse de la germination non-orientée dans la recrystallisation du T40 car aucune orientation constituant la texture de laminage ne semble avoir d'avantage pour donner des nouveaux grains. Les FDP des nouveaux grains (Fig. III.25.c) ne sont toutefois pas strictement identiques à celles mesurées par DRX sur la tôle laminée mais cela pourrait résulter d'une statistique insuffisante dans les mesures d'EBSD.

### III.2.2.3.5. T40 recuit à 500°C pendant 60 minutes

Après 60 minutes de recuit à 500°C (Fig. III.26), on retrouve une situation similaire observée après 40 minutes de recuit. La plus grande partie du matériau est recristallisée, seules les zones qui correspondent aux grains non-maclés résistent encore à la recristallisation. Cette vue dans le plan longitudinal révèle la morphologie tridimensionnelle des zones non-recristallisées. Elles sont très allongées suivant DL, très fines (quelques  $\mu\text{m}$ ) suivant DN, et plus larges suivant DT (Fig. III.25). Le code de couleur utilisé sur la Fig. III.26 est tel que les grains orientés au voisinage de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  apparaissent en bleu car ils présentent une direction  $\langle 10\text{-}10 \rangle$  proche de DL; ceux orientés à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  sont en vert car ils présentent  $\langle \text{-}12\text{-}10 \rangle$  proche de DL ; enfin la couleur rouge indique que  $\langle 0002 \rangle$  est à moins de  $40^\circ$  de DL. Ces dernières orientations sont très minoritaires dans la texture de laminage. Ce code de couleur permet de voir que les grains appartenant aux différentes composantes sont mélangés dans les zones recristallisées. En revanche, les zones non-recristallisées sont systématiquement bleues, ce qui signifie que leur direction  $\langle 10\text{-}10 \rangle$  est proche de DL. Ils appartiendraient donc à la composante majoritaire de la texture de laminage  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Une analyse plus détaillée de leur orientation révèle que l'angle  $\Phi$  caractérisant le basculement de l'axe  $\langle c \rangle$  dans le plan DN-DT, est généralement supérieur à  $40^\circ$ . Ils appartiennent donc à la partie inférieure du pic majoritaire dans la section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la FDO de la texture de laminage.

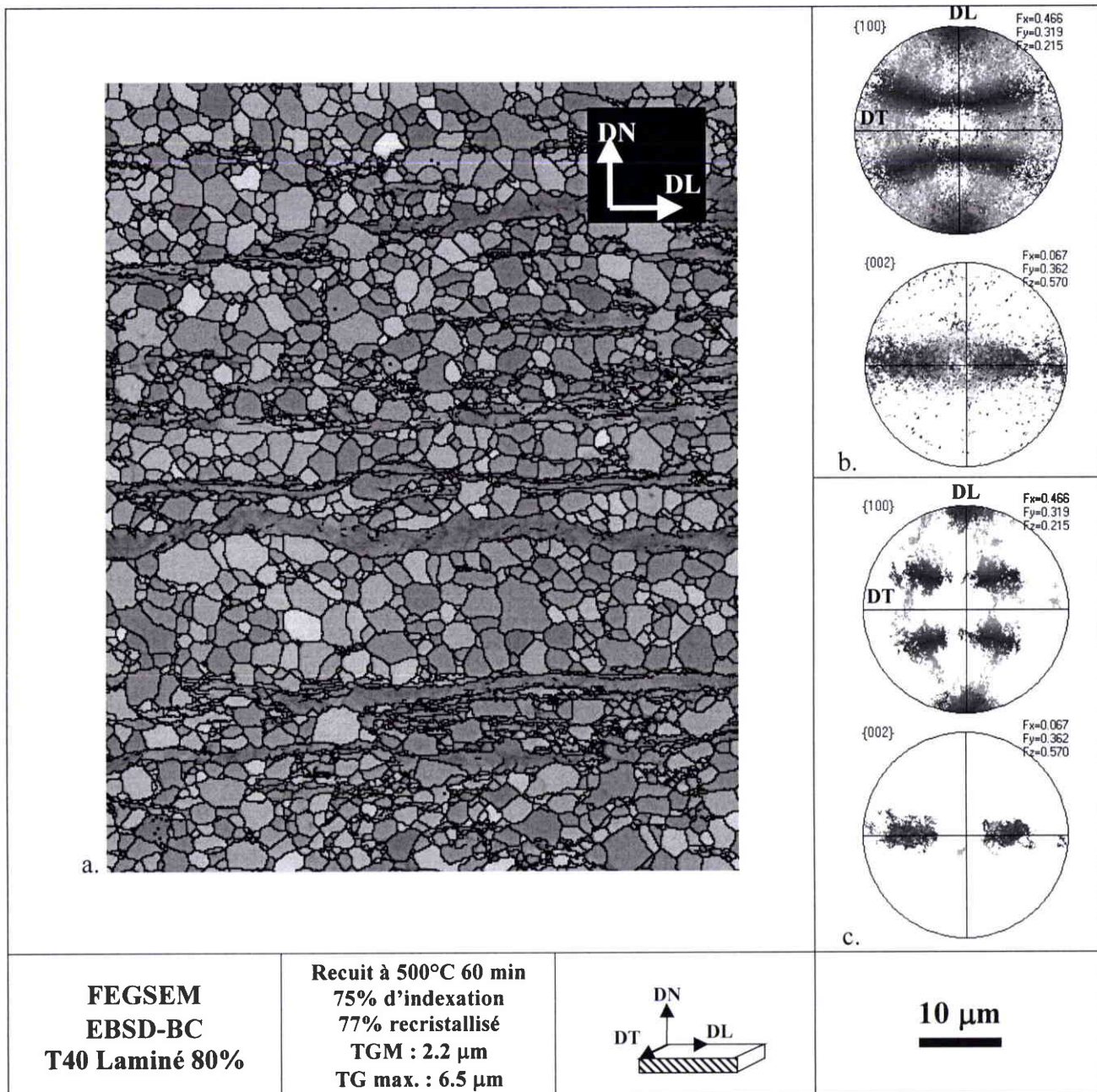


Fig. III.26.(a) Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 60 minutes observée dans le plan longitudinale (DN-DL). Le code de couleur est présenté par la FDP de Fig. (b). (c) FDP  $\{10-10\}\{0002\}$  des zones non-recristallisées.

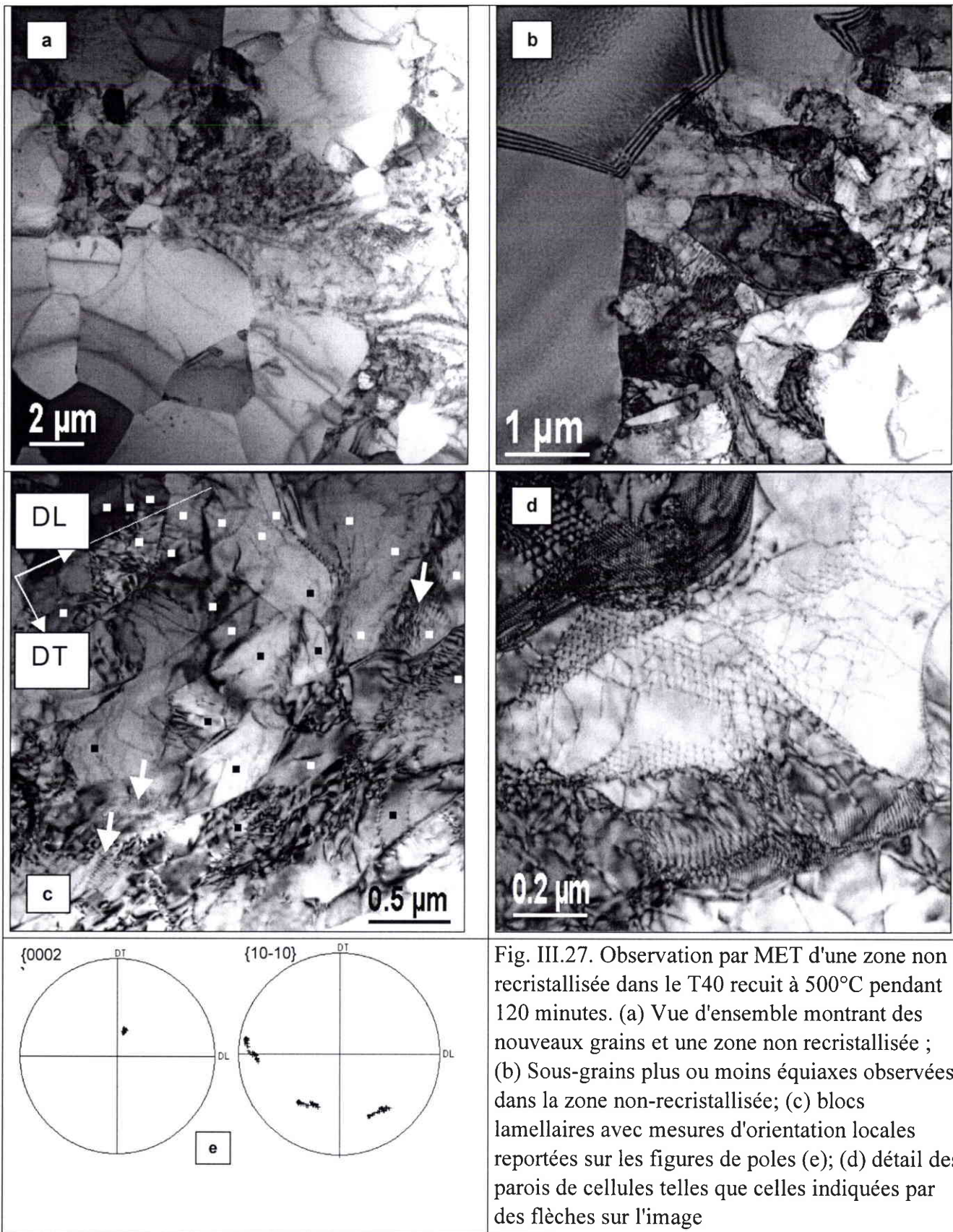


Fig. III.27. Observation par MET d'une zone non recristallisée dans le T40 recuit à 500°C pendant 120 minutes. (a) Vue d'ensemble montrant des nouveaux grains et une zone non recristallisée ; (b) Sous-grains plus ou moins équiaxes observées dans la zone non-recristallisée; (c) blocs lamellaires avec mesures d'orientation locales reportées sur les figures de poles (e); (d) détail des parois de cellules telles que celles indiquées par des flèches sur l'image

La microstructure interne de ces zones a été observée par MET dans un échantillon un peu plus avancé (T40 recuit à 500°C pendant 120 minutes) (Fig. III.27). Les plages non-recristallisées sont constituées de sous-grains assez grands (~500nm) qui peuvent être :

- plus ou moins équiaxes (Fig. III.27.b) mais contiennent encore une densité de dislocation plus importante que les nouveaux grains
- ou allongés dans la direction de laminage comme le montre la Fig. III.27.c.

La désorientation dans la zone lamellaire se caractérise par une rotation autour de l'axe  $\langle c \rangle$  dont la position est constante (Fig. III.27.e). La densité de dislocations à l'intérieur des cellules lamellaires est relativement faible; les dislocations se trouvent dans les parois des cellules où l'on observe nettement leur polygonisation. Les zones non-recristallisées sont donc fortement restaurées, ce qui diminue la force motrice pour leur recristallisation. Ça serait la raison pour laquelle la dernière étape de recristallisation est extrêmement lente par rapport au processus de début de recristallisation.

### III.2.2.3.6. T40 recuit à 500°C pendant 240 minutes

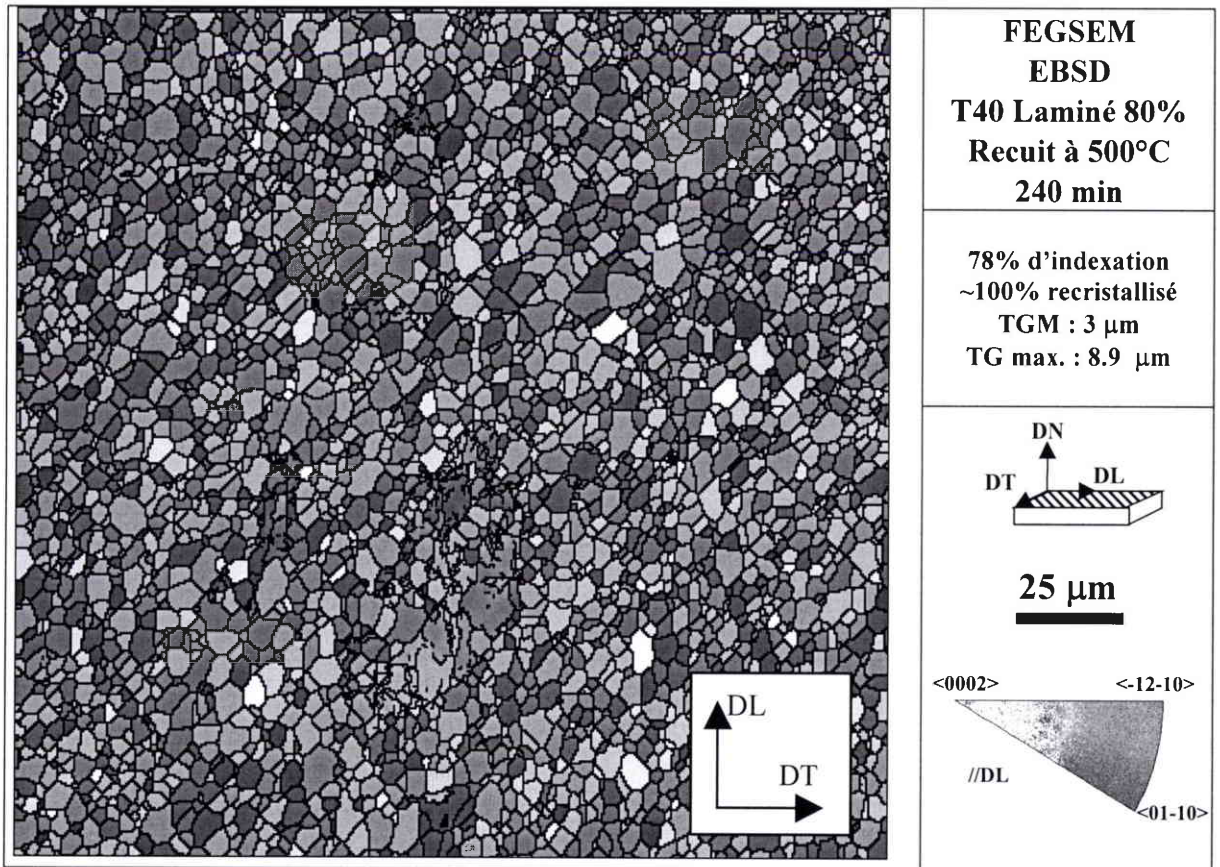


Fig. III.28. Microstructure du T40 recuit à 500°C pendant 240 minutes. La taille de grains moyenne à la fin de recristallisation est de 3 μm. Il subsiste encore quelques petites zones qui ne sont pas totalement recristallisées.

Après un traitement de recuit à 500°C pendant 240 minutes, la microstructure est presque totalement recristallisée avec des grains équiaxes et des joints de grains bien rectilignes. La taille moyenne de grains est de 3 μm. A ce stade, la microstructure est presque totalement régénérée alors que la texture globale reste très proche de celle de l'état déformé.

### III.3. DISCUSSION

La recristallisation du titane T40 et du zirconium Zr702 se terminent toutes les deux au bout d'environ 4h à 500°C. La microstructure de fin de recristallisation est dans les deux cas constituée de grains équiaxes avec une taille moyenne de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$  et la recristallisation s'accompagne d'un changement de texture très limité. Si l'on se limite à ces critères, le titane et le zirconium semblent avoir un comportement très proche. Pourtant, nous avons montré dans le chapitre précédent que les microstructures déformées sont très différentes et nous allons voir dans cette discussion que les microstructures évoluent également de manière différente au cours de la recristallisation. L'évolution de la microstructure du zirconium suit une progression régulière, avec trois stades consécutifs correspondant aux trois types de structures locales observées dans l'état déformé. La recristallisation du titane se fait en deux étapes de cinétique très différentes, 80% du matériau recristallise très vite, et les 20% restants sont au contraire très lents. Ces deux étapes correspondent également à des structures locales différentes dans l'état déformé. L'objectif de cette discussion est d'identifier, pour le zirconium puis le titane, les mécanismes qui se mettent en place à chaque stade, leur effet en terme de texture, et d'expliquer les différences de cinétique observées.

#### III.3.1. Mécanismes de recristallisation du Zr702

La recristallisation du Zr702 est un processus discontinu. La partie recristallisée et la partie encore déformée se distinguent de manière non-ambiguë à tout moment. La fraction volumique recristallisée progresse très régulièrement (Fig. III.6).

La texture de fin de recristallisation est très proche de la texture de laminage (le maximum de la FDO reste à la même position  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ ), mais elle est moins prononcée. A la fin de la recristallisation, 26% du volume a changé d'orientation.

L'hétérogénéité de la microstructure à l'état déformé (Fig. II.12-14) influence fortement le processus de recristallisation. On peut définir trois stades consécutifs dans la recristallisation du Zr702, schématisés sur la Fig. III.29, qui correspondent aux trois types de structures locales observées dans la microstructure déformée. Les premiers nouveaux grains forment des lignes sinueuses qui rappellent les zones de fortes désorientations (supérieure à 30°) de l'état déformé (Comparaison entre la Fig. II.11 et la Fig. III.8). Ensuite, les nouveaux grains apparaissent dans les zones de structure lamellaire. Les grains moins déformés dans l'état laminé recristallisent en dernier car leur force motrice de recristallisation est la plus faible.

##### III.3.1.1. Premier stade de la recristallisation du Zr702 (Indice 1 sur la Fig. III.29)

Au début de la recristallisation, il apparaît rapidement de nouveaux grains dans certaines régions formant des lignes sinueuses (Fig. III.8). La taille des grains recristallisés varie entre ~0.5  $\mu\text{m}$  et 5.3  $\mu\text{m}$  après seulement 5 minutes de recuit à 500°C. Quand la microstructure est totalement recristallisée (après un recuit de 360 minutes à 500°C) la TGM est de 3.1  $\mu\text{m}$ , avec une taille de grains maximum de 11  $\mu\text{m}$ . Ceci veut dire que la croissance des premiers nouveaux grains est très rapide car la matrice très déformée autour leur donne une grande force motrice. Une fois que ces grains recristallisés rencontrent d'autres grains recristallisés ou des cellules de restauration faiblement désorientées, leur croissance est fortement ralentie.

L'orientation des nouveaux grains déterminée à partir de la cartographie d'EBSB du Zr702 recuit à 500°C pendant 5 minutes montre qu'il n'y a pas de germination orientée car ces orientations présentent une large distribution incluse dans la texture de laminage.

Pour comprendre comment se forment ces premiers grains, il faut examiner la structure déformée dont ils sont issus (paragraphe II.2.1.3.c). Ces zones sont les lignes sinueuses présentant



de fortes désorientations (Fig. II.11). Elles sont caractérisées par une haute densité de dislocations, comme en atteste la mauvaise qualité des clichés EBSD (zones sombres sur les cartographies de contraste de bandes). Ce sont des zones fortement déformées qui ont stocké beaucoup d'énergie lors de la déformation. Il est donc logique que la force motrice de recristallisation y soit plus grande. Malgré un taux d'indexation faible, l'EBSD permet de montrer que ces zones renferment des orientations très dispersées (Fig. II.14), ce qui est tout à fait cohérent avec la dispersion des orientations des nouveaux grains qui y apparaissent. Certaines cellules de déformation, quelque soit leur orientation peuvent constituer des germes : elles contiennent un peu moins de défauts initialement ou restaurent plus vite et présentent un avantage de taille par rapport à leurs voisines. Les fortes désorientations locales et la grande force motrice de recristallisation locale permettent à ces germes de se développer très vite. La croissance rapide des nouveaux grains est sévèrement freinée lorsque ceux-ci rencontrent d'autres nouveaux grains nés dans la même zone (suivant DL ou DT) ou lorsqu'ils rencontrent des cellules restaurées dans les zones de structure lamellaire ou dans les grains moins déformés (suivant DN).

La croissance rapide des nouveaux grains serait donc liée aux fortes désorientations qu'ils présentent avec la matrice environnante. Pourtant la distribution de désorientations mesurées aux frontières des nouveaux grains après 5 min de recuit (Fig. III.10) ne montre pas une proportion de fortes désorientations plus importante que celle résultant du simple effet de texture. Ceci peut s'expliquer assez simplement dans la mesure où, au moment de l'observation, la croissance rapide est probablement déjà terminée. Les frontières de grains observées sont celles sur lesquelles la croissance a été ralentie. L'apparition très rapide de nouveaux grains a été observée *in-situ* par MET dans l'aluminium aux abords des bandes de cisaillement [SZTWIERTNIA, 2002]. Ces observations *in-situ* ont montré que le début de croissance des nouveaux grains dans les zones très déformées peut être si rapide qu'il est quasiment instantané. Il est alors impossible d'observer le phénomène en cours de progression et les seuls joints observables sont ceux sur lesquels la croissance se ralentit.

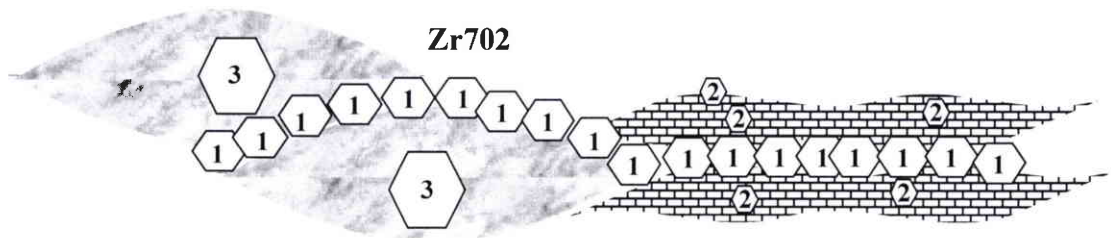


Fig. III.29. Représentation schématique des trois stades de recristallisation consécutifs dans le Zr702 laminé à 80%. Les nouveaux grains apparaissent d'abord dans les zones fortement déformées (1) et ensuite dans les zones de structure lamellaire (2). La dernière phase de recristallisation concerne les grains moins déformés (3). La différence de quantité d'énergie stockée est très probablement la cause de ce décalage.

Si l'on considère que la texture locale dans les zones fortement déformées reproduit approximativement la texture de laminage, que les orientations y sont mélangées de manière aléatoire et qu'elles ont toutes la même probabilité de donner des germes, alors ce premier mécanisme ne doit pas modifier la texture globale. Ces hypothèses sont difficiles à vérifier expérimentalement de manière exacte, mais le faible changement de texture observé après 30 min de recuit (Fig. III.7) laisse supposer le changement doit être effectivement extrêmement réduit après 5 min de recuit, ce qui valide indirectement les hypothèses mentionnées.

### III.3.1.2. Deuxième stade de recristallisation (Indice 2 sur la Fig. III.29)

La recristallisation du Zr702 continue par la germination dans les blocs de cellules lamellaires. Dans ces zones lamellaires, le développement par *la restauration* et par la *croissance anormale de sous-grains* sont les mécanismes prépondérants de la transformation de la microstructure. Les zones de structure lamellaire dans l'état déformé (décrites dans le paragraphe II.2.1.3.b) sont beaucoup moins perturbées que les zones où la recristallisation commence en premier. La force motrice de recristallisation y est plus faible, le temps d'incubation pendant lequel la restauration opère est plus long. Il faut un certain temps pour que les cellules restaurent et se transforment en sous grains avec des joints plus nets. Ensuite, seuls les sous grains avec un avantage de taille grossiront à condition que leurs joints soient suffisamment mobiles, donc suffisamment désorientés. Ce sont les conditions nécessaires à la croissance anormale de cellules de restauration [DILLAMORE et al., 1972] [HOLM et al., 2003].

Nos résultats montrent que l'apparition des nouveaux grains dans les structures lamellaires peut se faire de façon isolée (Fig. III.13 fenêtre 1, rappelé sur la Fig. III.30) ou collective (Fig. III.13 fenêtre 2, rappelé sur la Fig. III.31).

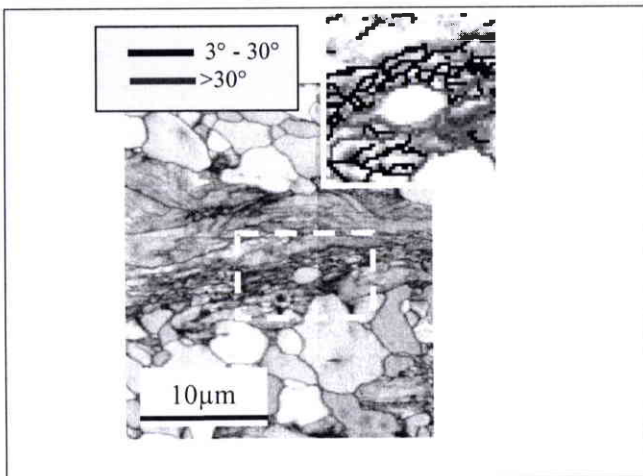


Fig. III.30. Croissance anormale d'une cellule fortement désorientée au sein d'une zone de structure lamellaire donnant naissance à un nouveau grain isolé. Cette cellule a acquis au cours de la restauration une taille et une désorientation suffisante pour constituer un germe. (Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes)

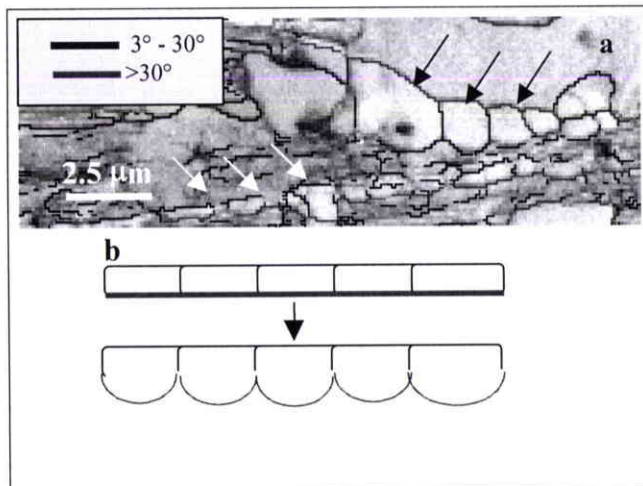


Fig. III.31. (a) Croissance collective d'une rangée de sous-grains le long d'une lamelle dans du Zr702 recuit à 500°C pendant 60 minutes. (b) Représentation schématique du développement homogène des sous-grains. Ces grains présentent une croissance limitée dans le sens de la lamelle car ils sont juxtaposés et faiblement désorientés. En revanche, ils peuvent croître dans le sens perpendiculaire car ils sont tous fortement désorientés par rapport à la lamelle suivante.

Les deux mécanismes des Fig. III.30 et 31 induisent un changement de texture locale puisque les grains croissent au détriment de matière d'orientation différente. Plus globalement dans le matériau, la texture peut ne pas changer si la densité de germes pour chacune des orientations varie comme la fraction volumique dans la texture de départ.

Il existe dans les zones lamellaires des frontières de forte désorientation entre lamelles qui sont propices au développement de nouveaux grains. Ces fortes désorientations peuvent en particulier exister entre des lamelles appartenant à deux composantes symétriques par rapport à la

symétrie d'échantillon. La Fig.III.32 montre une situation de ce type. Les cellules qui se développent pour donner de nouveaux grains peuvent être situées de part et d'autre de la frontière et donc appartenir à l'une ou l'autre des deux composantes. Si la probabilité de germination est identique pour les deux, il s'agit de *recristallisation symétrique*, sans changement de texture.

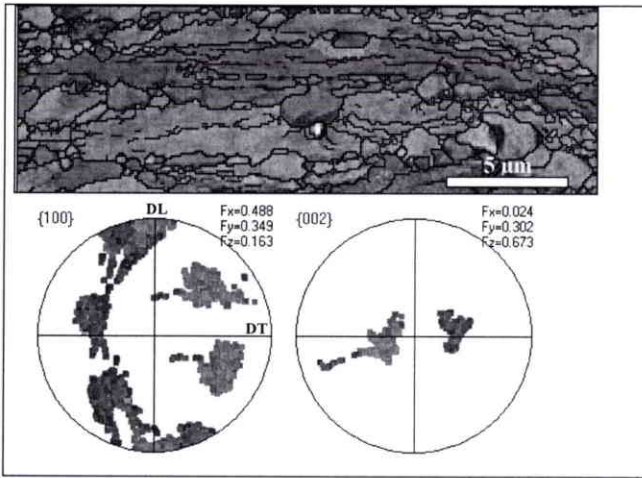


Fig. III.32. Apparition de nouveaux grains le long de la frontière entre deux lamelles ayant l'axe  $\langle c \rangle$  basculé de part et d'autre de DN (Zr702 déformé à 80% et recuit pendant 30 minutes à 500°C). Les FdP  $\{10-10\}$  et  $\{0002\}$  indiquent le code de couleur utilisé dans la cartographie. Les traits noirs correspondent aux désorientations de plus de 5°.

La différence de texture entre l'état recristallisé à 32% (recuit à 500°C pendant 60 minutes) et l'état laminé à 80% (Fig. III.7) montre qu'il n'y a presque pas d'évolution de texture. Ceci est cohérent avec les mécanismes décrits ci-dessus dans la mesure où nous avons montré que la germination n'est pas orientée (Fig. III.9). La composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  se développe légèrement plus que la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Ceci peut s'expliquer par la compétition de croissance de grains qui commence dans les endroits déjà recristallisés (mécanismes décrits dans le chapitre IV) ou par le fait que les germes appartenant à la composante majoritaire  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  ont une probabilité plus grande de voir leur croissance ralentie par la rencontre d'orientations proches (« *orientation pinning* »).

La recristallisation des structures lamellaires se termine au bout d'environ 120 minutes à 500°C. Le matériau est alors recristallisé à 78%.

### III.3.1.3. Dernière étape de recristallisation (Indice 3 sur la Fig. III.29)

La dernière étape de recristallisation concerne les grains moins déformés qui peuvent disparaître par différents mécanismes (Fig. III.14): par SIBM, par formation de sous grains par restauration poussée ou par croissance des grains adjacents. La disparition de ces grains moins déformés se produit très lentement, ils ne disparaissent totalement qu'au bout de 360 minutes à 500°C. Leur orientation a été mesurée dans plusieurs cartographies EBSD correspondant aux différents stades de recristallisation. Ils sont orientés avec l'axe  $\langle c \rangle$  proche de DN et présentent un large distribution d'orientation des axes  $\langle a \rangle$  autour de l'axe  $\langle c \rangle$ . Ceci est parfaitement cohérent avec les résultats obtenus dans la microstructure déformée. La déformation plus faible dans ces grains provoque une force motrice pour la recristallisation plus faible et explique la cinétique très lente observée.

Durant leur disparition, la texture évolue un peu, avec la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  qui se développe légèrement au détriment des autres orientations. Il est cependant dangereux d'associer ce changement de texture à la disparition des grains moins déformés car ils ne représentent que 22% du matériau. Pendant que ces 22% recristallisent lentement, les 80% déjà recristallisés subissent la croissance de grains. Il n'est pas possible de séparer les effets des deux mécanismes agissant simultanément. L'évolution de texture observée dans cette phase est de

nature similaire à celle observée durant la croissance de grain (objet du chapitre IV). Il est donc assez probable que les variations de texture soient plutôt dues à la croissance de grains.

### III.3.2. Mécanismes de recristallisation du T40

La recristallisation du T40 laminé à 80% de taux de réduction d'épaisseur se termine au bout de 360 minutes de recuit à 500°C. Elle consiste en deux étapes successives de cinétiques très différentes. Au bout de 40 min, 80% volumiques du matériau ont déjà recristallisé, la disparition des 20% restants ne se termine qu'au bout de 360 minutes. Les 20% en question correspondent aux grains qui n'ont pas maclé au cours de la déformation.

Comme pour le Zr702, la texture ne fait que diminuer d'intensité au cours de la recristallisation. La composante majoritaire de la texture de recristallisation est la même que celle de la texture de laminage :  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La fraction volumique totale dont l'orientation change au cours de la recristallisation est de 23%. Le changement d'orientation est surtout associé au premier stade car après 60 minutes de recuit, déjà 19% du volume a changé d'orientation (Tableau III.2).

#### III.3.2.1. Le premier stade de recristallisation dans le T40

Au cours du premier stade, 80% du volume recristallisent tandis que seulement 19% changent d'orientation. Le mécanisme majoritaire est donc un mécanisme sans changement de texture. Il y a quatre mécanismes de recristallisation possibles pour une recristallisation sans changement de texture : la recristallisation par la migration de joint induite par la déformation (*SIBM*), la recristallisation *in-situ*, la recristallisation continue ou la recristallisation symétrique.

Le matériau qui recristallise à ce stade correspond à la partie finement subdivisée avec de fortes désorientations locales (décrite dans le paragraphe II.2.2.3.b). Nous y avons observé des cellules de dislocation de taille 100-200 nm le plus souvent limitées par de fortes désorientations (supérieure à 30°) (Fig. II. 26, 27 et 28). Dans cette partie du matériau, il est impossible de reconnaître les anciens joints de grains, le mécanisme *SIBM* est donc exclu. La recristallisation *in-situ* est également non envisageable car elle procède par le développement de nouveaux grains à partir de sous-grains limités par de faibles désorientations.

Les images de la microstructure dans les premiers instants de la recristallisation (quelques minutes de recuit à 500°C – Fig. III.20) montrent en revanche que la recristallisation du T40 se fait par une **recristallisation continue**. Sur la partie basse de la Fig. III.33, il se forme déjà des formes équiaxes limitées par des joints nets, mais il est difficile de dire si les éléments de cette partie de microstructure sont des sous-grains ou des nouveaux grains de petite taille. La transformation des cellules de dislocations semble se faire de manière progressive mais très rapidement en sous-grains avant de devenir des germes ou des petits grains. Les cellules de dislocations restaurent facilement car le titane est un matériau de haute énergie de faute d'empilement. Les dislocations présentes dans les cellules s'éliminent. Au bout de seulement 1 minute de recuit à 500°C, il se forme déjà des nouveaux grains équiaxes de taille très petite (200-600 nm) et délimités par des joints de forte désorientation (supérieure à 30°). La figure III.33 montre une situation caractéristique de la **recristallisation continue** dans la partie finement subdivisée du T40 laminé.

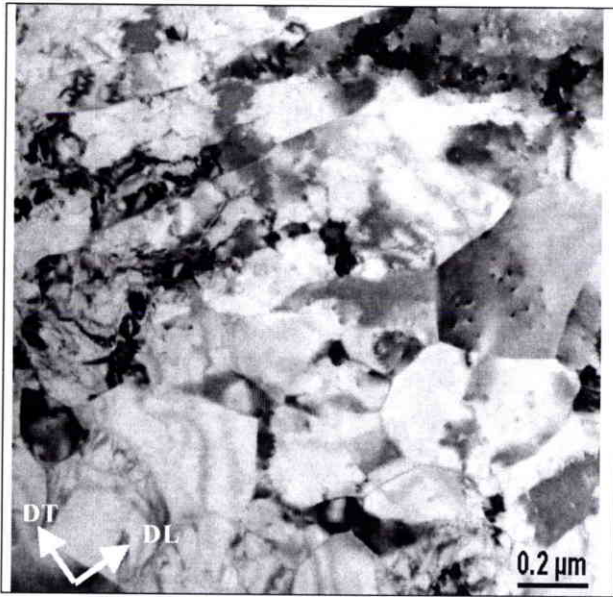


Fig. III.33. Image caractéristique de la recrystallisation continue dans les 80% finement subdivisés de la microstructure du T40 laminé (de la Fig III.20).

Un autre mécanisme de germination peut avoir lieu pendant le traitement de recuit. Les cellules de dislocations subissent la restauration après ou pendant que la **recristallisation continue** se produit dans d'autres endroits du matériau. Des germes résultant de la restauration peuvent ensuite se transformer en nouveaux grains par le mécanisme de la **croissance anormale des sous-grains**. Les germes qui présentent un avantage de taille et/ou une densité de dislocations plus faible que leurs voisins croîtront au détriment des cellules/des sous-grains adjacents. Le processus de restauration est extrêmement rapide avant de déclencher le mécanisme de croissance anormale des sous-grains et il peut se produire simultanément avec la recrystallisation continue. La Fig. III.34 représente schématiquement ce processus de la croissance anormale d'un sous-grain à la suite d'une restauration des cellules dans cette zone.

En résumé, le mécanisme de recrystallisation agissant dans le premier stade du T40 pourrait donc se produire par une **recristallisation continue** et par une **croissance anormale** des sous-grains.

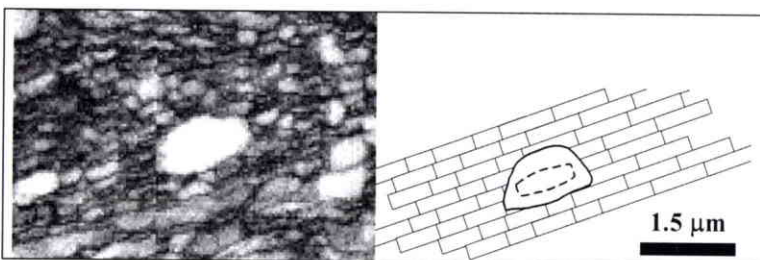


Fig. III.34. Cellules de déformation restaurent et certaines deviennent des germes puis des grains par la **croissance anormale** des sous-grains (détail de la Fig. III.22).

JAZAERI et HUMPHREYS [2004b] ont montré, à partir de l'étude de plusieurs alliages d'aluminium, qu'il existe une relation entre la densité des fortes désorientations (joints de désorientation supérieure à  $15^\circ$ ) et le type de recrystallisation (continue/discontinue). Dans leurs travaux, à partir d'une valeur critique de 60-65% de joints de grains de forte désorientation, la recrystallisation devient une recrystallisation continue. Dans le T40, nous avons montré que le pourcentage de joints à grand angle est important (Fig. II.31). Ceci est cohérent avec le mécanisme continu proposé.

Les abords des bandes de cisaillement sont généralement des sites privilégiés pour la germination de nouveaux grains car ces bandes résultent d'une localisation de la déformation, l'énergie stockée y est très élevée. Cependant dans le cas du T40, le nombre de nouveaux grains

dans les zones proches des bandes de cisaillement n'est pas plus élevé que dans le reste des 80% finement divisés (Fig. III.22). Ceci s'explique par le fait que dans les zones finement subdivisées la microstructure est tellement perturbée que l'énergie stockée est du même ordre de grandeur que dans les bandes de cisaillement.

Après 40 minutes de recuit à 500°C, 80% du matériau est totalement recristallisée (Fig. III.25). La microstructure produite est équiaxe, avec une TGM d'environ 1.8  $\mu\text{m}$ . La texture a très peu changé (Fig. III.17) car toutes les orientations de la texture de déformation présentes dans la partie finement subdivisée ont donné des germes. Durant cette phase, on observe toutefois que les orientations autour de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  se développent un peu plus que ceux de la composante majoritaire  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

Sachant qu'une partie du matériau est déjà en phase de croissance de grains, on peut expliquer ceci par un effet d'"*orientation pinning*". La croissance des grains appartenant à la composante majoritaire risque d'avantage d'être freinée par la rencontre d'autres grains ou de cellules restaurées d'orientation voisine. Les différences de texture (Fig. III.17) montrent également que la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  diminue un peu durant cette première phase de recristallisation. Nous avons montré dans le chapitre II que ces orientations sont produites par maillage au cours de la déformation (Fig.II.19). On peut donc supposer que les grains issus des cellules appartenant à cette composante présentent moins souvent un avantage de taille par rapport à leur voisines car le maillage produit des structures très fines.

Dans le T40, la germination est non-orientée mais la croissance est légèrement orientée pour les deux raisons mentionnées ci-dessus. Si il n'y avait pas non plus de sélection de croissance, la texture du matériau resterait à la fin de la recristallisation strictement identique à celle de laminage [BOWEN, 1993].

### III.3.2.2. Deuxième stade de recristallisation dans le T40

Après le premier stade qui ne dure que 40 minutes, il faut attendre environ 4h pour finir de recristalliser les derniers 20% du matériau. Ces 20% correspondent aux grains qui n'ont pas maillé au cours de la déformation (décrits dans le paragraphe II.2.2.3.a). Nous avons mesuré leur orientation dans différentes cartographies d'échantillons partiellement recristallisés. Ils présentent une dispersion des orientations assez large au sein d'un grain mais leur orientation est toujours caractérisée par un fort basculement des axes  $\langle c \rangle$  et des axes  $\langle a \rangle$  voisins de DL :  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi>40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . C'est bien l'orientation qui avait été mesurée dans les grains très allongés de la microstructure laminée à 80%.

Ces grains se sont assez fortement déformés: d'une taille initiale de 30  $\mu\text{m}$  ils peuvent atteindre une longueur supérieure à 150  $\mu\text{m}$ , mais cette déformation se fait uniquement par glissement, sans maillage. Les désorientations locales y sont faibles, mais la désorientation peut être très élevée d'un bout à l'autre du grain (environ 1°/ $\mu\text{m}$ ). Ils contiennent donc une densité de dislocation non négligeable même si le niveau d'énergie stockée y est bien inférieur à celui des zones finement subdivisées. La force motrice de recristallisation y est donc plus faible, c'est la raison pour laquelle ils recristallisent moins vite et par des mécanismes totalement différents.

Les Fig. III.25-26-27 montrent que la restauration est très active dans ces grains. On y observe la formation de cellules de restauration dont les parois sont constituées d'arrangements de dislocations. L'hypothèse la plus probable est que ces zones disparaissent par **recristallisation *in-situ***. Les cellules faiblement désorientées se coalescent ou forment des sous-grains qui deviennent ensuite des grains. La texture locale ne change pas beaucoup car ce mécanisme fait intervenir principalement des mouvements de dislocations. Ce mécanisme avait déjà été évoqué pour expliquer la recristallisation du titane laminé à 50% [NAKA, 1978].

Cette hypothèse est cohérente avec la fraction volumique réorientée durant cette phase qui est très réduite. Il n'est bien sûr pas exclu que ces grains soient en partie consommés par la croissance des grains recristallisés voisins.

### III.4. CONCLUSION

De manière très globale les choses sont assez similaires, toute fois quand on regarde plus en détail que l'on voit la différence. La recristallisation progresse de manière assez différente dans le T40 et dans le Zr702. Les différents stades de recristallisation pour chacun des matériaux correspondent aux différentes structures locales observées dans les microstructures déformées.

- Dans le T40, la recristallisation se fait très vite (40 min à 500°C) dans les zones finement subdivisées qui ont subi du maillage au cours de la déformation. Dans ces zones les mécanismes sont la recristallisation continue et la croissance anormale des sous-grains après la restauration des cellules. La recristallisation des grains non maclés est très lente, elle se fait essentiellement par recristallisation *in-situ* et ne se termine qu'au bout de 4h.
- Dans le Zr702, la recristallisation suit une progression beaucoup plus régulière et se termine également au bout de 4h à 500°C. Les structures déformées recristallisent par ordre de déformation locale croissante. Le mécanisme principal est également une formation de germes à partir des cellules de déformation par restauration, suivie d'une croissance anormale des germes. D'autres mécanismes interviennent, surtout dans les grains initialement moins déformés, mais de manière moins importante.

Pour les deux matériaux, la germination n'est pas orientée, mais la croissance favorise légèrement la composante qui deviendra majoritaire après la croissance de grains :  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le T40 et pour le Zr702. Le caractère orienté de la croissance est lié à un phénomène d'"*orientation pinning*" des grains appartenant à la composante majoritaire  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le T40 et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le Zr702. Globalement la texture évolue très peu au cours de la recristallisation primaire. Elle s'affaiblit légèrement mais la position du maximum de la FDO est maintenue.

Les microstructures issues de la recristallisation sont équiaxes, avec une TGM de l'ordre de 3  $\mu\text{m}$ . Elles constituent l'état de départ pour l'étude de l'évolution du matériau au cours de la croissance de grains qui est présentée dans le chapitre suivant.

# Chapitre IV LA CROISSANCE DE GRAINS

## Introduction

Après la phase de recristallisation, la microstructure continue d'évoluer pour faire baisser le niveau d'enthalpie libre du matériau. Il entre dans la phase de croissance de grains au cours de laquelle la quantité de joints de grains diminue. Ceci constitue la force motrice de la croissance de grains.

La croissance des grains se produit de façon homogène ou non. Dans certains cas, quelques grains vont croître nettement plus vite que les autres, la croissance est alors dite anormale par opposition à la croissance normale qui correspond à une taille de grains plus homogène.

La première partie de ce chapitre est de nature bibliographique. Elle rappelle les notions de base de la croissance de grains: la force motrice, la cinétique, les mécanismes et les paramètres importants (types des joints de grains, texture). La deuxième partie est consacrée à la présentation de nos résultats: l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la croissance de grains dans le T40 et le Zr702. L'objectif de la discussion est d'expliquer pourquoi et comment la croissance de grains provoque un changement de texture cristallographique dans les deux matériaux étudiés.

## IV.1. Etude bibliographique

### IV.1.1. Force motrice de la croissance de grains

La force motrice pour que la migration des joints de grains se fasse spontanément est principalement la minimisation de l'énergie libre totale d'un système associée aux joints de grains du polycristal [GOTTSTEIN et SHVINDLERMAN, 1999]. La Fig. IV.1 situe cette force motrice par rapport à d'autres forces pouvant provoquer la migration des joints de grains dans des conditions particulières. On y remarque que la force motrice de la croissance de grains est environ 100 fois plus faible que celle de la recristallisation. La croissance de grains se produit si on apporte au matériau une quantité d'énergie suffisante pour activer la migration de joints de grains et pour surmonter les obstacles qui les empêchent de migrer (les impuretés ou les précipités). Cette énergie est appelée l'énergie d'activation pour la migration des joints de grains.

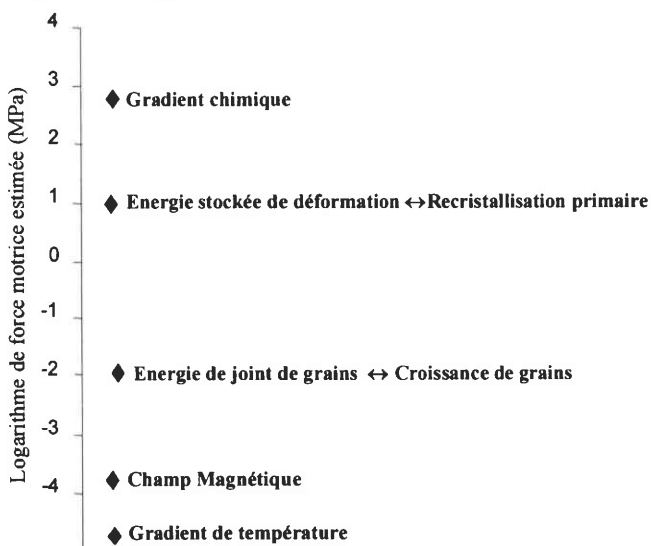


Fig. IV.1. Forces motrices de la migration des joints de grains [GOTTSTEIN et al., 2001]



#### IV.1.2. Modèle de cinétique de croissance de grains

Il y a deux types de croissance de grains: *la croissance normale* et *la croissance anormale*. La différence entre ces deux types de croissance de grains est la distribution des tailles de grains dans la population. Dans la croissance normale de grains, la microstructure se développe de façon plus ou moins homogène avec une distribution des tailles de grains relative qui est indépendante du temps et de l'échelle [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. La taille de grains relative est la taille de grains ramenée à la TGM :  $D/TGM$ . Au cours de la croissance normale, la distribution des tailles de grains évolue de manière homothétique, la distribution  $D/TGM$  est donc invariante. Pendant la croissance anormale de grains, quelques grains grossissent plus vite et consomment la matrice de petits grains. On appelle aussi ce mécanisme par «*recristallisation secondaire*». Cette évolution donne lieu à une distribution des tailles de grains bimodale ou simplement à un étalement de la distribution des tailles de grains.

La migration des joints de grains peut être décrite par le transport d'atomes à travers le joint sous l'effet d'une force liée au rayon de courbure du joint [BURKE et TURNBULL, 1952]. Le joint de grain se déplace de manière à favoriser la croissance du grain ayant l'énergie de Gibbs volumique la plus faible, c'est-à-dire du grain I vers le grain II si  $g^I < g^{II}$ . Si  $a$  est la surface du joint qui se déplace sur une distance  $dx$ , alors la variation d'énergie libre du système est :

$$dG = (g^I - g^{II}) \cdot a \cdot dx \quad (1)$$

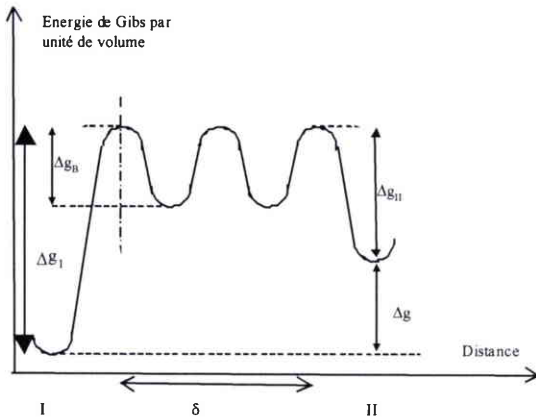


Fig.IV.2. Variation d'enthalpie libre d'un atome dans la région de joint de grain [GOTTSTEIN et SHVINDLERMAN, 1999]  
 $\Delta g_B$  : énergie libre du joint de grain  
 $\Delta g_{I(II)}$  : énergie de Gibbs du grain I (II)  
 $\Delta g$  : variation d'énergie libre entre celle du grain I et II

La force  $F$  sur le joint est donnée par  $dg/dx$  et la pression sur le joint est de  $F/a$ , donc:

$$P = \frac{-1}{a} \frac{dG}{dx} = g_I - g_{II} = \Delta g \quad (2)$$

La vitesse de migration pour un matériau pur peut s'exprimer sous forme:

$$v = m \cdot P \quad (3)$$

$m$  est la mobilité (un facteur de proportionnalité entre la pression et la vitesse) qui dépend de la température, de la désorientation et de la présence d'impuretés. La mobilité est une propriété du joint de grains qui mesure l'aisance du joint à se mouvoir. En supposant que les grains sont des sphères, la pression  $P$  est définie par:

$$P = 2\gamma/\rho \quad (4)$$

où  $\gamma$  est l'énergie du joints de grains, supposée indépendante de la taille de grains et du temps dans ce modèle. Cette énergie est aussi supposée être la même pour tous les joints de grains.

$\rho$  est le rayon de la courbure du joint concerné, et il est proportionnel au diamètre équivalent d'un grain individuel ( $D$ ). En conséquence, on peut l'écrire :

$$\rho = C_1 \cdot D \quad C_1 : \text{constante} \quad (5)$$

$v = dD/dt$  est proportionnelle à la pression motrice,  $P$ , alors:

$$dD/dt = C_2 \cdot P \quad C_2 : \text{constante} \quad (6)$$

$$dD/dt = 2 \cdot C_2 \cdot \gamma / (C_1 \cdot D) \quad (7)$$

En supposant que  $D$  est égale à la taille de grains moyenne pour un temps  $t$ ,

$$D^2 - D_0^2 = 4 \cdot C_2 \cdot \gamma \cdot t / C_1 \quad (8)$$

d'où:

$$D^2 - D_0^2 = A \cdot t \quad (9)$$

$D$  est la TGM pour un temps de traitement,  $D_0$  est la TGM initiale,  $t$  est la durée du traitement thermique et  $A$  est une constante qui dépend de la composition chimique et de la température mais elle est indépendante de la taille de grain.

Il est rare que cette loi, du moins sous cette forme primitive, coïncide avec les évolutions des tailles de grains mesurées expérimentalement. En revanche, l'équation (9) peut être généralisée sous la forme [HILLERT, 1965] :

$$D^n - D_0^n = A \cdot t \quad (10)$$

La diffusion atomique à travers un joint de grain étant un processus thermiquement activé,  $A$  suit une loi d'Arrhénius :

$$A = A_0 \cdot \exp(-Q/RT) \quad (11)$$

$Q$  est l'énergie d'activation de la migration des joints de grains,  $T$  est la température en Kelvin et  $R$  est la constante des gaz parfaits (8.316 J/K.mol). Les paramètres à déterminer pour expliciter la loi cinétique sont  $n$ ,  $A_0$  et  $Q$ . Comme nous les verrons plus loin (paragraphe IV.2.1.1.b), ils peuvent être facilement déterminés, à partir des TGM correspondantes à différents temps de recuit et à différentes températures, en passant par la dérivée de l'équation (10):

$$\frac{dD}{dt} = \frac{A}{n} D^{-(n-1)} \quad (12)$$

Dans le cas idéal, le coefficient de croissance  $n$  serait égal à 2, mais cette valeur n'est en pratique atteinte que dans les matériaux de haute pureté et à une température proche de leur température de fusion [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. C'est dans ces conditions seulement que l'ancrage des joints par les impuretés devient négligeable, ce qui favorise une vitesse de croissance élevée.

En général, les coefficients  $n$  déterminés expérimentalement sont supérieurs à 2, en raison de l'influence des paramètres tels que la présence d'impuretés ségréguées aux joints de grains [HIGGINS, 1974] ou les effets de texture [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. Toutefois, il est possible que  $n$  diminue à haute température et s'approche de 2 du fait de la dissolution des impuretés dans les grains.

En addition du modèle de BURKE et TURNBULL [1952], la morphologie et la taille des grains déterminent quels grains vont se développer au détriment des autres lors de la croissance. Ces deux paramètres font partie de l'aspect topologique proposé par SMITH

[1952] qui a résumé que la croissance normale des grains résulte d'une interaction entre la contrainte topologique de remplissage d'espace (*space-filling*) et l'équilibre des tensions de surface entre les joints.

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

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

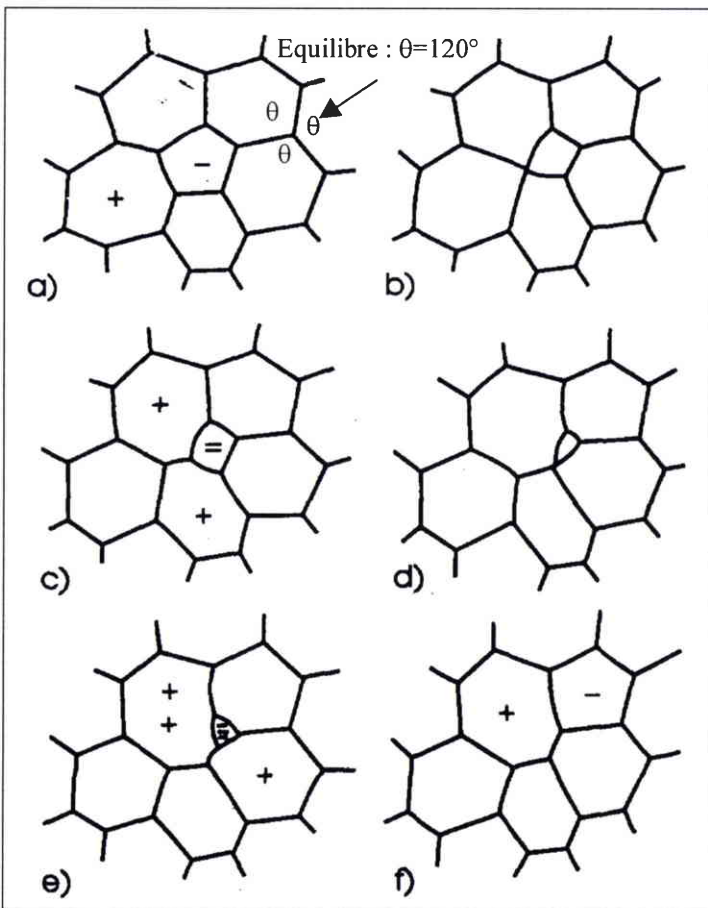


Fig. IV.3. Représentation schématique de l'évolution d'une microstructure bidimensionnelle [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]

Les signes + et - donnent une indication concernant la stabilité du grain.

a) un grain à moins de 6 faces introduit une instabilité dans la structure menant à la croissance de grains

b à f) diminution et disparition du grain pentagonal

### IV.1.3. Types de joints de grains

Suivant le type de joint de grains, le mécanisme de migration des joints de grains n'est pas le même [GLEITER, 1969a]. La structure de l'interface entre deux grains détermine le mécanisme de transport d'atomes entre ces deux grains. Il est extrêmement rare que l'orientation du joint lui-même soit pris en considération car ce paramètre est très laborieux à déterminer expérimentalement dans les polycristaux [SAYLOR et al., 2003]. La

caractérisation d'une structure d'un joint de grains est souvent simplifiée en prenant seulement la désorientation qui est constituée d'un angle de désorientation et d'un axe commun de rotation. Suivant la désorientation, on classe les joints de grains en trois types.

#### IV.1.3.1. Joint de grains à petit angle

Théoriquement un joint de grains à petit angle est constitué par un arrangement de dislocations bidimensionnel. La Fig. IV.4 montre un cas simple de joint faiblement désorienté.

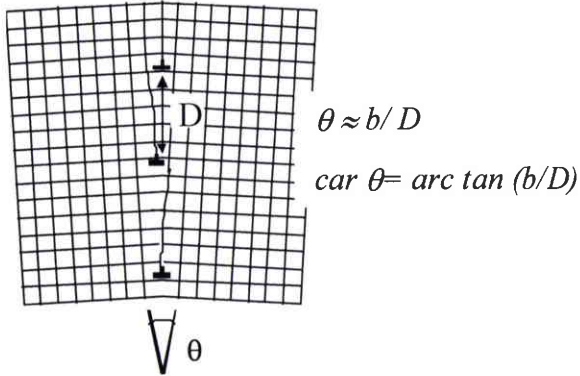


Fig.IV.4. Représentation schématique d'un joint de grains de flexion symétrique avec une désorientation de  $\theta$  résultant de l'accumulation de plusieurs dislocations coin de vecteur de Burgers  $b$ .  $D$  est la distance moyenne entre deux dislocations consécutives. [READ, 1953]

#### IV.1.3.2. Joint de grains à grand angle

Quand la distance entre les dislocations s'approche de la distance inter-atomique, la structure de joint de grains devient très désordonnée. Il n'y a presque plus de cohérence entre les deux grains adjacents. A partir de là, le joint de grains est classifié dans les joints de grains à grand angle.

#### IV.1.3.3. Joint de coïncidence (Coincidence Site Lattice, CSL)

Dans la classe de joints de grains à grand angle, pour certains axes de rotation et angle de désorientation particuliers, certaines positions d'atomes du grain I coïncident avec la position de certains atomes du grain II. Ces joints de grains sont appelés les joints de coïncidence (Coincidence Site Lattice, CSL).

La Fig. IV.5 illustre un joint de coïncidence  $\Sigma 5$ , ce qui signifie qu'il y a un atome sur cinq en coïncidence entre les deux grains.

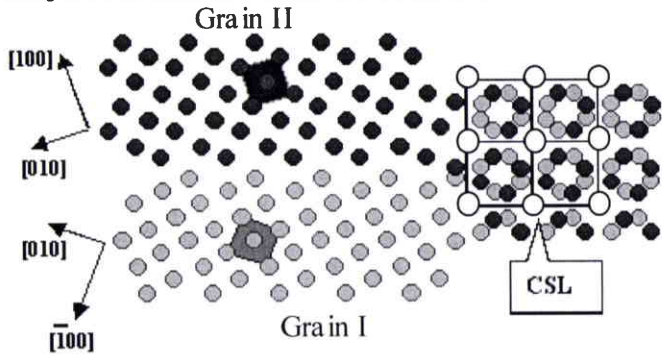


Fig. IV.5. Joint de coïncidence  $\Sigma 5$  formé par deux structures cubiques tournées de  $39.6^\circ$  autour de l'axe  $[001]$ . Les atomes blancs correspondent aux atomes en position de coïncidence lorsque l'on superpose les deux structures.

Dans les hexagonaux, les relations CSL dépendent du rapport  $c/a$ . Il y a très peu de possibilité de réseau de coïncidence stricte. En revanche, si l'on admet un petit écart de position entre les positions atomiques des deux structures, on peut définir un certain nombre de CSL : le Tableau IV.1 donne la liste des CSL calculés par BONNET et al. [1981] pour une structure hexagonale de rapport  $c/a = 1.589$  en admettant une déformation de l'un des deux réseaux ( $\epsilon = \epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3 = 0.021$  maximum).

$\Sigma$	Axe de rotation	Angle de désorientation
7a	$\langle 0001 \rangle$	21.8°
7b	$\langle 10-10 \rangle$	64.6°
11a	$\langle 10-10 \rangle$	35.1°
11b	$\langle 2-1-10 \rangle$	84.8°
13a	$\langle 0001 \rangle$	27.8°
13b	$\langle 2-1-10 \rangle$	57.4°
13c	$\langle 10-10 \rangle$	76.7°
17	$\langle 2-1-10 \rangle$	40.1°
17	$\langle 3-1-20 \rangle$	79.8°
19	$\langle 2-1-10 \rangle$	13.2°
19	$\langle 3-1-20 \rangle$	65.1°
19	$\langle 10-10 \rangle$	86.9°

Tableau IV.1. Liste de joints CSL dans une structure hexagonale avec un rapport  $c/a = 1.589$  [BONNET et al., 1981]

#### IV.1.4. Energie de joints de grains

L'énergie de joint de grains dépend de la structure du joint, et donc du type de joint de grains (à petit ou à grand angle ou CSL). D'une manière générale et si l'on exclut le cas particulier des CSL, les joints à petit angle ont une énergie plus petite que les joints à grand angle. La Fig. IV.6 montre un exemple classique de la dépendance de l'énergie en fonction de la désorientation du joint. Pour les joints à petit angle, elle augmente progressivement avec la désorientation et atteint un plateau pour les joints à grand angle. Ce genre de données est assez rare dans la littérature pour les cubiques et encore plus rare pour les hexagonaux. De plus il s'agit souvent de données partielles, concernant par exemple un axe de rotation particulier.

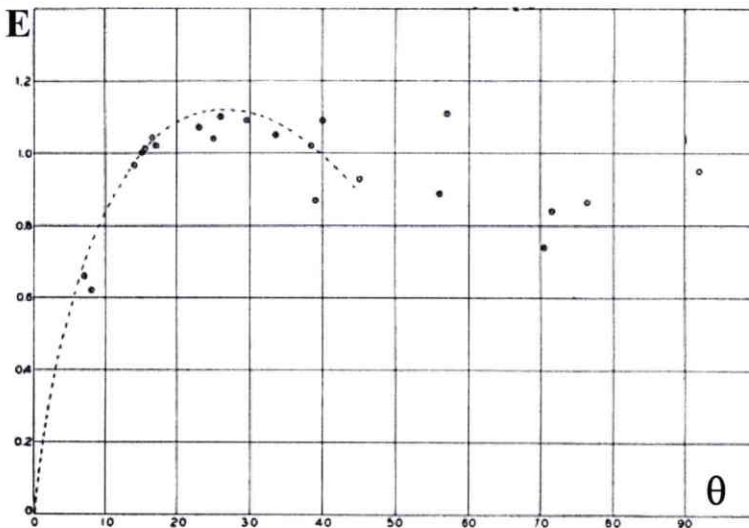


Fig. IV.6. Energie du joint de grain en fonction de la désorientation autour de l'axe  $\langle 110 \rangle$  dans Fe-3.5% pds-Si [DUNN et LIONETTI, 1949]

##### IV.1.4.1. Joint de grains à petit angle

READ et SHOCKLEY [1950] ont proposé un modèle permettant de calculer l'énergie des joints de flexion tel que celui représenté sur la Fig. IV.4.

Le joint est décrit comme un alignement de dislocations coin. L'énergie d'un joint de grains ( $\gamma_{gb}$ ) est calculée à partir de la densité de dislocation et de l'énergie associée à chaque

dislocation. Il est à noter que l'énergie d'une dislocation diminue lorsque la densité de dislocations augmente dans la paroi. L'énergie  $\gamma_{gb}$  s'écrit :

$$\gamma_{gb} = E_0 \theta (A_0 - \ln \theta) \tag{13}$$

où

$$E_0 = \mu b / 4\pi(1-\nu) \tag{14}$$

$$A_0 = 1 + \ln(b/2\pi r_0) \tag{15}$$

avec  $\theta$  : angle de désorientation,  $r_0$  : rayon du cœur de la dislocation,  $\nu$  : coefficient de Poisson,  $b$  : vecteur de Burgers,  $\mu$  : densité de dislocation.

#### IV.1.4.2. Joint de grains à grand angle

En raison de l'état chaotique de la structure des joints de grains à grand angle, on estime que son énergie serait la plus grande et indépendante de la désorientation sauf pour quelques relation de désorientation correspondant aux CSL [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. Pour illustrer la relation entre l'énergie et la désorientation des joints à grand angle, la Fig. IV.7 montre des résultats obtenus pour des joints de flexion dans l'aluminium [HASSON et GOUX, 1971]. [SUTTON et BALLUFFI, 1987] ont montré qu'il n'y a pas de relation simple entre l'énergie et la géométrie (axe, angle et plan) d'un joint de grains à grand angle. En revanche, il y aurait une relation linéaire entre l'expansion de volume due au désordre de la structure et l'énergie du joint de grains [WOLF et MERKLE, 1993].

L'énergie des joint de flexion reste constante pour les désorientation entre 20° et 70° autour de l'axe de désorientation <100> (Fig. IV.7.a). Entre 70° et 90°, l'énergie chute car on se trouve en réalité en présence de joints à petit angle, équivalents, dans la symétrie cubique, de ceux de 0 à 20° de désorientation. Pour les joints de flexion autour de <110>, on observe une chute rapide de l'énergie pour deux angles de désorientation correspondant à des CSL.

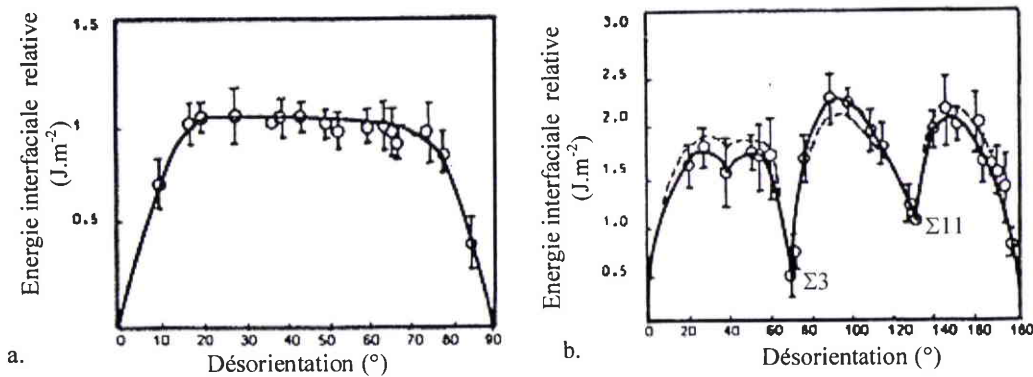


Fig. IV.7. Energie interfaciale relative dans de l'aluminium déterminée expérimentalement pour (a) les joints de flexion <100>. Les valeurs d'énergie mesurées pour chaque désorientation sont comparées par rapport à l'énergie du joint de flexion 37° <100> (b) les joints de flexion <110>. Les valeurs d'énergie mesurées pour chaque désorientation sont comparées par rapport à l'énergie du joint de flexion 129° <110> [HASSON et GOUX, 1971]

#### IV.1.4.3. CSL

L'énergie des joints à grand angle est plus faible pour le cas de CSL et augmente quand la désorientation dévie de celle du CSL. La Fig. IV.7.b. montre la variation de l'énergie interfaciale pour les joint de flexion <110> dans de l'aluminium. Certaines relations d'orientation sont caractérisées par une très basse énergie qui est liée à la meilleure

concordance de structure atomique pour les joints CSL. Cette augmentation est due à l'énergie du réseau pour créer des dislocations afin de conserver la propriété de CSL du joint de grain. La précision de l'énergie des CSL n'est pas simple. Certaines expériences ont montré que les joints de CSL perdent leurs propriétés si des impuretés sont présentes dans les joints de grain [PALUMBO et AUST, 1992].

#### IV.1.5. Mobilité des joints de grains

HUMPHREYS et HATHERLY [1996] ont récapitulé les connaissances concernant la mobilité de joints de grains en fonction de la désorientation, pour les joints de grains à petit et à grand angle.

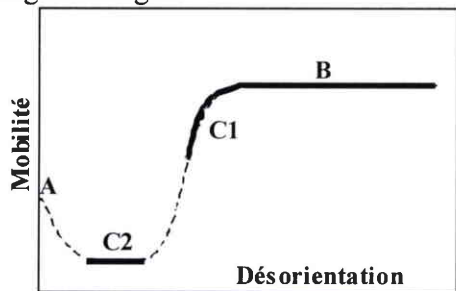


Fig. IV.8. Une représentation schématisée de la mobilité des joints de grains généraux en fonction de la désorientation [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]

Le cas A de la Fig. IV.8 correspond aux joints de grains à très petit angle de désorientation. Dans ce domaine, le mécanisme qui pourrait avoir lieu pendant la migration du joint est la montée de dislocation. Pour les angles de désorientation très faibles, la mobilité baisse quand la désorientation augmente.

Dans le cas opposé B, les joints de grains deviennent des joints à grand angle. Le mécanisme dominant pendant la migration de ces joints de grains est le saut atomique ou la diffusion à travers le joint. La mobilité de ce type de joints est indépendante de la désorientation à l'exception des désorientations qui correspondent aux CSL. Les CSL présentent généralement une mobilité accrue.

La mobilité des joints de CSL n'est cependant pas toujours plus grande que les autres type de joints de grains. Pour certains matériaux, une croissance rapide a été associée à des CSL mais il existe également des CSL qui ont une faible mobilité comme par exemple les  $\Sigma 3$  dans le cuivre [GRAHAM et CAHN, 1956].

Pour le cas C2, il n'y a pas de mécanisme bien défini pour expliquer la faible valeur de mobilité dans cette zone. Pendant le recuit de l'aluminium à 300°C, la mobilité des joints de  $\sim 5^\circ$  de désorientation est 10 à 30 fois moins élevée que celle de joints de grains à grand angle [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].

La région de C1 est caractérisée par une augmentation de mobilité de joints de grains. Les atomes dans les joints doivent se déplacer sur une distance de  $D$ , qui diminue quand la désorientation augmente, ce qui rend la diffusion des atomes plus facile.

En plus de la structure cristalline, plusieurs autres facteurs influencent la mobilité de joints de grain, comme nous allons le rappeler dans les paragraphes suivants.

#### IV.1.6. Influence des impuretés

Les impuretés, qu'elles soient présentes sous formes d'atomes en solution ou des précipités, influencent la croissance de grains car elles ont tendance à ségréger aux joints de grains.

#### IV.1.6.1. Atomes en solution

La présence d'impuretés en solution induit une force de freinage qui ralentit la migration des joints. D'après le modèle de Cahn-Lucke-Stuwe (CLS) [CAHN, 1962] [LUCKE et STUWE, 1963], les atomes en solution ralentissent surtout l'avancement de joints de grains à basse vitesse de migration. La Fig. IV.9 illustre schématiquement l'influence des atomes en solution en fonction de la force motrice de migration des joints de grains. Quand le matériau est très pur, la pression motrice ( $P$ ) est linéaire à la vitesse de croissance. La pente de la droite est égale à la mobilité,  $m$  ( $V=m.P$  (3)). La présence des atomes en solution baisse la mobilité des joints de grains, ce qui diminue également la vitesse de migration des joints. Cet effet ne reste pas constant car à partir de certaine pression motrice de migration des joints de grains, les joints de grains se décrochent de l'effet des atomes en solutions. Il faut également noter que l'augmentation de la température de recuit diminue la force de freinage due aux atomes en solution. En conséquence, l'énergie d'activation apparente pour la migration des joints de grains diminue quand la température de recuit augmente.

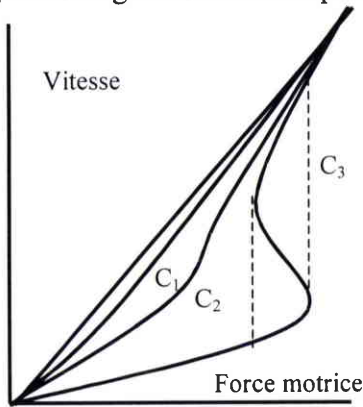


Fig. IV.9. Prédiction de vitesse de migration des joints de grains dans différents matériaux avec taux d'atomes en solution différent ( $C_3 > C_2 > C_1$ ) [LUCKE et STUWE, 1963]

#### IV.1.6.2. Précipités

Dans la croissance des grains, la présence des précipités peut ralentir ou même empêcher la migration du joint de grains. Cette force de freinage dépend fortement de la taille, de la fraction volumique et de la distribution des particules dans le matériau. Quand la force de freinage est égale à la force motrice de migration des joints de grains, la croissance de grains s'arrête. Dans le modèle de Zener [GOTTSTEIN et SHVINDLERMAN, 1999], la force de freinage par unité de surface de joint de grains est définie par :

$$P_z = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_v \cdot \gamma}{r} \quad (16)$$

avec  $P_z$  : pression de freinage exercée par les particules [ $N.m^{-2}$ ],  $F_v$  : fraction volumique des précipités distribués aléatoirement,  $\gamma$  : énergie spécifique du joint de grain [ $J.m^{-2}$ ],  $r$  : rayon des particules sphériques [m].

La croissance des grains va cesser quand  $P = P_z$ ,  $P$  étant la pression sous laquelle le joint de grain est mobile ( $P = (2\gamma/\rho)$ , équation (4)), d'où on peut estimer la taille limite de grains :

$$D_{Zener} = \frac{4}{3 \cdot C_1} \cdot \frac{r}{F_v} \quad (17)$$

#### IV.1.7. Croissance anormale de grains

Pendant la croissance de grains, il peut y avoir une instabilité de microstructure, où quelques grains se développent excessivement au détriment du reste de la microstructure recristallisée. Cette croissance anormale est également appelée **la recristallisation secondaire**.



Le changement de régime de la croissance de grain de type normal en anormale repose essentiellement sur la présence des précipités, l'effet de l'épaisseur ou de la texture.

La croissance anormale de grains peut avoir lieu dans un matériau si la croissance normale de grains stagne en raison du freinage par les précipités. Lorsque la température s'élève, les joints de grains peuvent se décrocher des précipités (soit parce que leur pression motrice de migration devient plus grande que la pression de freinage quand elle diminue par dissolution ou coalescence des précipités). Leur migration est alors rapide car la température est élevée. Si parmi tous les joints de grains, certains ont une vitesse de migration plus grande, ils vont favoriser le développement des grains correspondant au détriment des grains dont les joints progressent moins vite ou dont les joints sont encore fortement freinés.

Le caractère normal ou anormal de la croissance de grains peut être prédit grâce à un paramètre, le nombre de Zener  $Z$ , définit par:

$$Z = \frac{3 \cdot F_v \cdot R}{d} \quad (18)$$

avec  $R$  : rayon moyen des grains assimilés à des sphères [ $\mu\text{m}$ ],  $d$  : diamètre des particules [ $\mu\text{m}$ ] [HUMPHREYS, 1997b]. Selon la valeur de ce nombre, plusieurs régimes de croissance peuvent être prédits [HUMPHREYS 1997b] :

$Z = 0$	Croissance normale des grains
$0 < Z < 0.1$	Elargissement de la distribution des tailles des grains
$0.1 < Z < 0.25$	Croissance anormale et croissance normale des grains
$0.25 < Z < 1$	Croissance anormale uniquement
$Z > 1$	Aucune croissance, la microstructure reste stable

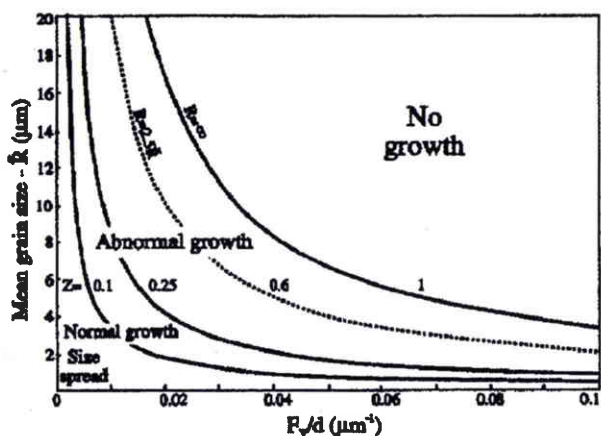


Fig. IV.10. Types de croissance de grains en fonctions de la taille moyenne des grains et de la dispersion des particules. La ligne en pointillés correspond à  $Z = 0.6$ , qui est la condition pour la croissance anormale d'un grain de diamètre 2.5 fois le diamètre moyen de toute la microstructure, d'après [HUMPHREYS, 1997b].

Une croissance anormale de grains est également possible dans un matériau avec une texture marquée car la plupart des joints de grains sont à petit angle et donc de faible énergie et de faible mobilité. Il suffit qu'il y ait quelques grains avec un avantage de taille et qui possèdent une forte désorientation avec la composante majoritaire de la texture dans du matériau, pour que ces grains grossissent anormalement. Contrairement à la croissance anormale due à la présence de précipités, la croissance anormale par effet de texture n'est pas sensible à la température.

#### IV.1.8. Couplage entre texture et croissance de grains

##### IV.1.8.1. Influence de la texture sur la cinétique de croissance de grains

La cinétique de croissance de grains peut être influencée par la présence d'une texture aiguë [BECK et SPERRY, 1949]. Dans un matériau avec une texture très marquée constituée d'une seule composante, les grains ont tous une orientation proche. Les joints de grains sont

la plupart de nature des joints de grains à petit angle avec une faible mobilité et une faible énergie. En conséquence, la force motrice de croissance de grains diminue et également la cinétique de croissance de grains.

#### **IV.1.8.2. Evolution de la texture pendant la croissance de grains.**

Le changement de texture dans la plupart des matériaux se passe pendant la recristallisation. Mais pour le titane et le zirconium, le changement principal de texture se passe pendant la croissance de grains. La Fig. IV.11 montre une représentation schématique des textures obtenues «après la croissance de grains». Dans la plupart des cas, le changement de texture pendant la croissance de grains est dû à la croissance anormale des grains comme le cas de Fe-3%Si [CHEN et al., 2003], ou dans le cas de Al-1%Mn [RIOS et GOTTSTEIN, 2001].

Pour le titane pur [SINGH et SCHWARZER, 2002] [WAGNER et al., 2002], la composante qui devient majoritaire après la croissance de grains est  $\{02-25\}\langle 2-1-10\rangle$  ou  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . Dans des travaux antérieurs [NAKA, 1978][HU et CLINE, 1968], les phases de recristallisation et de croissance de grains n'avaient pas été étudiées séparément mais le changement de texture avait déjà été attribué à un mécanisme de sélection de croissance. La croissance anormale n'a jamais été évoquée dans le titane commercialement pur.

En ce qui concerne l'évolution de la texture au cours du recuit après un laminage à froid, la bibliographie est plus limitée pour le zirconium très peu allié. L'évolution de texture du zirconium pendant le recuit serait similaire à celle du titane car leur rapport c/a est proche (Ti : 1.58705 et Zr : 1.593) [GREWEN, 1973]. C'est à dire que la texture après le recuit (sans distinction entre la texture après la recristallisation ou après la croissance de grains) est caractérisée par une composante majoritaire  $\{0\ 2\ -2\ 5\}\langle 2-1-10\rangle$ , ou  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . MACGEARRY et LUSTMAN [1951] ont mené une étude sur le zirconium très peu allié portant surtout sur le développement microstructural pendant la recristallisation sans détail sur l'évolution de texture elle-même. Il y a plus de données concernant l'évolution de texture lors des traitements laminage-recuit pour le Zircaloy-4 [DEREP, 1981] [CHARQUET et BLANC, 1984] [CHAUBET et al., 2002], dont la teneur en précipités est plus importante. La texture évolue peu au cours de la recristallisation mais elle change au cours de la croissance de grains (de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  vers  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ ).

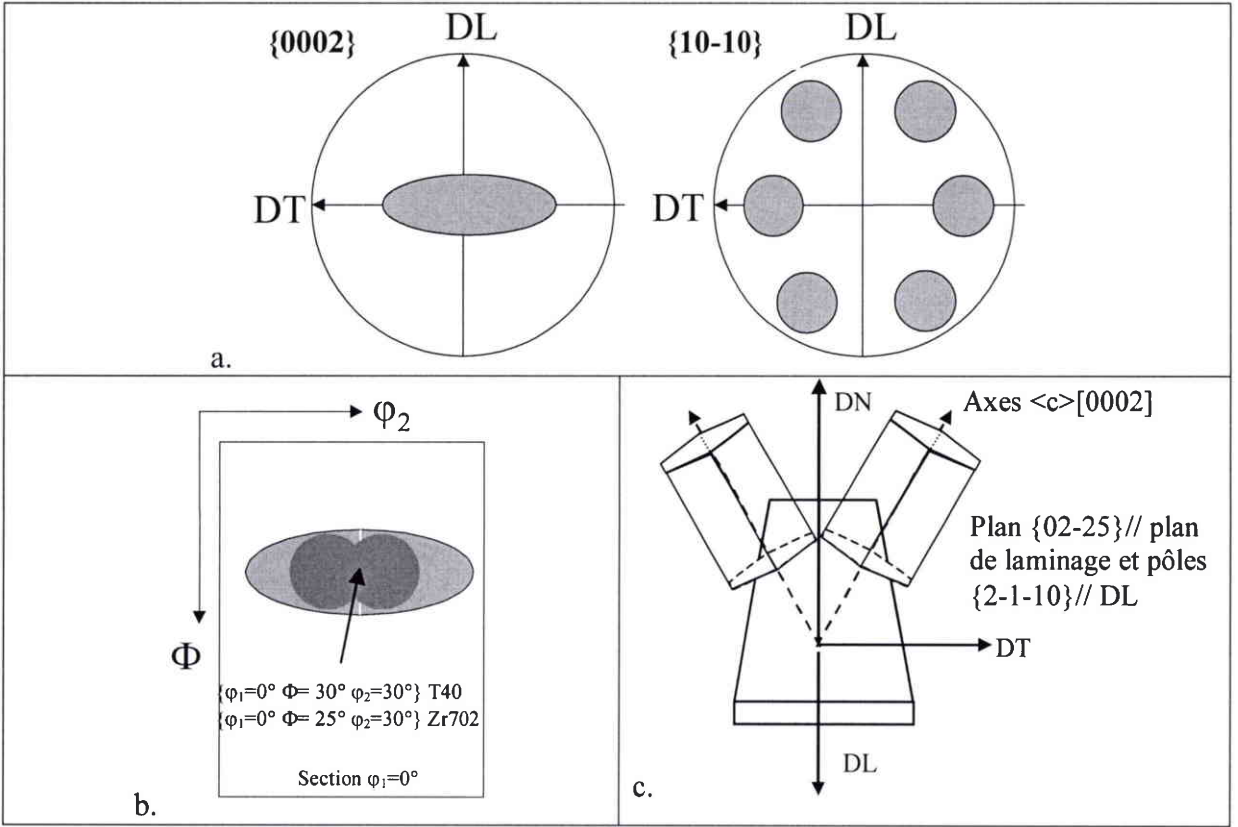


Fig. IV.11. Texture de croissance de grains du titane  $\alpha$  et du zirconium  $\alpha$  présentées par (a) FDP  $\{0002\}\{10-10\}$ , (b) section à  $\phi_1=0^\circ$  de la FDO. (c) Une représentation schématique de l'orientation des grains dans le repère échantillon.

## **IV.2. Résultats concernant la croissance de grains**

Nous allons maintenant présenter nos résultats concernant l'évolution de la microstructure et de la texture dans le T40 puis dans le Zr702. Pour les deux matériaux, nous avons procédé à un recuit préliminaire de recristallisation afin de découpler les effets de la croissance de grains de ceux de la recristallisation. La cinétique de croissance de grains a été évaluée de manière à maîtriser les paramètres de recuit pour la production d'échantillons de TGM variable. L'évolution de la texture en fonction de la TGM a été mesurée par DRX pour assurer une bonne qualité statistique et par EBSD afin de suivre l'évolution de paramètres microstructuraux et de les coupler à la texture locale.

### **IV.2.1. Croissance de grains dans le T40**

#### **IV.2.1.1. Evolution de la microstructure**

Pour le T40, la recristallisation se termine au bout de quatre heures à 500°C. Pour l'étude de la croissance de grains, les recuits préliminaires ont été effectués à 540°C pour gagner du temps. A cette température, la recristallisation se termine au bout de 24 minutes. Pour produire des échantillons de TGM variant sur une plage suffisamment grande, mais avec des recuits de durée raisonnable, nous avons travaillé à 600°C, 700°C et 800°C et des durées de 5 à 100 minutes.

##### **a) Evolution de la TGM et de la distribution des tailles de grains**

La microstructure de départ pour l'étude de la croissance de grains correspond à celle obtenue juste à la fin de la recristallisation (recuit de 24 minutes à 540°C). La microstructure est alors caractérisée par des grains équiaxes avec une distribution de taille de grains uni-modale (Fig. IV.12.a et b). La TGM pour le T40 juste après la recristallisation est de 3  $\mu\text{m}$ .

Il a été observé localement dans la microstructure initiale et en début de croissance de grains ( Fig. IV.12.a et c), l'existence de petit paquets, que nous appellerons «colonies», de gros grains et «colonies» de plus petits grains. La différence de taille entre les différentes «colonies» s'atténue au cours de la croissance. Cela peut être expliqué par le fait que la vitesse de croissance dans les «colonies» de petits grains est supérieure à celle des «colonies» de gros grains (la force motrice de croissance est proportionnelle à la surface de joint de grains par unité de volume [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]). La différence de taille moyenne observée dans les différentes «colonies» au début de la croissance de grains résulte des mécanismes et de la cinétique de la recristallisation qui varient d'un endroit à l'autre.

La croissance de grains du T40 pendant le recuit est caractérisée par une croissance normale de grains. Les grains restent équiaxes tout au long de la croissance (Fig. IV.12.a,c,e,g) avec une distribution des tailles de grains toujours uni-modale (Fig. IV.12.b,d,f,h). La forme de la distribution des tailles de grains reste similaire avec un écart type proportionnel à la TGM (Fig. IV.12.j). Il n'a pas été observé de grains particulièrement gros par rapport à la moyenne, le titane ne subit donc pas de croissance exagérée. Le Tableau IV.2 dresse la liste des échantillons de recuit correspondants et la TGM déterminée par analyse d'images de microscopie optique. Ces données sont reportées sur la Fig. IV.12.i qui montre l'évolution de la taille de grains en fonction du temps et de la température.

Les données à 800°C sont plus dispersées qu'à 600 ou 700°C. La taille de grains étant plus élevée, les micrographies optiques ont été réalisées à un grandissement plus faible, et donc avec une résolution spatiale moindre. Il est alors plus difficile de distinguer les plus petits grains, dont une certaine proportion n'est donc pas comptabilisée, ce qui augmente l'incertitude sur les données de départ.

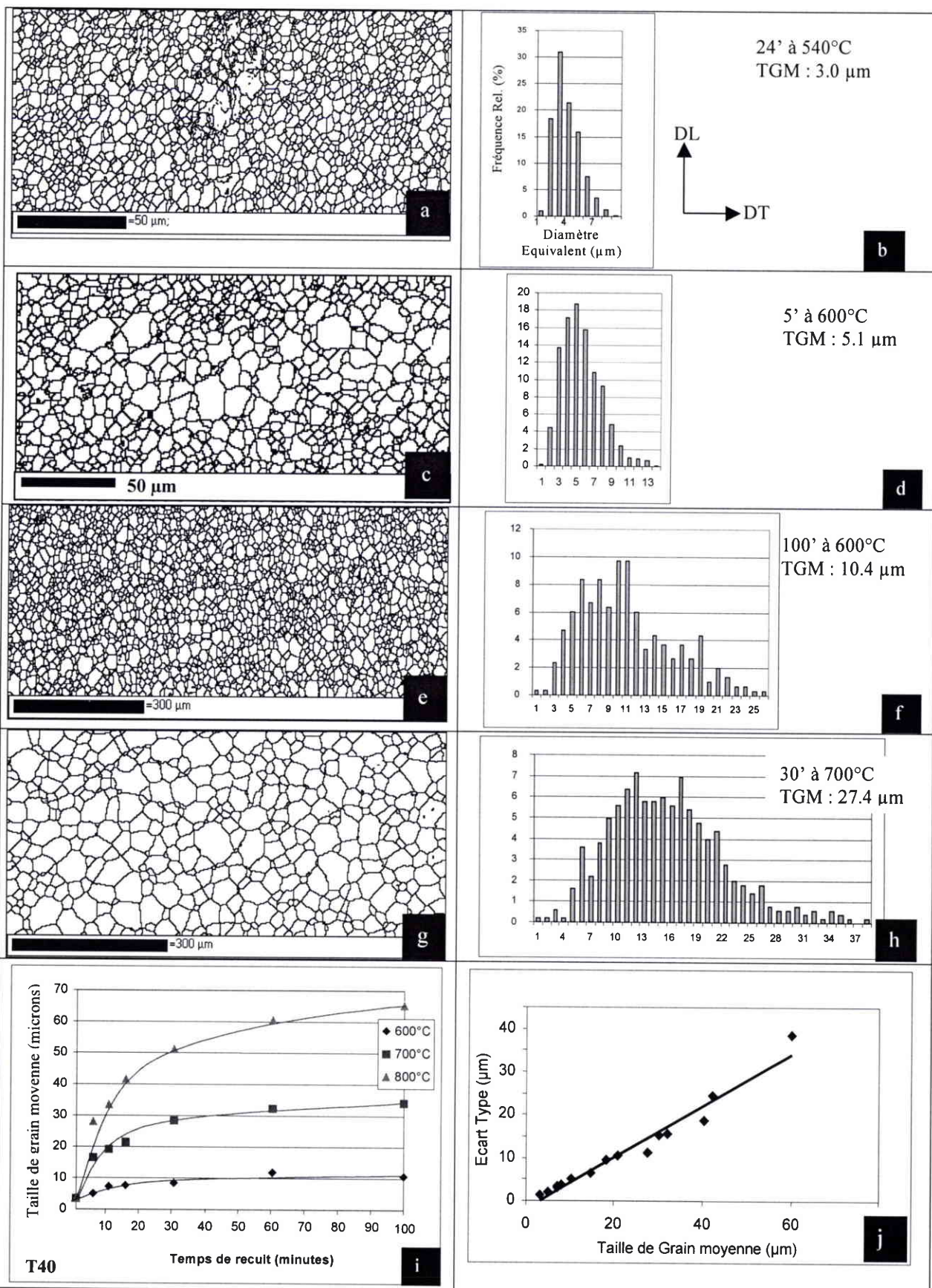


Fig. IV.12. (a,c,e,g) Microstructure du T40 en fonction de la durée de recuit dans la phase de croissance de grains. (b,d,f,h) Distribution des tailles de grains correspondant à la microstructure correspondant. (i) Evolution de la TGM en fonction du temps et de la température de recuit. (j) Evolution de l'écart type en fonction de la TGM

Référence	Traitement Thermique	TGM
T54024	540°C 24 mn	3,0
T6005	540°C 24 mn + 600°C 5 mn	5,1
T60010	540°C 24 mn + 600°C 10 mn	7,1
T60015	540°C 24 mn + 600°C 15 mn	7,3
T60030	540°C 24 mn + 600°C 30 mn	8,3
T600100	540°C 24 mn + 600°C 100 mn	10,4
T7005	540°C 24 mn + 700°C 5 mn	15,1
T70010	540°C 24 mn + 700°C 10 mn	18,8
T70015	540°C 24 mn + 700°C 15 mn	20,9
T70030	540°C 24 mn + 700°C 30 mn	27,4
T70060	540°C 24 mn + 700°C 60 mn	30,1
T700100	540°C 24 mn + 700°C 100 mn	32,8
T8005	540°C 24 mn + 800°C 5 mn	28,2
T80010	540°C 24 mn + 800°C 10 mn	32,1
T80015	540°C 24 mn + 800°C 15 mn	40,8
T80030	540°C 24 mn + 800°C 30 mn	42,7
T80060	540°C 24 mn + 800°C 60 mn	59,8
T800100	540°C 24 mn + 800°C 100 mn	64,2

Tableau IV.2. TGM en  $\mu\text{m}$  pour le T40

### b) Détermination des paramètres de cinétique de croissance de grains

A partir des tailles de grains mesurées, les paramètres A et n des lois cinétiques aux différentes températures, ainsi que la valeur de l'énergie d'activation Q de migration de joints de grains, peuvent être déterminés à l'aide de l'équation (19) obtenue à partir de l'équation (12).

$$\ln\left(\frac{dD}{dt}\right) = \left(\ln\frac{A}{n}\right) - ((n-1) \cdot \ln D) \quad (19)$$

Pour obtenir la valeur de n et A à chaque température, il suffit de tracer le graphique bi-logarithmique de  $dD/dt$  en fonction de la TGM (Fig.IV.13).  $dD/dt$  peut être déterminé en mesurant la pente de la tangente aux courbes  $D(t)$  de la Fig. IV.12.i. Ce tracé donne une droite de pente (1-n) et d'ordonnée à l'origine  $\ln(A/n)$ .

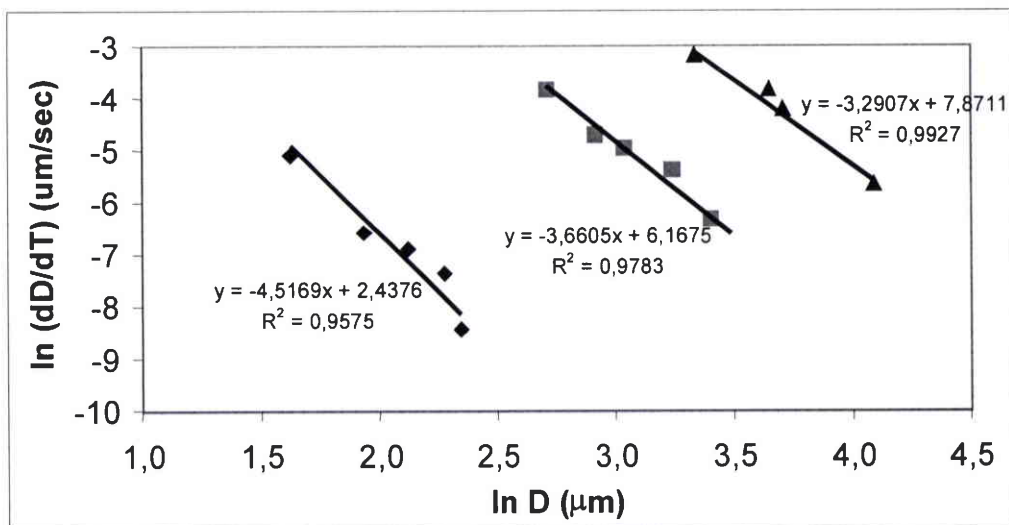


Fig. IV.13. Graphique de  $\ln(D/dt) - \ln D$  pour le traitement à 600°C, 700°C et 800°C de T40

Le Tableau IV.3 donne les valeurs des paramètres A et n pour chaque température pendant la croissance de grains du T40. Les valeurs de n diminuent avec la température.

	T	600°C	700°C	800°C
T40	n	5.5	4.7	4.3
	A ( $\mu\text{m}^n \cdot \text{sec}^{-1}$ )	63	2271	11393

Tableau IV.3. Paramètres de croissance de grains (n et A) du T40 pour chaque température de recuit appliquée.

Le paramètre A suit une loi d'Arrhenius, l'énergie d'activation de la migration des joints de grains peut être déterminée en traçant  $\ln A$  en fonction de  $1/T$  (Fig. IV.14) :

$$\ln A = \ln A_0 - Q/RT \quad (20)$$

avec  $R=8.316 \text{ J/K.mol}$ .

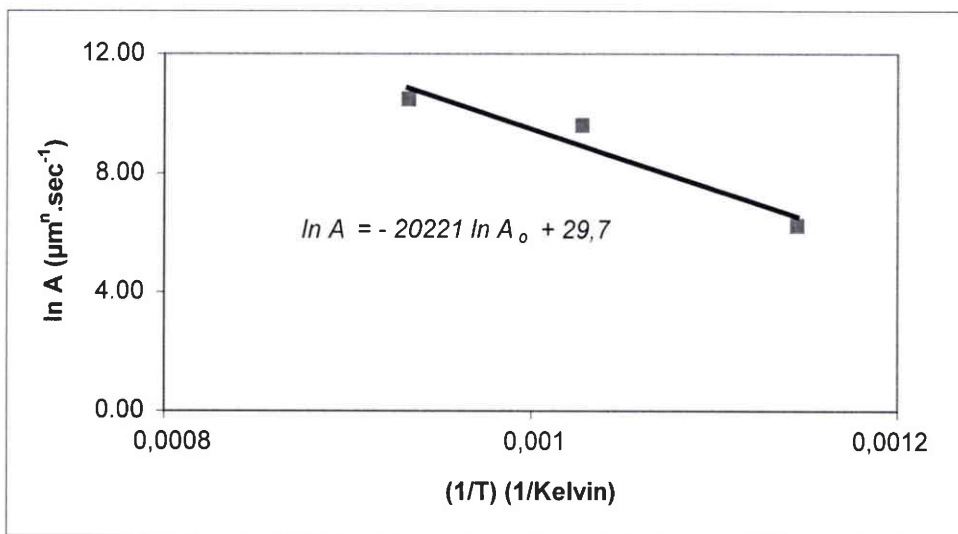


Fig. IV.14. Graphique de détermination de l'énergie d'activation de la migration des joints de grains dans le T40.

$-Q/R$  est la pente de la droite,  $\ln A_0$  est l'ordonnée à l'origine. Les valeurs de  $Q$  et  $A_0$  obtenues à partir de nos données sont indiquées dans le Tableau IV.4.

	Q (kJ/mol)	$A_0$ ( $\mu\text{m}^n \cdot \text{sec}^{-1}$ )
<b>2D</b>	<b>204.5</b>	<b><math>1.3 \cdot 10^{14}</math></b>

Tableau IV.4. Valeurs de l'énergie d'activation de migration de joints de grains (Q) et du facteur pré-exponentiel de la loi d'Arrhénius  $A_0$ .

La détermination de l'énergie d'activation permet d'établir une loi d'équivalence temps-température. Soient deux traitements de durées différentes  $t_1$  et  $t_2$  à des températures différentes  $T_1$  et  $T_2$ , ces deux traitements mèneront à la même taille de grains  $D$  si :

$$D^n - D_0^n = A_1 \times t_1 = A_2 \times t_2 \quad (21)$$

$$A_0 \cdot t_1 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T_1}\right) = A_0 \cdot t_2 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T_2}\right) \quad (22)$$

$$\frac{t_1}{t_2} = \exp\left(\frac{Q}{R}\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right) \quad (23)$$

Cette loi n'est qu'approximative puisqu'elle suppose implicitement que  $n$  ne varie pas avec la température, mais elle est utile pour optimiser les conditions de recuit.

#### IV.2.1.2. Evolution de la texture

##### a) Evolution de la texture globale

L'évolution de la texture au cours de la croissance de grains dans le T40 a été déterminée en mesurant une série d'échantillons dont la TGM varie de 3 à 64  $\mu\text{m}$ .

La texture du titane commercialement pur change au cours de la croissance de grains. La Fig. IV.15 montre des textures mesurées par DRX et la Fig. IV.16 des textures mesurées par EBSD. La texture de départ est celle obtenue en fin de recristallisation (Fig. IV.15.a et 16.a). Les composantes dominantes de la *texture de laminage* sont retenues après la recristallisation du T40. La texture de recristallisation est caractérisée par la composante majoritaire  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  et des composantes mineures  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  sera ensuite appelée *la composante majoritaire de la texture de laminage*. Sur les FdP  $\{0002\}$  et  $\{10-10\}$ , cette texture se traduit par les axes  $\langle c \rangle$  qui sont inclinés de  $+40^\circ$  et  $-40^\circ$  de DN dans le plan DN-DT et les pôles  $\{10-10\}$  qui sont parallèles à DL (Fig. IV.15.a).

Pendant la croissance de grains, la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=90^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  disparaît assez vite et la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  se développe puis elle devient majoritaire quand la TGM est importante (Fig. IV.15.d et Fig. IV.16.d-e). Cette composante sera appelée par la suite, *la composante majoritaire de la texture de croissance de grains*. Sur les FdP  $\{0002\}$  et  $\{10-10\}$ , cette texture se traduit par les axes  $\langle c \rangle$  qui sont basculés à  $\pm 30^\circ$  de DN dans le plan DN-DT et les pôles  $\{1-210\}$  parallèles à DL.



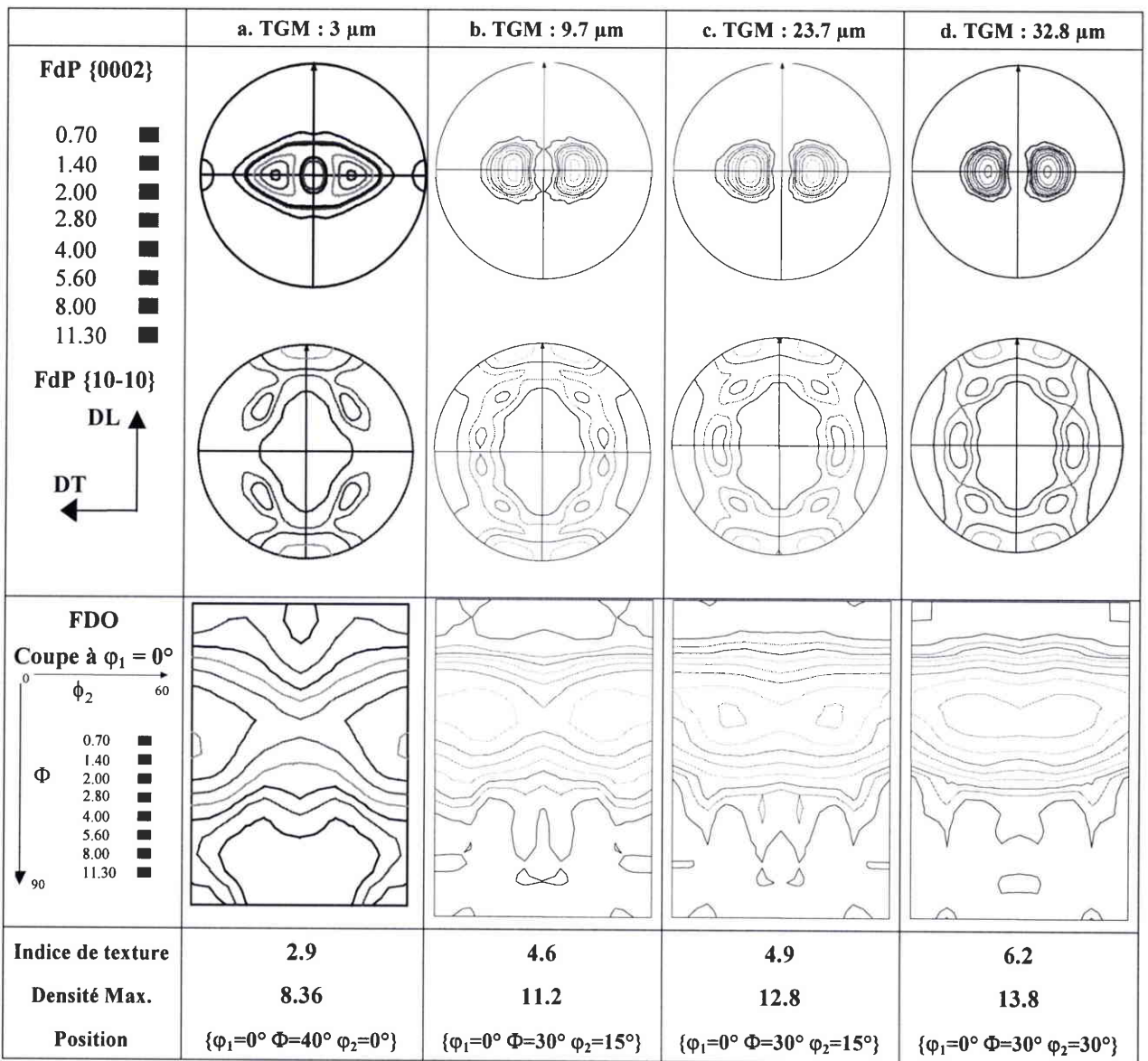


Fig. IV.15. Evolution de texture du T40 est présentée par les FdP {0002} et {10-10} et les sections à  $\phi_1=0^\circ$  de la FDO des échantillons mesurés par DRX correspondant à des TGM de 3 à 32.8  $\mu\text{m}$ .

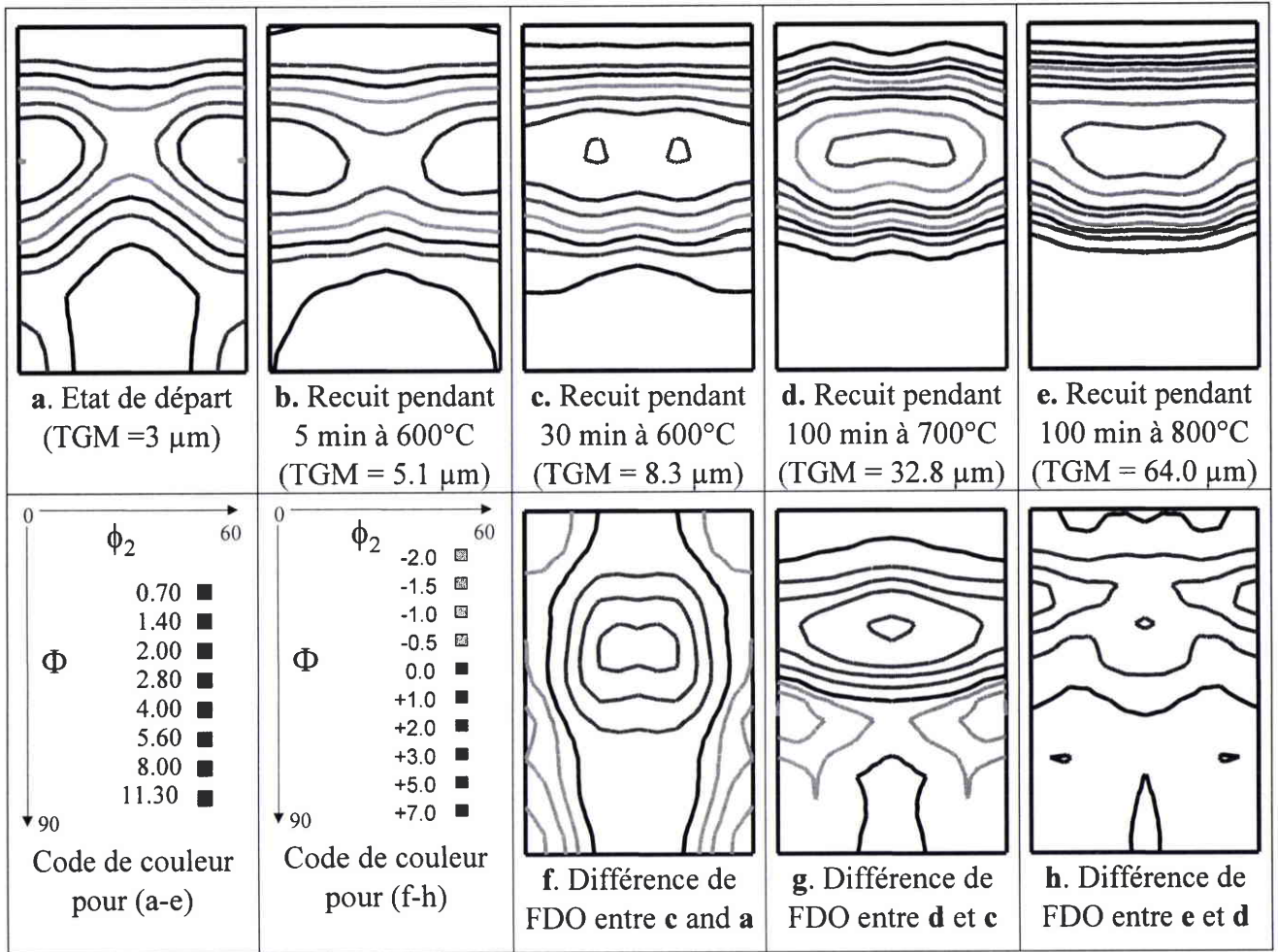


Fig. IV.16.(a-e). Sections à  $\phi_1=0^\circ$  de la FDO (textures mesurées par EBSD) pour des échantillons de TGM croissante (f-h) Sections à  $\phi_1=0^\circ$  de la fonction de différence de texture entre différents états.

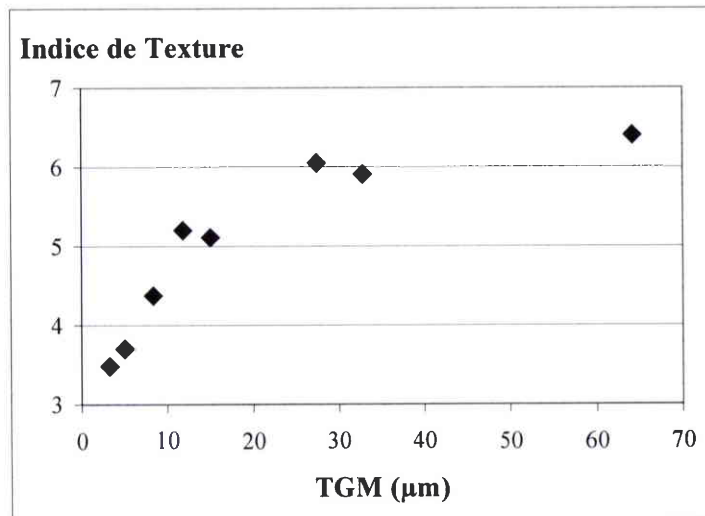


Fig. IV.17. Evolution de l'indice de texture en fonction de TGM

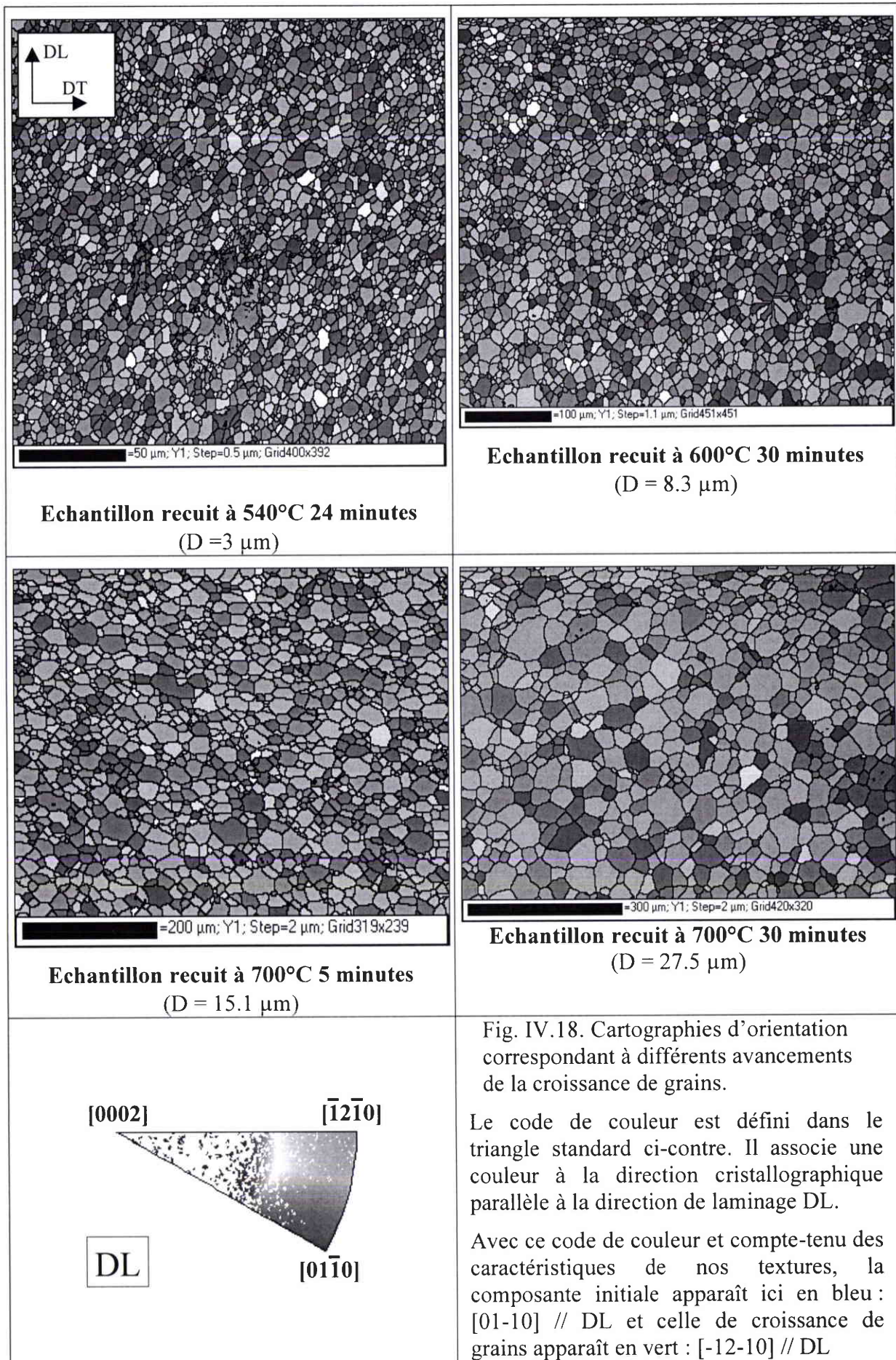
L'indice de texture, qui donne une mesure de l'acuité de texture, est de 2.9 pour la texture de fin de recristallisation et sa valeur augmente jusqu'à 6.4 pour l'échantillon avec une taille de grain moyenne de 64  $\mu\text{m}$  (Fig. IV.17). Ces valeurs ne sont pas très élevées, ce qui traduit le fait

que les textures ne sont pas très marquées, avec une large dispersion autour des orientations majoritaires. On remarque que l'indice de texture augmente de moins en moins vite au cours de la croissance de grains.

La IV.18 montre des cartographies d'orientation obtenues par EBSD, dans un code de couleur permettant de distinguer approximativement les composantes majoritaires de la texture de laminage (en bleu) et de la texture de croissance de grains (en vert). En fait la caractérisation complète de l'orientation nécessite de représenter deux cartographies de la même zone avec un code de couleur montrant la position de deux directions macroscopiques (DN et DL par exemple), mais pour les matériaux étudiés ici, la plupart des axes  $\langle c \rangle$  sont autour de DN. Les grains avec leur axe  $\langle c \rangle$  proche du plan de laminage sont facilement identifiés par leur couleur rouge.

Ces cartographies montrent qu'au cours de la croissance de grains, les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche du plan de laminage ( $\Phi = \sim 90^\circ$ ) disparaissent assez vite. Ceci est montré par la disparition des grains en rouge au cours de la croissance de grains. Visuellement, la proportion de grains colorés en vert, augmente, tandis que les bleus diminuent, ceci traduit le développement de la composante majoritaire de la texture de croissance de grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . Ces observations sont en parfait accord avec l'évolution de texture globale décrite.

La texture mesurée par EBSD (Fig. IV.16.a-e) donne une évolution identique à celle mesurée par la DRX (Fig. IV.15). L'intérêt des mesures EBSD dans cette étude réside surtout dans la possibilité d'en tirer des cartographies d'orientation, la texture partielle de familles de grains suivant leur taille ou encore d'obtenir l'histogramme et la cartographie des désorientations entre grains.



## b) Calcul de différence de texture

Une comparaison plus quantitative entre les différents états d'évolution de texture a été faite à partir des mesures EBSD en calculant des fonctions de différence de FDO (Fig. IV.16.f-h). Le but de ce calcul de différence de FDO est de mieux mettre en évidence les orientations qui disparaissent et celles qui se développent pendant la croissance de grains. A partir des Fig. IV.16.f et g, il est clair que la composante majoritaire de la texture de croissance de grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  croît au cours de la croissance de grains et son développement se présente sous forme d'un pic large centré autour de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

La Fig. IV.16.f montre la section de  $\varphi_1=0^\circ$  de la différence de texture entre l'état de TGM de 8.3  $\mu\text{m}$  et celui de départ (3  $\mu\text{m}$ ). Le développement de texture entre ces deux états peut être divisé en deux parties :

- Le développement de la composante de croissance de grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  qui est présenté par les lignes rouges formant un pic large centré à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$
- La disparition des orientations situées à  $\varphi_2$  proche de  $0^\circ$  ( $\cong 60^\circ$ ) et  $\Phi$  inférieur à  $20^\circ$  ou supérieur à  $65^\circ$ . Les sections de  $\varphi_1$  de  $0^\circ$  jusqu'à  $35^\circ$  montrent les mêmes tendances alors que les sections de  $\varphi_1$  supérieures à  $40^\circ$  contiennent seulement des orientations qui disparaissent.

La Fig. IV.16.g montre la section à  $\varphi_1=0^\circ$  de la différence de texture entre l'état de TGM de 32.8  $\mu\text{m}$  et celui de 8.3  $\mu\text{m}$ . La composante majoritaire de la texture de croissance de grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  continue à se développer. Les orientations qui disparaissent sont maintenant situées à  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  proche de  $0^\circ$  et  $\Phi$  entre 40 et  $65^\circ$  car il ne reste plus de grains avec une orientation dans les régions de  $\Phi < 20^\circ$  et de  $\Phi > 65^\circ$ . Pour les sections de  $\varphi_1 > 40^\circ$  (non présentées dans ce document), il existe encore des zones négatives ce qui indique qu'il y subsiste des orientations qui disparaissent entre la TGM de 8.3  $\mu\text{m}$  et la TGM de 32.8  $\mu\text{m}$ .

La Fig. IV.16.h montre la différence de texture entre l'échantillon avec une TGM de 64  $\mu\text{m}$  et celui de 32.8  $\mu\text{m}$ . Le changement de texture est plus faible entre ces deux états alors que la TGM est multipliée par deux. Les orientations qui se développent sont dans les régions autour  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ , avec un peu d'avantage pour les orientations de  $\varphi_2$  proche de  $0^\circ$ . Entre ces deux états, les orientations qui disparaissent concernent surtout des orientations avec  $\varphi_1 \cong 30^\circ$ ,  $\Phi \cong 40^\circ$  et  $\varphi_2 \cong 0^\circ$ . Les orientations avec  $\varphi_1 > 45^\circ$  n'existent quasiment plus.

L'indice de différence de texture  $J_{\text{diff}}$  et la fraction volumique réorientée  $V_R$  ont été calculés à partir des fonctions de différence de texture entre les échantillons ayant subi différents traitements de croissance de grains et l'état initial.

La variation de l'indice de différence de texture correspondant à ces fonctions est reportée sur la Fig. IV.19 en fonction de la TGM. L'indice de différence de texture augmente tout au long de la croissance de grains mais de moins en moins vite.

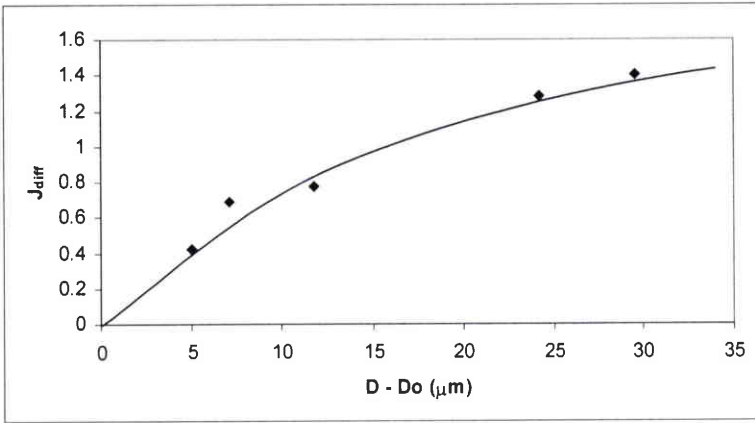


Fig. IV.19. Indice de différence de texture ( $J_{diff}$ ) en fonction de la croissance de grains  $D-D_0$  (Indices relatifs aux différences de texture entre les échantillons de TGM= $D$  et l'état initial de TGM= $3 \mu m$ )

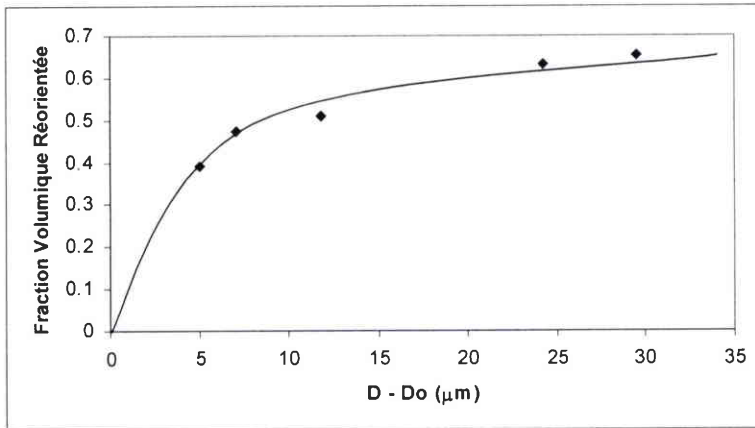


Fig. IV.20. Fraction volumique réorientée  $V_R$  en fonction de la croissance de grains  $D-D_0$  (Fractions relatives aux différences de texture entre les échantillons de TGM= $D$  et l'état initial de TGM= $3 \mu m$ )

La fraction volumique réorientée elle aussi augmente de moins en moins vite au cours du processus de croissance de grains (Fig. IV.20). L'évolution de fraction volumique réorientée montre qu'il y a approximativement 70% de matière qui change son orientation au cours de la croissance de grains. Le changement d'orientation est rapide au début de la phase de croissance de grains mais il ralentit à partir de  $15 \mu m$  d'augmentation de TGM.

Au cours de la croissance de grains, il peut se mettre en place un mécanisme que nous appellerons « réciproque » qui ne change pas la texture globale. Prenons deux orientations  $g_A$  et  $g_B$ . Si en certains endroits des grains A consomment des grains B et que simultanément, ailleurs dans le matériau des grains B consomment des grains A dans les mêmes proportions, les fractions volumiques associées à  $g_A$  et  $g_B$  ne changent pas. Ce mécanisme réciproque n'est donc pas détecté dans les fonctions de différence de texture.

La part du mécanisme réciproque peut être calculée par différence de la fraction volumique totale balayée par les joints de grains ( $\Delta V$ ) et de la fraction volumique réorientée ( $V_{diff}$ ). Lorsqu'un grain de TGM  $D_1$  qui correspond au volume  $V_1$  grossit pour arriver à la TGM  $D_2$  (de volume  $V_2$ ), la fraction volumique balayée par les joints du grain peut s'exprimer comme :

$$\Delta V = (V_2 - V_1) / V_2 \quad (24)$$

Pour calculer  $V_1$  et  $V_2$  nous avons utilisé la TGM en 3D (dédue de la TGM en 2D par la méthode de SALTYKOV [1958]). La fraction volumique réorientée au cours de cette étape de croissance peut être calculée à partir de la fonction de différence de texture  $\Delta f(g)$  entre les états de TGM= $D_1$  et de TGM= $D_2$  :

$$\Delta f(g) = f_2(g) - f_1(g) \quad (25)$$

$$V_{\text{diff}} = \int_{\Delta f(g) > 0} \Delta f(g) \cdot dg = \frac{1}{2} \int |\Delta f(g)| \cdot dg \quad (26)$$

La fraction volumique correspondant au mécanisme réciproque ( $V_R$ ) est définie par

$$V_R = \Delta V - V_{\text{diff}} \quad (27)$$

Le Tableau IV.5 indique les valeurs de  $\Delta V$ ,  $V_{\text{diff}}$  et  $V_R$  pour trois étapes de croissance de grains considérées dans la Fig. IV.16.f-h : de 3 à 8.3  $\mu\text{m}$ , de 8.3 à 32.8  $\mu\text{m}$  et de 32.8 à 64.0  $\mu\text{m}$ . On y voit que le mécanisme réciproque est toujours plus important que le mécanisme s'accompagnant d'un changement de texture globale. Plus la croissance de grains avance, plus le mécanisme réciproque dévient prépondérant.

Etape de croissance de grains de $D_1$ à $D_2$	3.3 $\mu\text{m}$ à 8.3 $\mu\text{m}$	8.3 $\mu\text{m}$ à 32.8 $\mu\text{m}$	32.8 $\mu\text{m}$ à 64 $\mu\text{m}$
$\Delta V$ (%)	93.8	98.4	92.6
Pas réciproque Avec changement de texture globale $\frac{V_{\text{dif}}}{\Delta V}$ (%)	40.3	36.0	22.8
Réciproque Sans changement de texture globale $\frac{V_R}{\Delta V}$ (%)	59.7	64.0	77.2

Tableau IV.5. Estimation de l'importance des mécanismes avec ou sans changement de texture globale pendant la croissance de grains

### c) Texture partielle des grains les plus gros et les plus petits déterminées à partir des cartographies EBSD

Les cartographies d'EBSD donnent des informations stéréologiques (taille, forme et arrangement des cristallites individuelles dans l'agrégat) et simultanément l'information sur l'orientation.

Ceci nous permet d'extraire des données concernant l'évolution de la texture partielle de populations de grains sélectionnés par rapport à leur taille et de la comparer à la texture globale déduit de la totalité des grains mesurés (Fig. IV.21). Nous avons choisi d'examiner la texture des grains les plus gros et celle des grains les plus petits. Chacune de ces deux classes représentant 15% de la surface totale analysée pour chaque échantillon.

Il est important de rappeler que dans la population des grains les plus petits, il y a aussi des gros grains qui sont coupés par le plan d'observation. Pour cela, la texture partielle suivant la classe de taille de grains doit être analysée avec des précautions en la corrélant avec la texture globale de l'échantillon et aussi avec la texture partielle des grains les plus gros. A part ceci, il est nécessaire d'avoir une grande cartographie d'orientation au départ car pendant la sélection de

15% de surface des grains les plus gros, il faut un nombre de grains assez représentatif afin d'avoir une texture partielle représentative.

La Fig. IV.21.a et d donnent la section de  $\varphi_1=0^\circ$  qui montrent la texture globale au début de la croissance de grains (l'échantillon de TGM de  $3\ \mu\text{m}$ ) et après la croissance de grains (l'échantillon de TGM de  $10.4\ \mu\text{m}$ ).

La corrélation entre l'orientation et la taille de grains paraît importante au début de la phase de croissance de grains pour expliquer l'évolution de texture du titane commercialement pur. Pour l'échantillon recuit à  $540^\circ\text{C}$  pendant 24 minutes avec la TGM  $3\ \mu\text{m}$ , la texture partielle des grains les plus gros et des grains les plus petits sont très différentes. La texture des grains les plus gros est plus proche de la texture globale de l'échantillon recuit à  $600^\circ\text{C}$  pendant 100 minutes de TGM  $10.4\ \mu\text{m}$  ce qui veut dire qu'elle est plus proche de la texture après une croissance de grains poussée (Fig. IV.21.d). La texture des grains les plus petits est proche de la texture initiale (Fig. IV.21.a). Les composantes mineures de la texture initiale (situées à  $\Phi$  inférieur à  $20^\circ$  et supérieure à  $65^\circ$ ) n'existent pas dans la texture partielle des grains les plus gros. Seuls les grains les plus petits correspondent à ces orientations. Pendant la compétition de croissance de grains, ces orientations disparaissent les premiers à cause de leur désavantage.

La compétition durant la croissance de grains se poursuit entre les deux composantes principales  $\{\varphi_1=0^\circ\ \Phi=40^\circ\ \varphi_2=0^\circ\}$  et  $\{\varphi_1=0^\circ\ \Phi=30^\circ\ \varphi_2=30^\circ\}$  car suivant les textures partielles de l'échantillon recuit à  $600^\circ\text{C}$  pendant 100 minutes, il n'y a plus beaucoup de différence entre la texture partielle des grains les plus gros et celle des grains les plus petits. Cet équilibre de texture rend l'évolution de texture dans le titane pur très faible.

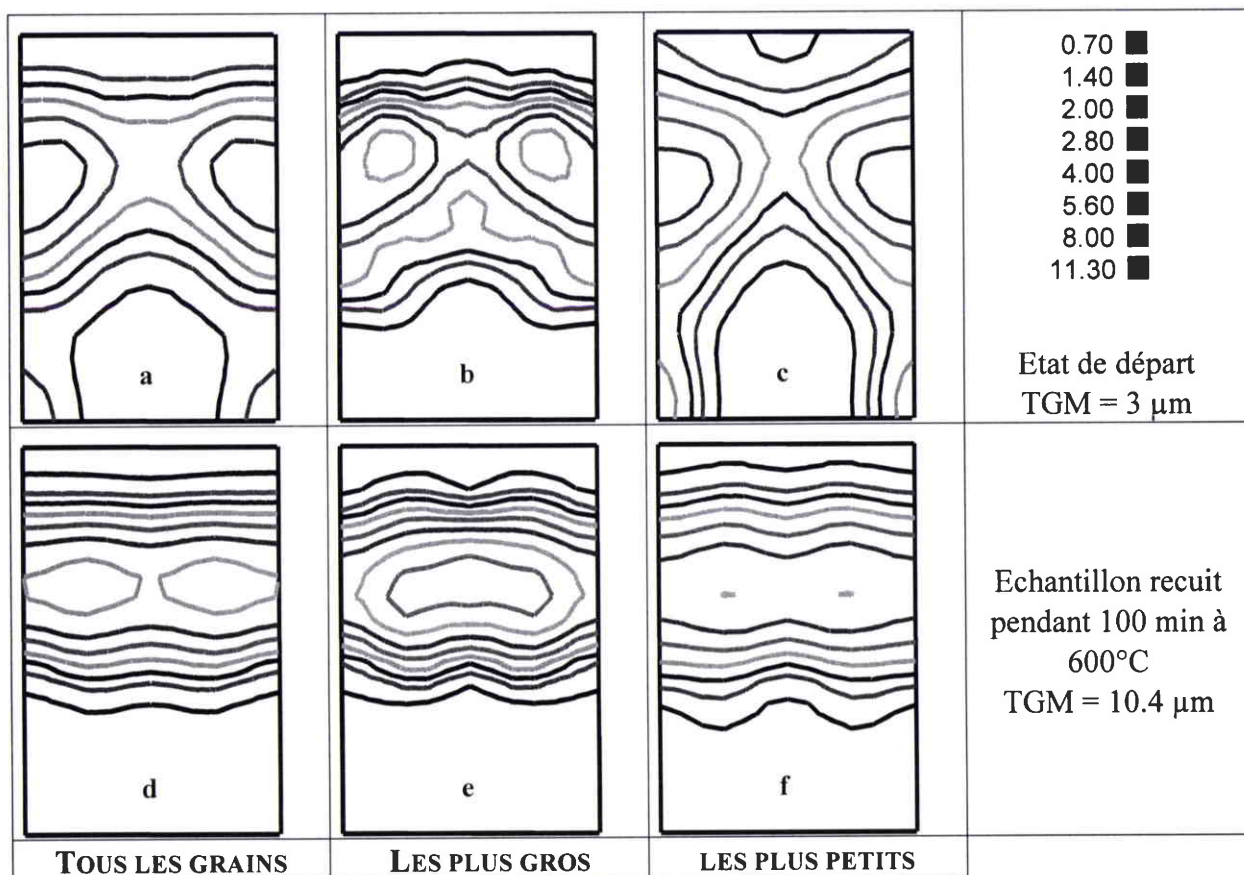


Fig. IV.21. Sections de  $\varphi_1=0^\circ$  pour tous les grains (A), les plus gros grains (B), les plus petits grains (C) de l'échantillon recuit à  $540^\circ\text{C}$  pendant 24 minutes et de celui recuit à  $600^\circ\text{C}$  pendant 100 minutes



#### IV.2.1.3. Evolution des désorientations au cours de la croissance de grains

La caractérisation des joints de grains a été faite en calculant l'angle de désorientation et l'axe de rotation qui définissent un joint de grains à partir des données EBSD. La Fig. IV.22.a-e montrent les caractéristiques des joints de grains de titane pur pour l'échantillon recuit à 540°C pendant 24 minutes de TGM 3  $\mu\text{m}$  et pour l'échantillon recuit à 700°C pendant 100 minutes de TGM 32.8  $\mu\text{m}$ . Le but final de caractérisation des joints de grains de ces deux échantillons est d'étudier s'il y a une formation des joints de grains spécifiques après la croissance de grains en fonction de la texture formée. Pour cette étude, l'angle de désorientation a été pris en considération à partir de 3°.

La Fig. IV.22.a. montre l'évolution de la distribution des désorientations pendant la croissance de grains. La distribution des désorientations est bimodale, avec deux pics larges centrés autour de 30° et de 60°-70°. Les valeurs intermédiaires, autour de 45° tendent à disparaître au cours de la croissance de grains ce qui fait que le creux entre les deux pics s'accroît. La fraction de désorientation inférieure à 30° augmente avec la taille de grains.

La désorientation de 65° correspond de manière schématique à la désorientation entre les deux pôles de la FdP {0002}. Les axes  $\langle c \rangle$  sont en effet basculés de  $\sim 30^\circ$  d'un côté ou de l'autre de DN dans le plan (DN-DT). En raison de la symétrie orthorhombique, il est tout à fait normal que ces désorientations persistent au cours de la croissance de grains. Ceci est confirmé par l'évolution des axes de rotation en fonction de TGM. La Fig. IV.22.b-e montrent que les axes de rotation pour les angles de désorientation entre 55° et 93° se regroupent surtout autour de DL. Dans le repère cristallin, les axes de rotation se regroupent autour de la direction  $\langle -12-10 \rangle$  et de  $\langle 01-10 \rangle$  pour la microstructure de TGM 3  $\mu\text{m}$  et autour de seulement  $\langle -12-10 \rangle$  quand la TGM est égale à 32.8  $\mu\text{m}$ . Cette différence est due à l'évolution de texture car à la TGM de 32.8  $\mu\text{m}$ , la texture de T40 est caractérisée par la composante {0-225} $\langle 2-1-10 \rangle$  ce qui veut dire que la plupart des grains ont leur direction  $\langle 2-1-10 \rangle$  parallèle à DL ( $\langle -12-10 \rangle = \langle 2-1-10 \rangle$ ). Cet histogramme est donc tout à fait cohérent avec la texture correspondante.

Pour les désorientations en dessous de 45°, les axes de rotation n'ont pas de tendances pour qu'on puisse tirer une conclusion.

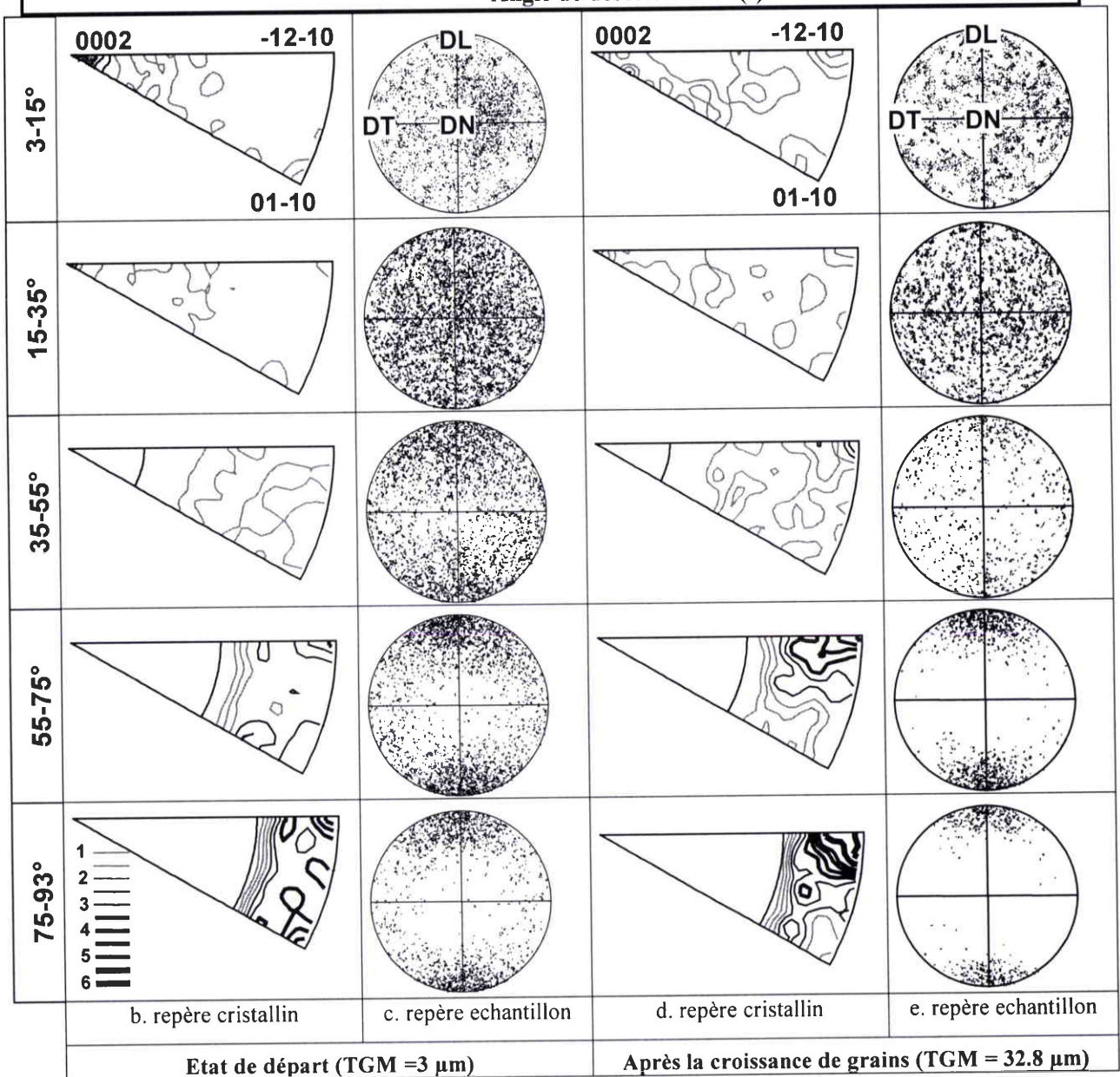
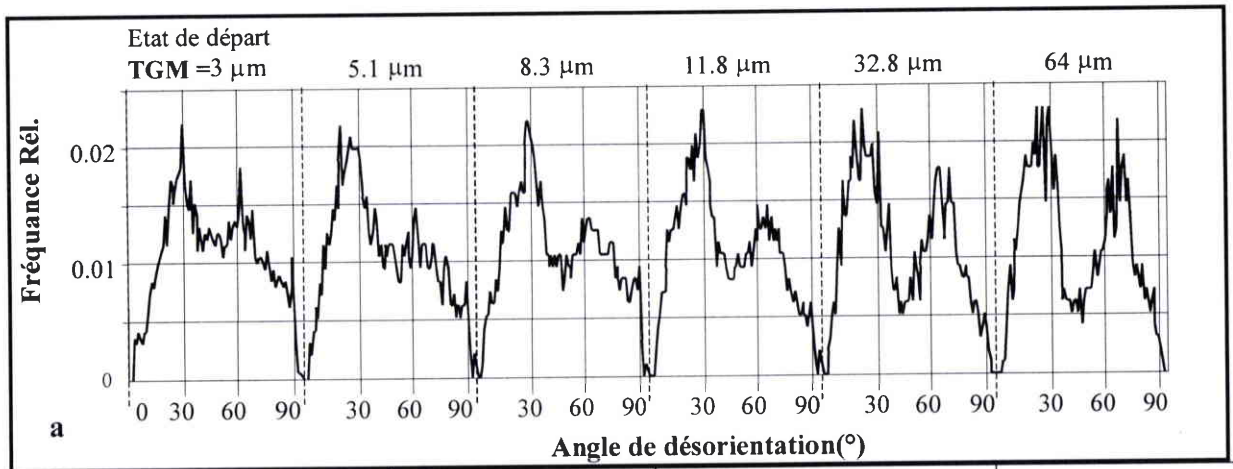


Fig. IV.22. Caractérisation de joints de grains pour un état au début de la croissance de grains (TGM: 3  $\mu\text{m}$ ) et pour un état après la croissance de grains (TGM : 32.8  $\mu\text{m}$ )

a. Evolution de l'histogramme de désorientation en fonction de TGM .

b-e. Axes de rotation correspondant aux différentes classes d'angle de désorientation, représentés dans le repère cristallin (b,d) et dans le repère de l'échantillon (c,e).

### IV.3. Discussion

#### IV.3.1. Cinétique de croissance de grains pour le T40 et le Zr702

Nous avons mené l'étude de la cinétique de croissance de grains dans le T40 et le Zr702 afin de choisir judicieusement les conditions de traitement thermique à appliquer pour étudier l'évolution de la texture au long du processus. Il ne s'agit donc pas d'une étude exhaustive, mais plutôt d'une estimation de loi cinétique.

##### IV.3.1.1. T40

La croissance de grains du titane est caractérisée par une croissance normale ce qui résulte en une distribution de tailles de grains qui reste uni-modale et évolue de manière homothétique (Fig. IV.12).

L'évolution de la TGM du titane commercialement pur au cours du recuit peut être représentée par la relation  $D^n - D_0^n = At$  de BURKE et TURNBULL [1952]. Nous avons déterminé les paramètres de cinétique de croissance de grains ( $n$ ,  $A_0$  et  $Q$ ) qui peuvent être comparés à d'autres travaux. Les valeurs du coefficient de croissance de grains ( $n$ ) obtenues dans cette étude sont : 5.5 à 600°C, 4.7 à 700°C et 4.3 à 800°. La valeur de  $n$  diminue quand la température augmente. La migration de joint de grains se produit par la diffusion des atomes à travers un joint de grains. Quand la température augmente,  $n$  tend à se rapprocher de la valeur idéale de 2 car la diffusion est plus rapide et elle devient moins sensible à d'autres facteurs susceptibles de ralentir la migration des joints de grains : freinage par les impuretés se trouvant aux joints de grains ou par les précipités [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996].

Il est à noter que souvent dans la littérature, l'exposant de croissance  $n$  est défini différemment (Tableau IV.7), selon l'équation  $D = k.t^n$  ou selon l'équation  $D - D_0 = k.t^n$ . La valeur de  $n$  idéale est alors 0.5. Les valeurs expérimentales sont inférieures à 0.5 et augmentent pour s'en rapprocher quand la température augmente (Tableau IV.7 pour le titane et IV.8 pour d'autres matériaux). En prenant l'équation  $D - D_0 = k.t^n$  pour déterminer les paramètres de la cinétique à partir de nos résultats, nous avons obtenu des valeurs de l'ordre de 0.3. Ceci est cohérent avec les valeurs trouvées dans d'autres travaux (Tableau IV.7).

Auteur	Température	n	Equation utilisée
[GIL et PLANELL, 2000] $\alpha$ -Ti : 99.8% Ti 0.1% H, 0.05% N, 0.04% C	700°C	0.30	$D - D_0 = k.t^n$
	750°C	0.35	
	800°C	0.45	
$\alpha$ -Ti-0.2Pd [GIL et PLANELL, 2000]	700°C	0.15	$D - D_0 = k.t^n$
	750°C	0.16	
	800°C	0.05	
[HIGGINS, 1974] Composition exacte non- précisée	600°C – 800°C	0.35	$D = k.t^n$

Tableau IV.7. Coefficients de croissance de grains pour Ti  $\alpha$

Matériaux	Température	n
Al (99.99%)	400°C	0.1
[PORTER et EASTERLING, 1991]	600°C	0.3
Phase $\gamma$ pour acier 0.8%.pds C	760°C	0.1
[FULLMAN, 1952]	980°C	0.23
Phase $\alpha$ Fe	600°C	0.2
[RALPH, 1990]	800°C	0.5

Tableau IV.8. Variation des coefficients de croissance de grains en fonction de la température pour d'autres matériaux

Matériaux	Q (kJ/mol)
Ti pur (Iodide) [HU et CLINE, 1968]	291
Ti $\alpha$ [GIL et al., 1995]	100
Ti $\alpha$ -0.2Pd[GIL, PLANELL, 2000]	133
Ti-26Mo [GANESAN et al, 1979]	121
Ti-6Al-4V [GIL, PLANELL, 2000]	97

Tableau IV.9. Energie d'activation de migration de joints de grains pour des alliages de titane

La valeur de 204 kJ/mol obtenue pour l'énergie d'activation de la migration des joints de grains est cohérente avec les valeurs annoncées dans la bibliographie qui varient entre 100 kJ/mol [GIL et PLANELL, 2000] et 291 kJ/mol [HU et CLINE, 1968] selon la composition exacte de l'alliage (Tableau IV.9). D'après HERZIG et al. [2002] l'énergie d'activation de l'auto-diffusion du titane dans les joints de grains est de l'ordre de 0.6 fois de l'énergie d'activation d'auto-diffusion en volume (qui vaut 303 kJ/mol pour le titane). Dans la mesure où la migration des joints se fait par diffusion à travers les joints, les énergies d'activation pour la migration des joints et pour l'auto-diffusion dans les joints de grains peuvent avoir des valeurs très proches [GOTTSTEIN et SHVINDLERMAN, 1999]. Notre valeur d'énergie d'activation de la migration des joints de grains (204 kJ/mol) est donc cohérente avec les travaux de HERZIG et al. [2002].

#### IV.3.1.2. Zr702

Pour le Zr702, les paramètres cinétiques n'ont pas été déterminés. La cinétique est fortement influencée par la présence de précipités. La croissance des grains est quasiment nulle à 600°C. A 700°C, les grains grossissent mais beaucoup plus lentement que dans le T40. Après un recuit à 700°C pendant 100 minutes, la TGM est seulement 7  $\mu\text{m}$ , alors que pour le même traitement thermique, la TGM du T40 atteint 32.8  $\mu\text{m}$ . A 800°C, la croissance est normale jusqu'à 15 minutes de recuit et devient anormale ensuite. Pour un traitement de 100 minutes à 800°C, il a été observé une croissance anormale de grains pour des grains d'orientation proche de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

La cinétique lente du Zr702 est due à la présence des précipités qui ralentissent la migration des joints de grains. Comme ce qui a été précisé dans le chapitre I, le Zr702 contient des précipités de type  $\text{Zr}_x\text{Fe}_y$ ,  $\text{Zr}(\text{Fe}_x\text{Ni}_y)$  ou de type  $\text{Zr}(\text{Fe}_x\text{Cr}_y)$  [BARBERIS et al., 2002]. L'effet de ces précipités (leur taille et leur fraction volumique) est plus important pendant la croissance de grains que pendant la recristallisation car la force motrice de croissance de grains est beaucoup plus faible que celle de la recristallisation (100 à 1000 fois plus faible Fig. IV.1).

### IV.3.2. Evolution de texture pendant la croissance de grains du T40

Au cours de la croissance de grains, la texture du T40 change. Dans la texture obtenue en fin de recristallisation (TGM :  $3\mu\text{m}$ ), le maximum de la FDO est situé à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Après un traitement de croissance de grains prolongé (à partir de TGM :  $32.8\mu\text{m}$ ) le maximum de la FDO est à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ . En raison de la symétrie d'échantillon orthorhombique, la situation est identique à  $\varphi_1=180^\circ$  mais pour alléger le texte, nous ne mentionnerons que  $\varphi_1=0^\circ$  dans cette discussion. A partir de nos résultats, nous sommes en mesure de décrire précisément quelles sont les orientations qui disparaissent et celles qui se développent au cours de la croissance, et d'en expliquer la raison.

#### IV.3.2.1. Orientations qui disparaissent

Les orientations qui disparaissent dans les premières étapes de croissance de grains (TGM de  $3\mu\text{m}$  à  $8\mu\text{m}$ ) sont des orientations à  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  proches de  $0^\circ$  et  $\Phi$  en dessous de  $20^\circ$  ou  $\Phi$  supérieur à  $65^\circ$  (Fig. IV.16.f). Dans le matériau de départ recristallisé, ces orientations appartiennent à la texture partielle des grains les plus petits mais sont absentes de la texture partielle des grains les plus gros. Ceci est très important pour expliquer la disparition assez rapide de ces orientations tout au début de croissance de grains.

Les orientations citées ci-dessus ont une forte désorientation avec les composantes principales  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Les grains correspondants ont donc une forte probabilité d'avoir des frontières mobiles. Ils disparaissent vite car leur taille les défavorise par rapport à leurs voisins fortement désorientés et de taille plus grande.

Par la suite quand la TGM passe de  $8.3\mu\text{m}$  à  $32.8\mu\text{m}$ , les orientations qui disparaissent sont dans le domaine  $\{\varphi_1=\sim 0^\circ \Phi=40^\circ-65^\circ \varphi_2=\sim 0^\circ\}$  (Fig. IV.16.g). Ces orientations disparaissent plus lentement que celles citées précédemment. Les orientations  $\{\varphi_1=\sim 0^\circ \Phi=40^\circ-65^\circ \varphi_2=\sim 0^\circ\}$  font partie de la texture partielle des grains les plus petits mais aussi de la texture partielle de grains les plus gros. Si le calcul de différence de texture est effectué entre ces deux textures partielles, il est constaté que la densité de ces orientations est plus élevée dans la texture partielle des grains les plus petits. De ce fait, la plupart des grains de ces orientations disparaissent pendant la compétition de croissance de grains. La disparition de ces orientations s'effectue lentement car certains des gros grains avec ces orientations peuvent se développer.

Globalement les grains qui sont désorientés de plus de  $30^\circ$  avec la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  rétrécissent et disparaissent pendant la croissance de grains. Ces orientations qui disparaissent sont très dispersées dans l'espace des orientations on ne peut pas les associer à une composante de texture particulière.

#### IV.3.2.2. Orientations qui se développent

Les grains de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  et de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  grossissent au détriment des autres orientations dans l'espace des orientations. La densité des orientations de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  est faible au début de la croissance de grains et elle devient majoritaire à partir de la TGM de  $32.8\mu\text{m}$ . La composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  est majoritaire au début de la croissance de grains et elle se développe avec une vitesse moins élevée que la composante de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

D'une manière générale, on peut considérer que la mobilité des joints augmente avec la désorientation et elle atteint un plateau. Les grains de la composante  $g_A: \{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  représentent au début une fraction volumique plus faible que les grains de la composante  $g_B: \{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Les grains B, plus nombreux, ont une forte probabilité d'avoir des voisins B, avec par conséquent des joints de faible désorientation. En revanche, un grain A a une probabilité plus grande d'avoir des voisins B que des voisins A. Statistiquement, les joints délimitant les grains A correspondent donc à des désorientations plus importantes et sont par conséquent plus mobiles. La composante formée due aux grains A peuvent croître plus vite que la composante des grains B car ces grains sont minoritaires au début de la croissance de grains ce qui leur donne une probabilité plus faible d'avoir des voisins faiblement désorientés.

RIOS et GOTTSTEIN [2001] ont étudié l'évolution de la texture pendant la croissance de grains de l'alliage Al-1%*pd*s Mn. Cette étude montre quelques similitudes avec le cas présent du titane. La texture initiale est constituée d'une composante majoritaire Cube (C), d'une composante minoritaire (D) et d'orientations aléatoires. Les grains avec une orientation aléatoire disparaissent en raison de leur petite taille. La composante D qui était minoritaire se développe et devient majoritaire après croissance normale ou anormale de grains. La discussion du mécanisme du fort taux de croissance des grains D est basée sur le même critère que dans le cas du titane (composante minoritaire présentant une probabilité élevée d'avoir des voisins fortement désorientés) mais la vitesse de croissance des grains D serait accélérée par la relation de CSL ( $\Sigma 5$ ) qui les relie aux grains C. Une recherche systématique des CSL sur nos cartographies d'orientation à chaque étape de croissance de grains a été effectuée et le résultat a montré que la quantité de CSL est insuffisante pour laisser supposer qu'ils aient un effet sensible sur l'évolution de texture. La composante minoritaire,  $g_A: \{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ , croissent plus vite que la composante majoritaire  $g_B: \{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ , jusqu'à ce que la composante A deviennent majoritaires.

Entre la TGM de 32.8  $\mu\text{m}$  jusqu'à 64  $\mu\text{m}$ , une tendance inverse se produit car les grains B sont devenus minoritaires (Fig. IV.16.h) mais à ce stade avancé de la croissance de grains, le mécanisme de changement d'orientation est très minoritaire (Tableau IV.5). La texture globale varie très peu car la réorientation se produit principalement de façon réciproque (les grains B consomment les grains A et vice versa) (Tableau IV.5).

#### IV.3.2.3. Joints de grains restant

La force motrice de la croissance de grains est la diminution de l'énergie libre du système liée aux joints de grains. Théoriquement, les joints de grains qui restent à la fin de croissance de grains sont les joints de grains de faible énergie [KAZARYAN et al., 2002]. Il est généralement admis que les joints de faible angle de désorientation ont une faible énergie. Les distributions d'angle de désorientation montrent effectivement que la proportion de joints de faible désorientation (inférieure à  $30^\circ$ ) augmente avec la TGM. Ces désorientations inférieures à  $30^\circ$  ne peuvent pas être associées à aucun axe de rotation particulier ou à aucune relation de CSL. Ces résultats tendent à montrer que les joints de moins de  $30^\circ$  de désorientation ont une faible énergie, ceci indépendamment de l'axe de désorientation. Bien sur pour être en mesure d'affirmer cela de façon ferme, il faudrait procéder à une caractérisation détaillée des joints de grains et de leurs propriétés.

Les distributions d'angle de désorientation présentent également un pic autour de  $60-70^\circ$  qui ne s'atténue pas au cours de la croissance de grains. Ce pic est lié à la symétrie

d'échantillon, il correspond aux désorientations entre cristaux voisins dont l'axe  $\langle c \rangle$  est basculé de part et d'autre de DN. Les axes de désorientation correspondants sont en effet proches de DL et sont voisins de directions cristallographiques  $\langle 11-20 \rangle$  après croissance de grains poussée (Fig. IV.22).

### IV.3.3. Evolution de texture pendant la croissance de grains du Zr702

L'évolution de texture pendant la croissance normale de grains du Zr702 est similaire à celle du T40 mais elle est différente quand la croissance de grains devient anormale.

#### IV.3.3.1. Croissance normale

La croissance de grains dans le Zr702 est normale à 600°C et à 700°C. A 800°C, elle est également normale si le recuit est de courte durée. Dans ces conditions de croissance normale, la texture évolue de la texture de recristallisation avec la composante majoritaire  $\{\phi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \phi_2=0^\circ\}$  vers la texture de croissance de grains  $\{\phi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \phi_2=30^\circ\}$ . Comme dans le T40, les orientations qui se développent sont celles qui sont majoritaires dans la texture partielle des grains qui sont les plus gros au début de la phase de croissance de grains (Fig. IV.30). Inversement, les orientations majoritaires dans la texture partielle des grains initialement les plus petits vont progressivement diminuer au cours de la croissance de grains. La différence de texture entre l'échantillon recuit 10 minutes à 800°C (TGM = 9.5  $\mu\text{m}$ ) et un échantillon correspondant au début de la phase de croissance de grains (recuit 240 minutes à 500°C, TGM = 3.1  $\mu\text{m}$ ) révèle clairement les orientations qui se développent et celles qui disparaissent. La fraction volumique réorientée entre ces deux états est de 50%, tandis que 95% du matériau est balayé par les joints de grains. Le mécanisme réciproque décrit pour le titane est donc également pertinent dans le Zr702.

La distribution des désorientations du Zr702 est caractérisée par un seul pic avec le maximum à 30° mais très largement étalé vers les fortes désorientations. L'évolution de cette distribution au cours de la croissance de grains est assez limitée, mais la croissance de grains elle-même est plus faible dans le Zr702 que dans le T40. La fraction des désorientations proches de 30° se renforce légèrement, mais la proportion des faibles désorientations ne semble pas augmenter de façon significative. Les fortes désorientations correspondent aux joints entre les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est basculé de part et d'autre de DN (pour les maxima la désorientation est de l'ordre de 50°). Les axes de désorientation correspondants sont proches de DL et de  $\langle 11-20 \rangle$  après croissance des grains (Fig. IV.32). Elles sont donc liées à la symétrie d'échantillon. Le pic correspondant ne se détache pas du pic à 30° car l'angle de basculement des axes  $\langle c \rangle$  dans le plan DN-DT est plus faible que pour le T40.

#### IV.3.3.2. Croissance anormale

Si le recuit est suffisamment long à la température de 800°C, la croissance anormale de grains se produit formant des grains excessivement gros par rapport à la taille moyenne des grains dans le reste de la microstructure. A 800°C, la croissance est d'abord normale (Fig. IV.24.e - 15 minutes), puis devient anormale (Fig. IV.24.g - 100 minutes).

L'histogramme de distribution des tailles de grains de cet échantillon traité à 800°C pendant 100 minutes ne forme pas une distribution bimodale comme la plupart de cas de croissance anormale mais s'élargit simplement vers les valeurs élevées (Fig. IV.24h). HUMPHREYS [1997] a montré que la croissance anormale dans une texture peu marquée peut produire ce genre d'effet.

La texture obtenue après 100 minutes de recuit à 800°C présente la composante de "croissance normale"  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ , mais également une contribution des orientations proches de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  (Fig. IV.27.c). Cette dernière correspond aux grains ayant grossi anormalement (Fig. IV.31).

D'une manière générale, la croissance anormale de grains peut se produire seulement si la croissance normale de grains est inhibée soit par les précipités, soit par une texture très marquée, soit par l'épaisseur de l'échantillon (pour les couches minces).

Ici, l'effet de l'épaisseur de l'échantillon est hors de contexte car elle est beaucoup plus importante que la taille moyenne des grains (600  $\mu\text{m}$  d'épaisseur par rapport à la TGM de maximum 20 $\mu\text{m}$ ).

Le mécanisme de l'inhibition de la croissance normale de grains par une texture très marquée s'explique par la formation de joints de faible désorientation et faible mobilité. En conséquence, seuls les grains qui ont une orientation hors de la composante majoritaire de texture possèdent des joints de grande mobilité ce qui résulte en une croissance anormale de grains [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996]. Dans le cas du Zr702, la texture n'est jamais très marquée, il est donc très improbable qu'elle puisse être la cause de la croissance anormale des grains.

Il est en revanche beaucoup plus probable que la croissance anormale soit liée à la présence de précipités dans le Zr702. D'une manière générale, le mécanisme précis du déclenchement de la croissance anormale de grains en présence de précipités n'est pas encore élucidé mais il est souvent fait référence à la coalescence des précipités ou à leur dissolution qui sont deux moyens de réduire la force de freinage des joints de grains. Ces deux processus sont de nature diffusionnelle et peuvent donc prendre un certain temps. Ceci pourrait expliquer que la croissance anormale soit observée après 100 minutes mais pas après 10 minutes à 800°C. D'après des calculs effectuées par P. BARBERIS (CEZUS) avec le logiciel Thermocalc, les précipités de  $\text{Zr}_3(\text{Fe}, \text{Ni})$  se dissolvent aux environs de 783°C tandis que la phase de Laves  $\text{C14 Zr}(\text{Fe}, \text{Cr})_2$  ne disparaît qu'à 858°C. Il est donc possible que la croissance anormale soit liée à la dissolution d'une partie des précipités présents dans le Zr702.

L'évolution des précipités à elle seule ne suffit pas à expliquer que seuls certains grains subissent une croissance accélérée. En effet si tous les joints de grains sont freinés par les précipités, ils doivent tous être accélérés lors de la dissolution ou de la coalescence. Pour expliquer que seuls certains grains se développent anormalement, il est généralement évoqué que les joints de grains entourant les grains anormaux ont des propriétés spéciales.

[SICILIANO et al., 2001] ont étudié l'effet de la dissolution de la phase secondaire sur la croissance anormale de grains dans l'acier inoxydable austénitique et ferritique. Dans les deux matériaux, il existe une gamme de température où il se passe la croissance anormale de grains. A une température supérieure ou inférieure, la microstructure évolue par une croissance normale des grains. Au-dessus de la fourchette de température de la croissance anormale, la phase secondaire se dissout, ce qui libère tous les joints de grains pour migrer. Dans la fourchette de température correspondant à la croissance anormale, juste quelques grains dont leurs joints de grains sont libérés (par exemple par dissolution des précipités qui les bloquent) et un avantage de taille peuvent grossir au détriment des autres grains. Dans le cas du Zr702, nous n'avons pas pu mettre en évidence un retour à une croissance normale à plus haute température en raison du transus  $\alpha/\beta$  situé juste au-dessus de la température de 800°C à laquelle apparaît la croissance anormale.



[HAYAKAWA et SZPUNAR, 1997] ont étudié la croissance anormale de grains dans l'alliage Fe-3%pds Si. Dans ce cas, la composante Goss qui sera majoritaire après la croissance anormale de grains, présente de fortes désorientations avec les grains de la composante majoritaire après la recristallisation. Ces auteurs ont suggéré que les joints de grains de fortes désorientations seraient également des joints de haute vitesse de diffusion. La croissance des précipités y est donc accélérée. Si les précipités deviennent plus gros, et moins nombreux dans les joints de fortes désorientation, leur migration est moins freinée.

Le seul cas de croissance anormale dans un alliage de Zr que nous ayons pu trouver dans la littérature concerne l'alliage du Zr-1%pds Nb [CHUN et al., 1999]. Le déclenchement de la croissance anormale serait dû à la globulisation de la phase  $\beta$  aux joints de grains de la phase  $\alpha$ . Cet alliage n'est pas vraiment comparable au Zr702 car il s'agit d'une microstructure  $\beta$ -transformée constituée de lattes de phase  $\alpha$  avec de la phase  $\beta$  résiduelle due à la présence de Nb. De plus nous pensons ne pas avoir formé de phase  $\beta$  pendant le traitement à 800°C, même si l'incertitude sur la température exacte dans le dispositif de traitement thermique et la proximité du transus pourraient le laisser supposer (les calculs de P. BARBERIS avec Thermocalc prévoient l'apparition de la phase  $\beta$  à environ 775°C). En effet, les joints de grains des échantillons traités à 800°C sont totalement exempts de tout signe de passage dans le domaine biphasé (dans des échantillons recuits à une température un peu supérieure, des structures issues de la transformation  $\beta/\alpha$  apparaissent aux joints de grains, mais pas dans ceux recuits à 800°C).

Pour résumer, on peut supposer raisonnablement que la croissance anormale dans le Zr702 est liée aux comportements des précipités. La croissance anormale peut être favorisée par un léger avantage de taille des grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ , mais cet avantage n'est pas suffisant car les grains les plus gros juste avant le déclenchement de la croissance anormale présentent également d'autres orientations. Il nous faut donc envisager une caractéristique spécifique des joints entre les grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  et les autres. La caractérisation de ces joints dans l'échantillon recuit 10 minutes à 800°C (avant que la croissance anormale ne se déclenche) n'a permis de dégager aucune tendance significative, peut-être en raison d'une statistique insuffisante. Par ailleurs, les propriétés des joints de grains dans les hexagonaux sont très peu étudiées dans la littérature.

L'échantillon avec croissance anormale comporte une particularité supplémentaire, qui n'explique pas la croissance anormale mais fournit une indication sur les propriétés de certains joints de grains. Aux frontières des grains ayant grossi anormalement, on peut remarquer quelques petits grains qui semblent résister (indiqués par des flèches sur la Fig. IV.33). Ces petits grains pourraient devenir des grains île ("*island grain*") dont les frontières sont généralement caractérisées par une mobilité très faible [RYDE et al., 2004]. Dans notre échantillon, pour les joints de grains île les angles de désorientation sont très élevés et sont très différents d'une situation à l'autre. La caractéristique qui leur est commune est qu'ils ont le plus souvent un axe de désorientation voisin de  $\langle 11-20 \rangle$  (avec évidemment statistique compte tenu du petit nombre de cas rencontrés). D'après ce résultat il semblerait que cet axe de désorientation s'accompagne d'une mobilité faible, même pour des angles de désorientation élevés. La mobilité des joints de flexion  $\langle 11-20 \rangle$  varie en fonction de l'angle de désorientation et le taux d'impureté [SURSAEVA et al., 1976] [BOKSTEIN et al., 1986] (pour le zinc 99.995% et 99.9995% de pureté). Il est probable que les joints d'axe  $\langle 11-20 \rangle$  observés dans le Zr702 correspondent aux joints de mobilité faible comme ce qui ont été observés pour certains angles de désorientation dans le zinc 99.995%.

#### IV.4. Conclusion

Le T40 et le Zr702 sont sujets à la croissance normale des grains. Pour le T40 la croissance est normale à toute température. Pour le Zr702, elle devient anormale à 800°C si le recuit est suffisamment long. Pour un temps plus court ou à une température plus basse, les grains grossissent normalement.

L'évolution de la texture accompagnant la croissance normale est très similaire pour les deux alliages et les raisons de cette évolution sont identiques. Dans le T40 le maximum de la FDO est situé à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  en fin de recristallisation et se décale progressivement vers  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  au cours de la croissance de grains. Dans le Zr702, les axes  $\langle c \rangle$  sont simplement un peu moins basculés dans le plan DN-DT, le maximum de la FDO passe de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

Les grains de la composante qui se développe présentent un avantage de taille en fin de recristallisation. L'évolution de la texture pendant la croissance de grains résulte donc indirectement de la recristallisation. Celle-ci ne change pas la texture globale mais produit une microstructure dans laquelle la texture partielle est différente suivant la classe de taille de grains. Les orientations qui disparaissent en premier possèdent un désavantage de taille et une forte désorientation par rapport aux orientations qui se développent. Un autre mécanisme pour expliquer le développement de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25 \text{ ou } 30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  dans le T40 et dans le Zr702 est «*orientation pinning*». Les grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25 \text{ ou } 30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  se trouvent minoritaire en fin de recristallisation et par conséquent ils ont plus de probabilité d'avoir des voisins  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30 \text{ ou } 40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  (la composante majoritaire en fin de recristallisation). De ce fait, la plupart des joints de grains limitant les grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25 \text{ ou } 30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  sont plus mobiles que les joints entre les grains  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30 \text{ ou } 40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ .

Le cas de croissance anormale observé dans le Zr702 n'a pas pu être totalement expliqué, en particulier par manque de données concernant les caractéristiques des joints de grains dans les matériaux hexagonaux. Cependant, ce phénomène semble lié aux comportements des précipités, qui peuvent coalescer et/ou se dissoudre à 800°C. Durant le temps nécessaire à cette évolution, la croissance reste normale et freinée par les précipités et le phénomène anormale n'apparaît qu'après ce temps d'incubation.

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif de cette thèse était d'étudier les mécanismes du changement de texture et de microstructure pendant le recuit des alliages hexagonaux faiblement alliés préalablement déformés à froid.

Dans cette étude, nous avons essayé de bien distinguer les mécanismes régissant l'évolution de la microstructure et de la texture pendant chaque phase (restauration, recristallisation et croissance de grains). Les études cinétiques nécessaires ont donc été conduites et nous ont amené, en particulier, à choisir des températures de recristallisation les plus convenables pour produire des échantillons à différents stades de recristallisation et de croissance de grains.

Les outils mis en œuvre (DRX, FEGSEM-EBSD, MET et logiciels spécialisés) nous ont permis d'obtenir une caractérisation très poussée des microstructures et textures à tous les stades. Le couplage de ces outils nous a permis de proposer de mécanismes pour expliquer l'évolution de texture dans ces matériaux, ce qui n'avait jamais été fait auparavant. Actuellement, un système EBSD couplé avec un FEGSEM tel que celui que nous avons utilisé permet d'atteindre des vitesses d'acquisition élevées (30 indexations/seconde) et une grande résolution spatiale dans les cartographies d'orientation (de l'ordre de 50-200 nm suivant l'échantillon). Grâce à cet équipement, nous avons pu caractériser ce qui se passe en tout début de recristallisation, ainsi que les microstructures déformées. D'autre part, le MET reste un outil complémentaire du FEGSEM-EBSD et particulièrement pertinent pour l'observation des sous-structures très fines d'un état déformé ou pour l'observation du processus de germination. Nous avons pu réaliser des mesures d'orientations locales à l'échelle du MET grâce à un logiciel développé au laboratoire qui permet d'indexer les clichés de Kossel/Kikuchi (Euclid's Phantasies). Ces équipements particulièrement performants nous ont permis de réaliser des observations qui n'avaient jamais, à notre connaissance, été faites avec autant de précision dans les matériaux hexagonaux.

Notre première approche a été de mesurer la texture globale du titane et du zirconium à différentes étapes du laminage, de la recristallisation et de la croissance de grains. L'évolution des textures globales du titane et du zirconium sont similaires lors du laminage et du recuit. Le Tableau 1 résume l'évolution de texture dans les deux matériaux en rappelant la position et la valeur du maximum de la FDO à différents stades. Seuls les maxima à  $\varphi_1=0^\circ$  sont mentionnés mais en raison de la symétrie d'échantillon orthorhombique, la situation est identique à  $\varphi_1=180^\circ$ . Ces textures présentent une dispersion assez large, elles ne sont en effet jamais très marquées (l'indice de texture maximum que nous ayons observé dans toute cette étude est de seulement 6.5). Pour les deux matériaux, le changement de texture pendant le recuit survient essentiellement au cours de la phase de croissance de grains. La phase de recristallisation atténue légèrement la texture de laminage en conservant la position du maximum. Ces données confirment très clairement que bien que la microstructure se régénère complètement lors de la recristallisation, la texture, elle ne change significativement que lors de la phase de croissance de grains.

	T40 { $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ } Densité maximum	Zr702 { $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ } Densité maximum
Etat initial ("recristallisé")	{0°; 30°; 15 et 45°} 20.1	{0°; 35°; 30°} 14.3
Après 80% de laminage	{0°; 40°; 0°} 12.9	{0°; 30°; 0°} 11.2
En fin de recristallisation primaire	{0°; 40°; 0°} 8.36	{0°; 30°; 0°} 6.9
Après croissance de grains poussée	{0°; 30°; 30°} 13.8	{0°; 25°; 30°} 9.6

Tableau 1. Récapitulatif de la position et de la valeur du maximum de la FDO à différents stades pour les deux alliages étudiés

Malgré ces similitudes apparentes, notre étude a permis de montrer qu'il existe une différence entre les deux matériaux du point de vue des mécanismes microstructuraux.

Ces différences sont déjà importantes au cours du laminage. La caractérisation des microstructures laminées à 80% était nécessaire car elles constituent l'état de départ pour l'étude de la recristallisation. Cette caractérisation est délicate, même avec les outils dont nous disposons. La caractérisation des états intermédiaires (30% et 50% de laminage) nous a permis de comprendre comment se forment les sous-structures de déformation et ainsi de mieux comprendre les observations réalisées dans l'état laminé à 80%. Les microstructures laminées à 80% sont très hétérogènes, avec différents types de sous-structures.

Le glissement prismatique est important dans les deux matériaux. En plus du glissement, le maclage est très actif pendant le laminage du titane (surtout jusqu'à 50% de laminage), et ceci distingue la microstructure finale du titane de celle du zirconium. Le maclage contribue à la subdivision des grains et génère une proportion importante de fortes désorientations. Les joints de macles deviennent de nouvelles interfaces qui limitent les mouvements de dislocations. La microstructure du titane laminé à 80% est caractérisée par des sous-structures très fines fortement désorientées (qui représentent environ 80% du matériau) et des lamelles larges (environ 20% du matériau) caractérisées par de faibles désorientations le long d'une lamelle. Ces lamelles correspondent aux grains initiaux qui n'ont pas maclé et ils sont caractérisés par une orientation proche de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=50^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . Des bandes de cisaillement ont également pu être observées.

Le zirconium se déforme surtout par glissement et sa microstructure finale après 80% de laminage présente aussi une forte hétérogénéité. Nous pouvons distinguer trois types de sous-structures locales: des grains relativement peu déformés (avec une désorientation progressive à travers le grain), des structures lamellaires (similaires à celles observées dans les grains non-maclés du T40) et des zones fortement déformées dessinant des lignes sinueuses le long de DL (avec de fortes désorientations). Ces zones fortement déformées peuvent correspondre à d'anciens joints de grains ou à des bandes de cisaillement.

Le niveau d'énergie stockée dans ces différentes sous-structures, évalué à partir des cartographies en contraste de bandes, augmente quand la taille de cellules diminue et quand leur désorientation augmente. Il n'existe pas d'orientation caractéristique de chaque type de sous-structure. Toutes les orientations de la texture de laminage peuvent être présentes dans

chacune des sous-structures. Ainsi, il est impossible d'établir une relation stricte entre l'orientation et le niveau d'énergie stockée.

En raison de la différence existant entre les microstructures déformées du titane et du zirconium, la recristallisation ne s'y produit exactement de la même façon. Pour les deux matériaux, la recristallisation se produit en plusieurs étapes consécutives, correspondant aux différentes sous-structures. Les premiers nouveaux grains apparaissent dans les zones les plus déformées possédant une énergie stockée plus importante. Ces grains atteignent très vite une taille proche de la taille de grains de fin de recristallisation et ensuite leur croissance est ralentie. D'autres grains germent ensuite dans les zones de taux de déformation local de plus en plus faible. Les différents stades de recristallisation ne génèrent pas d'hétérogénéité marquée dans la distribution géographique des tailles de grains.

Les zones finement subdivisées dans le titane recristallisent en premier et très vite (en 40 minutes à 500°C) tandis que les grains non-maclés terminent le processus seulement au bout de 240 minutes. En revanche, les bandes de cisaillement ne constituent pas un endroit privilégié pour la germination. On peut donc supposer que leur niveau d'énergie stockée est du même ordre de grandeur que celui des zones finement subdivisées. Les mécanismes identifiés dans ces zones à forte énergie stockée sont la recristallisation continue et la croissance anormale des sous-grains après la restauration des cellules. Pour les zones non-maillées, la taille de cellules est plus importante et la désorientation est moins grande, le mécanisme est essentiellement la recristallisation *in-situ*. La germination n'est pas orientée comme nous l'avons montré par la mesure d'orientation des nouveaux grains dans les tous premiers stades de recristallisation.

Pour la recristallisation du zirconium, on peut distinguer trois stades consécutifs correspondants à trois types de sous-structures locales citées au-dessus. Les tout premiers nouveaux grains apparaissent dans les zones les plus déformées puis dans les zones lamellaires et enfin dans les grains moins déformés. Différents mécanismes interviennent mais le principal est la formation de germes par restauration des cellules de déformation suivie d'une croissance anormale de certains de ces germes. La germination n'est pas orientée mais, mais la croissance des îlots déjà recristallisés favorise légèrement les grains de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \varphi_2=30^\circ\}$ .

Pour le titane et le zirconium, les mécanismes de germination sont de type "germination non-orientée". Ceci est tout à fait cohérent avec le fait que la recristallisation ne change pas beaucoup la texture. Le très faible changement observé est en partie dû à une croissance légèrement orientée des nouveaux grains. Les grains de la composante majoritaire ( $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=40^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le titane et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=0^\circ\}$  pour le zirconium) ont une probabilité plus élevée d'avoir pour voisinage soit d'autres nouveaux grains d'orientation proche, soit de la matrice déformée/restaurée appartenant à la même composante. Les frontières correspondantes sont alors faiblement désorientées et peu mobiles. La croissance de ces grains est donc limitée ("*orientation pinning*"). En revanche, les grains de la composante minoritaire ( $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le titane et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le zirconium), moins nombreux, ne connaissent pas, ou moins, cet obstacle et atteignent en fin de recristallisation, une taille légèrement plus importante. Par ailleurs, il faut noter que les grains produits dans les zones à recristallisation rapide entrent déjà dans une phase de croissance de grains pendant que le reste du matériau finit de recristalliser. Cette croissance de grains locale contribue au très léger changement de texture au cours de la recristallisation.

Une fois que le titane et le zirconium sont totalement recristallisés, leur microstructure est équiaxe et leur texture reste assez proche de la texture de laminage. Ils entrent ensuite dans la phase de croissance de grains et c'est pendant cette phase que la texture va évoluer. Pour les deux matériaux, les mécanismes prépondérants sont similaires, la croissance est normale, sauf dans des conditions particulières pour le Zr702. L'orientation des grains ayant un avantage de taille en fin de recristallisation ( $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=30^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le titane et  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=25^\circ \varphi_2=30^\circ\}$  pour le zirconium) finira par dominer la texture après croissance normale de grains.

L'évolution de taille de grains moyenne et de distribution des tailles de grains du titane et du zirconium pendant le recuit ont été étudiées. Les paramètres de cinétique de la croissance de grains ont été déterminés pour le titane (Energie d'activation de migration de joints de grains : 204, 5 kJ/mol, Facteur pré-exponentiel de la loi d'Arrhénius,  $A_0 : 1.3 \cdot 10^{14} \mu\text{m}^n \cdot \text{sec}^{-1}$ ). L'étude similaire pour le Zr702 a montré que la présence des précipités ralentit la croissance de grains pour des traitements à 600°C et 700°C. A 800°C, la croissance s'accélère mais reste normale pour des recuits de courtes durées et devient anormale si le recuit est prolongé.

Au cours de la croissance de grains, la proportion des joints de faible désorientation a tendance à augmenter légèrement, mais les distributions d'angle de désorientation présentent également une forte contribution aux grands angles de désorientation qui ne disparaît pas. Ces fortes désorientations sont imposées par la symétrie d'échantillon orthorhombique. Les axes de rotation correspondant à ces fortes désorientations sont proches de DL, donc de  $\langle 11-20 \rangle$  après la croissance de grains poussée.

En raison de la présence des précipités dans l'alliage Zr702, nous avons observé une croissance anormale de grains pour une température de recuit à 800°C de durées de traitement assez long. Le temps d'incubation correspond probablement au temps nécessaire à l'évolution des précipités (coalescence ou dissolution préférentielles sur quelques joints). Ce cas n'a pas pu être totalement expliqué dans le cadre de ce travail, mais il pourrait être très intéressant d'y consacrer une étude plus approfondie. L'orientation favorisée par la croissance anormale semble proche de  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi=0^\circ \varphi_2=0^\circ\}$ . La maîtrise de la croissance anormale pourrait être un moyen de produire une tôle avec une texture différente des textures classiques. Ce phénomène pourrait également permettre d'accéder aux propriétés de certains joints de grains. D'une part, on peut supposer que ces grains subissent une croissance anormale en raison d'une relation d'orientation particulière avec leurs voisins qui donne une plus grande mobilité à leurs joints. D'autre part, nous avons observé le début de formation de grains îlots dont les joints doivent être de faible mobilité. Ces joints semblent caractérisés par un axe de rotation  $\langle 11-20 \rangle$ , mais par des angles de rotation très variables et qui ne sont pas forcément faibles.

Dans l'optique de modéliser l'évolution de texture de ces alliages, il nous semble indispensable de compléter les connaissances acquises sur les propriétés des joints de grains (énergie et mobilité en fonction du type de joints de grains). En effet, l'évolution de texture résulte de la croissance de grains qui elle-même est contrôlée par les propriétés des joints de grains. Nous avons tenté d'effectuer une simulation de croissance de grains par le modèle Vertex en collaboration avec le laboratoire IMM-RWTH (Aix la Chapelle, Allemagne). La Fig. 1 résume les résultats de cet essai.

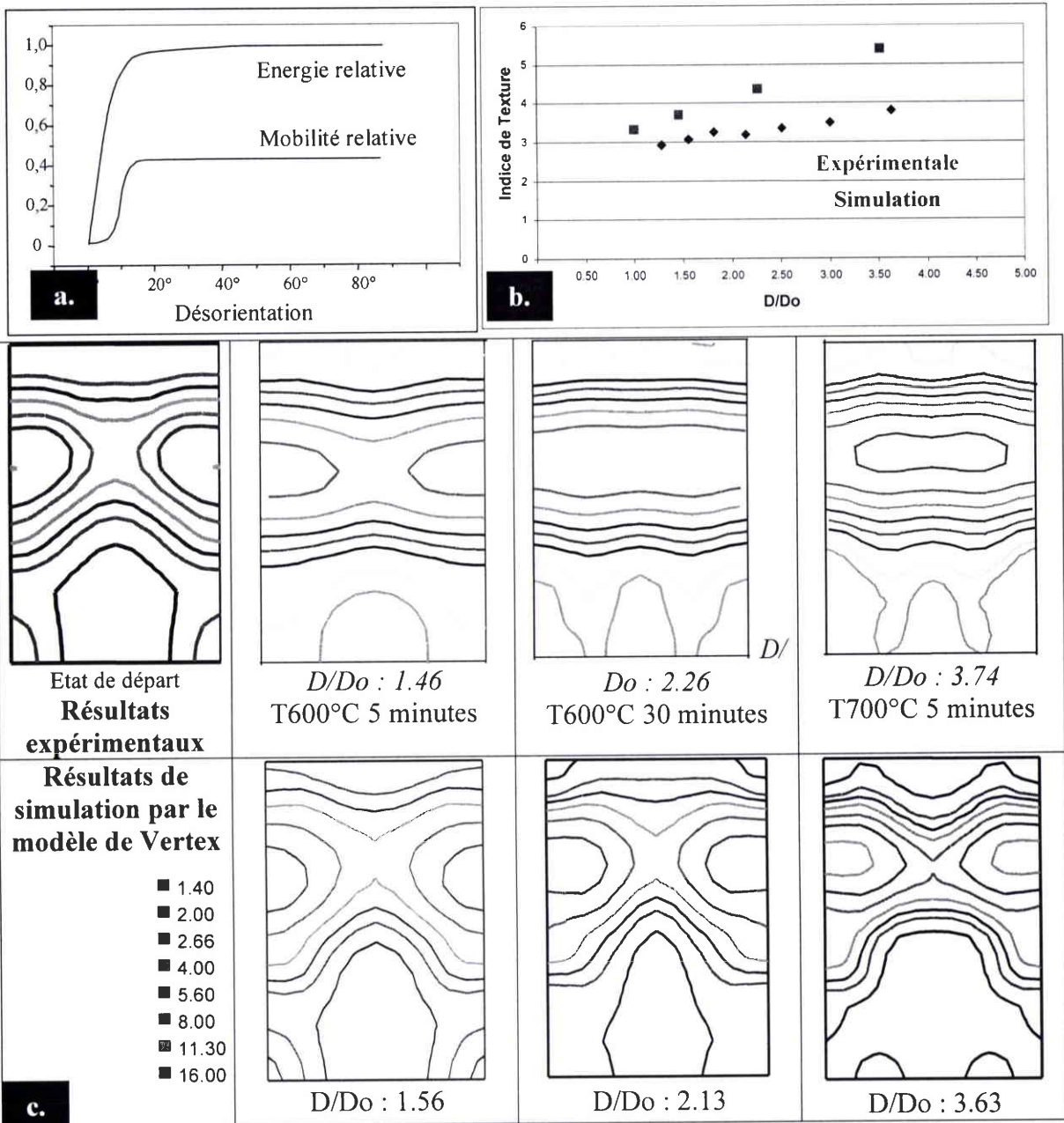


Fig.1. (a) Paramètres appliqués dans la simulation (b) Evolution de l'indice de texture en fonction du rapport entre la TGM après la croissance et la TGM de l'état de départ (D/Do). (c) Comparaison des coupes de la FDO à  $\phi_1=0^\circ$  entre les résultats expérimentaux et ceux de simulation de croissance de grains. L'évolution de texture est présentée en fonction du rapport entre la TGM après la croissance et la TGM de l'état de départ.

La simulation a été faite à partir d'une cartographie EBSD du titane commercialement pur recuit à 600°C pendant 5 minutes (TGM : 5.1  $\mu\text{m}$ ). Pour définir les propriétés des joints de grains, nous avons utilisé les hypothèses de base classiques : l'énergie et la mobilité des joints de grains ont été calculées en fonction de l'angle de désorientation par les formules de READ et SHOCKLEY [1950], avec un angle limite de 15° entre les joints de faible et de forte désorientation. L'évolution de texture simulée est cohérente avec l'évolution expérimentalement observée mais n'est pas assez rapide. Cela montre que les hypothèses considérées concernant les propriétés des joints de grains ne sont pas tout à fait suffisantes.

Comme on le voit, la confrontation des résultats de simulation et des résultats expérimentaux est aussi une voie d'avenir pour affiner la compréhension des mécanismes d'évolution de texture et fournir alors un outil prédictif de grande valeur performant.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

- [BARBERIS et al., 2002] P. Barberis, E. Ahlberg, N. Simic, D. Charquet, C. Lemaignan, . Wikmark, M. Dahlback, M. Limback, P. tagtstrom, B. Lehtinen, *Role of the second phase particles in zirconium binary alloys*, in «Zirconium in nuclear industry» : 13th International Symposium, ASTM STP 1423, G.D. Moan et P. Rudling, Eds., ASTM International, West Conshohocken, PA, p. 33, 2002
- [BALL et GOTTSTEIN, 1993] J. Ball, G. Gottstein, *Large strain deformation of Ni3Al + B: Part I. Microstructure and texture evolution during rolling*, Intermetallics, Vol. 1, p.171, 1993
- [BARRET,1940] C.S. Barret, Transaction of A.I.M.E., Vol. 137, p. 128, 1940
- [BATE et HUTCHINSON, 1997] P. Bate,B. Hutchinson, *A re-evaluation of the mechanism of SIBM*, Scripta Materialia, Vol. 36, Issue 2, p.195, 1997
- [BECK et SPERRY, 1949] P.A. Beck, P.R. Sperry, Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., Vol. 180, p. 240, 1949
- [BECK et SPERRY, 1950] P.A. Beck, P.R. Sperry, Journal of Applied Physics, Vol. 21, p. 150, 1950
- [BECK, 1953] P.A. Beck, Adv. Phy., Vol. 3, p. 245, 1953
- [BLICHARSKI et al., 1979] M. Blicharski, S. Nonrbakhs, J. Nutting, Metal Sci. Vol. 13, p.516, 1979
- [BOKSTEIN et al., 1986] B.S. Bokstein, Ch. V. Kopetskii, L.S. Shvindlerman, dans "Thermodynamics and Kinetics of Grain Boundaries", Metallurgica, Moscou, 1986
- [BONNET et al ., 1981] R Bonnet, E. Cousineau, D.H. Warrington, *Determination of near-coincident cells for hexagonal crystals. Related DSC lattices*, Acta Cryst., Vol. A37, p.184, 1981
- [BORBELY et al., 2000] A. Borbély, J. H. Driver, T. Ungár, *An X-ray method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals; application to cold worked ultra high purity iron*, Acta Materialia, Vol. 48, p.2005, 2000
- [BOWEN, 1993] A.W. Bowen, Rapport Final de Brite Euram Contract 0117C, Contribution by DRA (Partner C), Subtask 3.3, 1993
- [BOZZOLO et al., 2004] N. Bozzolo, N. Dewobroto, T. Grosdidier, P. Barberis, F. Wagner, *Grain growth texture evolution in zirconium (Zr702) and commercial pure titanium (T40)*, Material Science Forum, Vols. 467-470, p. 441, 2004
- [BRANGER et al., 2000] V. Branger, M.H. Mathon, T. Baudin, R. Penelle, *Recrystallization-fundamental aspects and relations to deformation microstructures*, Proceedings of the Twenty-first Riso International Symposium, Edited by N. Hansen, X. Huang, D. Juul Jensen, E.M. Lauridsen, T. Leffers, W. Pantleon, T.J. Sabin, J.A. Wert, Roskilde, Denmark, p. 257, 2000
- [BUNGE, 1965] H.J. Bunge, *Zur Darstellung allgemeiner Texturen*, Z. Metallkde. Vol.56, p.872, 1965
- [BUNGE, 1969] H.J.Bunge, *Mathematische Methoden der texturanalyse – Akademische-Verlag Berlin*, 1969
- [BURGERS et LOUWERSE, 1931] W.G. Burgers, P.C. Louwerse, Z. Phys., Vol. 67, p. 605, 1931
- [BURKE et TURNBULL, 1952] J.E. Burke and D. Turnbull, Prog. Metal. Phys., 3, p.220, 1952
- [CAHN, 1962] J.W. Cahn, *The impurity-drag effect in grain boundary motion*, Acta Metallurgica, Volume 10, p.789, 1962
- [CHARQUET et BLANC, 1984] D. Charquet, G. Blanc, *Texture in hexagonal close packed metals: the case of Zircaloy 4 sheets*, Proc. Of 7th International Conference on textures of materials (ICOTOM7), p.485, 1984
- [CHARQUET, 1998] D. Charquet, dans «Pratique des Matériaux Industriels : Propriétés-choix utilisation» Eds. Les referentiels Dunod, Partie 4.10.3, Novembre 1998
- [CHAUBET et al., 2001] D. Chaubet, J. P. Fondère and B. Bacroix, *Strain-anneal growth of Zr 701 large crystals*, Materials Science and Engineering A, Vol. 300, p.245, 2001
- [CHAUBET et al., 2002] D. Chaubet, B. Bacroix, J.L. Bechade, *An EBSD study of static recrystallization of cold rolled Zircaloy-4 sheets*, Material Science Forum Vols. 408-412, p. 797, 2002
- [CHEN et al., 2003] N. Chen, S. Zaefferer, L. Lahn, K. Günther and D. Raabe, *Effects of topology on*

*abnormal grain growth in silicon steel*, Acta Materialia, Vol. 51, p.1755, 2003

[CHUN et al., 1999] Y. B. Chun, S. K. Hwang, S. I. Kwun and M. H. Kim, *Abnormal grain growth of Zr-1wt.%Nb alloy and the effect of Mo addition*, Scripta Materialia, Vol. 40, p.1165, 1999

[CROCKER et BEVIS, 1970] Crocker AG, Bevis M. "Crystallography of deformation twinning in titanium", In: Jaffee R, Promised N, editors. The science technology and application of titanium. Oxford: Pergamon Press; p. 453, 1970

[CRUSSARD, 1944] C. Crussard, Mem. Sci. Rev. Met., Vol. 41, p. 118, 1944

[DAVID et al., 1978] D. David, E.A. Garcia, X. Lucas, G. Beranger, *Etude de la diffusion de l'oxygène dans le titane alpha oxydé thermiquement*, C.R. Acad. Sc. Paris, t. 278, Serie B, p. 125, 1978

[DEREP, 1981] J.L. Derez, Thèse, Ecole Centrale de Lyon, 1981

[DEWOBROTO et al., 2004] N. Dewobroto, N. Bozzolo, P. Barberis, F. Wagner, *Experimental investigations of recrystallization texture development in zirconium (Zr702)*, Material Science Forum, Vols. 467-470, p. 453, 2004

[DILLAMORE et al. 1972] I.L. Dillamore, P.L. Morris, C.J.E. Smith, W.B. Hutchinson, Proceeding of. Royal Society of London A, Vol. 329, p. 405, 1972

[DOHERTY et al., 1993] R. D. Doherty, K. Kashyap and S. Panchanadeeswaran, *Direct observation of the development of recrystallization texture in commercial purity aluminum*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 41, Issue 10, p. 3029, 1993

[DOHERTY et al., 1997] 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, A. D. Rollett, *Current issues in recrystallization : a review*, Materials Science and Engineering A, Vol. 238, Issue 2, p. 219, 1997

[DOHERTY et al., 1998] R.D. Doherty, Li-Chun Chen and Indradev Samajdar, *Cube recrystallization texture—experimental results and modeling*, Materials Science and Engineering A, Vol.257, p.18, 1998

[DRIVER, 1995] J.H. Driver, *Evolution structurale en recristallisation : Problèmes de germination et de croissance*, J. de Physique IV, Colloque C3, supplément au J. de Physique III. Vol. 5, p. C3-19, 1995

[DUCKHAM et al., 2002]. A. Duckham, R. D. Knutsen, O. Engler, *Influence of deformation variables on the formation of copper-type shear bands in Al-1Mg*, Acta Materialia, Vol. 49, p.2739, 2002

[DUGGAN et al., 1978] B. J. Duggan, M. Hatherly, W. B. Hutchinson, P. T. Wakefield, Met. Sci., Vol.12, p.343, 1978

[DUNN et LIONETTI, 1949] CG Dunn and F. Lionetti, Trans. AIME, Vol.185, p.125, 1949

[ENGLER, 1998] O. Engler, *On the influence of orientation pinning on growth selection of recrystallisation*, Acta Materialia, Vol. 46, p.555, 1998

[ENGLER, 2001] O. Engler, *An EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy Al-3%Mg*, Scripta Materialia, Vol. 44, Issue 2, p. 229, 2001

[ERWIN et al., 2001] K. T. Erwin, O. Delaire, A. T. Motta, Y. S. Chu, D. C. Mancini, R.C. Birtcher, *Observation of second-phase particles in bulk zirconium alloys using synchrotron radiation*, Journal of Nuclear Materials, Vol. 294, p.299, 2001

[ESCHER et al., 1998] C. Escher, S. Neves, G. Gottstein, *Recrystallization texture evolution in Ni<sub>3</sub>Al*, Acta Materialia, Vol. 46, Issue 2, p. 441, 1998

[FRANCILLETTE et al., 1998] H. Francillette, B. Bacroix, M. Gasperini, J. L. Bechade, *Grain orientation effects in Zr702 polycrystalline samples deformed in channel die compression at room temperature*, Acta Materialia, Vol. 46, p.4131, 1998

[FRANCILLETTE et al., 2001] H. Francillette, B. Bacroix, R.A. Lebensohn, J.L. Bechade, *Final texture on cold rolled Zr702 alpha polycrystalline samples*, Journal Physics IV, France, 11, Pr. 4-83, 2001

[FULLMAN, 1952] R.L. Fullman, Metal Interfaces (Cleveland, Ohio, American Soc. For Metals), p.170, 1952

[FUNDENBERGER et al., 2003] J.J. Fundenberger, A. Morawiec, E. Bouzy and J. S. Lecomte, *Polycrystal orientation maps from TEM*, Ultramicroscopy, Vol. 96, p.127, 2003

[FUNDENBERGER, 1992] J.J. Fundenberger, Thèse, Université de Metz, 1992

- [GANESAN et al, 1979] P.Ganesan, K. Okazaki, H. Conrad, *Characterization of recrystallization and grain growth in Ti-7,4At. Pct. Al (cph) et Ti-15,2 At. Pct Mo (bcc) Alloys*, Met. Trans., Vol.10A, p.1021, 1979
- [GIL et al., 1995] F. X. Gil, D. Rodríguez and J. A. Planell, *Grain growth kinetics of pure titanium*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 33, p.361, 1995
- [GIL et PLANELL, 2000] F. J. Gil and J. A. Planell, *Behaviour of normal grain growth kinetics in single phase titanium and titanium alloys*, Materials Science and Engineering A, Vol. 283, p.17, 2000
- [GLEITER, 1969a] H.Gleiter, *The mechanisms of grain boundary migration rate*, Acta Metall, vol.17, p.565, 1969
- [GLEITER, 1969b] H.Gleiter, *Theory of grain boundary migration rate*, Acta Metall, vol.17, p.853, 1969
- [GOTTSTEIN et al., 2001] G. Gottstein, D.A. Molodov, L.S. Shvindlerman, M. Winning, *Grain Boundary dynamics in crystalline solids*, in Material for the third millenium, Eds. R.K. Ray, V.S.R. Murthy, N.K. batra, K.A. Padmanabhan, S. Ranganathan, Oxford & IBH Publishing Co. Pvt. Ltd., New Dehli, India, 2001
- [GOTTSTEIN et SHVINDLERMAN, 1999] G. Gottstein et L.S. Shvindlerman, dans « Grain boundary migration in metals : Thermodynamics, kinetics, applications » CRC Press, Florida, 1999
- [GRAHAM et CAHN, 1956]. C.D. Graham et R.W. Cahn, Trans. Metall. Soc. A.I.M.E., Vol. 206, p.517, 1956
- [GREWEN, 1973] J. Grewen, *Texture of hexagonal metals and alloys and their influence on industrial application*, In Proc.3e Colloque Européen sur les Textures de Deformation et de Recristallisation des Metaux et leurs Applications Industrielles (Ed. R. Penelle), Pont-a-Mousson, p.195, 1973
- [HASSON et GOUX, 1971] G. C. Hasson and C. Goux, *Interfacial energies of tilt boundaries in aluminium. Experimental and theoretical determination*, Scripta Metallurgica, Vol. 5, p. 889, 1971
- [HAYAKAWA et al., 1998] Y. Hayakawa, M. Muraki and J. A. Szpunar, *The changes of grain boundary character distribution during the secondary recrystallization of electrical steel*, Acta Materialia, Vol. 46, p.1063, 1998
- [HAYAKAWA et SZPUNAR, 1997] Y. Hayakawa, J. A. Szpunar, *A new model of goss texture development during secondary recrystallization of electrical steel*, Acta Materialia, Vol. 45, p.4713, 1997
- [HERZIG et al., 2002] C. Herzig, Y. Mishina and S. Divinski, Metallurgical and Materials Transactions A, 33A, p.1, 2002
- [HIGGINS, 1974] G.T. Higgins, *Grain boundary migration and grain growth*, Met. Sc., J. 8, p. 143, 1974
- [HILLERT,1965] M. Hillert, *On the theory of normal and abnormal grain growth*, Acta Metall. Vol. 13, p.227, 1965
- [HJELEN et al., 1993] J. Hjelen , R. Ørsund, E. Hoel, P. Runde, T. Furu, E. Nes, *EBSP progress in technique and applications*, Textures and Microstructures, Vol. 20, p.29, 1993.
- [HOLM et al., 2001] E. A. Holm, G. N. Hassold and M. A. Miodownik, *On misorientation distribution evolution during anisotropic grain growth*, Acta Materialia, Vol. 49, p. 2981, 2001
- [HOLM et al., 2003] E. A. Holm, M. A. Miodownik and A. D. Rollett, *On abnormal subgrain growth and the origin of recrystallization nuclei*, Acta Materialia, Vol. 51, Issue 9, p. 2701, 2003
- [HU et CLINE, 1968] H. Hu, R.S. Cline, *Mechanism of reorientation during recrystallization of polycrystalline titanium*, Transaction Of the Metallurgical Society of A.I.M.E., Vol. 242, p.1013, 1968
- [HUGHES et HANSEN, 1997] D. A. Hughes, N. Hansen, *High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms*, Acta Materialia, Vol. 45, p.3871, 1997
- [HUMPHREYS et HATHERLY, 1996] Humphreys F.J., Hatherly M. dans "Recrystallization and related annealing phenomena", Pergamon press, Oxford, 1996
- [HUMPHREYS, 1997a] F. J. Humphreys, *A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model*, Acta Materialia, Vol. 45, Issue 10, p. 4231, 1997

- [HUMPHREYS, 1997b] F. J. Humphreys, *A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—II. The effect of second-phase particles*, Acta Materialia, Vol. 45, Issue 12, p. 5031, 1997
- [HUMPHREYS, 1999] F.J. Humphreys, *Quantitative metallography by electron backscattered diffraction*, Journal of Microscopy, Vol. 195, p.170, 1999
- [HUMPHREYS, 2001] F.J. Humphreys, *Review : Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*, Journal of Materials Science, Vol. 36, p.3833, 2001
- [HUTCHINSON et NES, 1986] W.B. Hutchinson, E. Nes, *Evolution of cube texture in Copper and Aluminium*, Proceeding of The Seventh Riso International Symposium, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 107, 1986
- [HUTCHINSON, 1989] W. B. Hutchinson, *Recrystallisation textures in iron resulting from nucleation at grain boundaries*, Acta Metallurgica, Vol. 37, Issue 4, p. 1047 , 1989
- [INAGAKI, 1991] H. Inagaki, Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 82, p. 779, 1991
- [INOUE et INAKAZU, 1988] H. Inoue and N. Inakazu, *Deformation an recrystallization textures in colled rolled titanium*, Proc. Of 8th International Conference on textures of materials (ICOTOM8), Eds. J.S. Kallend and G. Gottstein, p. 997, 1988
- [INOUE et INAKAZU, 1988] H. Inoue and N. Inakazu, *Deformation an recrystallization textures in colled rolled titanium*, Proc. Of 8th International Conference on textures of materials (ICOTOM8), Eds. J.S. Kallend and G. Gottstein, p. 997, 1988
- [JAZAERI et HUMPHREYS, 2004a] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, *The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys : I – the deformed state*, Acta Materialia, Vol. 52, Issue 11, p.3239, 2004
- [JAZAERI et HUMPHREYS, 2004b] H. Jazaeri, F.J. Humphreys, *The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys : II – annealing behaviour*, Acta Materialia, Vol. 52, Issue 11, p.3251, 2004
- [JUUL JENSEN, 1993] D. Juul Jensen, *Automatic EBSP analysis for recrystallization studies*, Textures and Microstructures, Vol. 20, p.55, 1993
- [JUUL JENSEN, 1995] D. Juul Jensen, *Growth rates and misorientation relationships between growing nuclei/grains and the surrounding deformed matrix during recrystallization*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 43, Issue 11, p. 4117, 1995
- [KASCHNER et al., 2004] G.C. Kaschner, S. Vogel, D. Brown, M.G. Stout, C.N. Tome, *Coupling between texture, twinning and hardening during deformation of zirconium. Part I : Experimental evidence*, Proc. of Int. Conf. On Texture and Anisotropy of Polycrystals, Eds. R. Schwarzer and P. Van Houtte, Trans Tech Publications Inc., 2004
- [KAZARYAN et al., 2002] A.Kazaryan, Y. Wang, S. A. Dregia and B. R. Patton, *Grain growth in anisotropic systems: comparison of effects of energy and mobility*, Acta Materialia, Vol. 50, p.2491, 2002
- [KUNZE, 1993] K. Kunze, S.I. Wright, B.L. Adams, D.J. Dingley, *Advances in automatic EBSP single orientation measurements*, Textures and Microstructures, Vol. 20, p.41, 1993
- [LANTUEJOUL, 1978] C. Lantuejoul, Thèse de Docteur Ingénieur, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1978a
- [LANTUEJOUL, 1980] C. Lantuejoul, Microscopica Acta, S4, p.266, 1980
- [LEBENSOHN et TOME, 1993] R. A. Lebensohn and C. N. Tomé, *A self-consistent viscoplastic model: prediction of rolling textures of anisotropic polycrystals*, Materials Science and Engineering A, Vol. 175, p.71, 1994
- [LUCKE et RIXEN, 1970] K. Lucke, R. Rixen, Met. Trans., Vol. 1, p. 259, 1970
- [LUCKE et STUWE, 1963] K. Lücke and H. P. Stüwe, *On the theory of impurity controlled grain boundary motion*, Acta Metallurgica, Vol. 19, p.108, 1971
- [MCGEARY et LUSTMAN, 1951] R.K. McGeary, B. Lustman,, Trans. TMS-AIME, Vol. 191 p.994, 1951
- [MCGEARY et LUSTMAN, 1953] R.K. McGeary, B. Lustman, Transaction of T.M.S.-A.I.M.E., Vol. 197,

p. 284, 1953

- [MEHNERT et KLIMANEK, 1996] K. Mehnert and P. Klimanek, *Monte Carlo simulation of grain growth in textured metals using anisotropic grain boundary mobilities*, Computational Materials Science, Vol.7, p.103, 1996
- [MEHNERT et KLIMANEK, 1997] K. Mehnert et P. Klimanek, *Grain growth in metal with strong texture: Three dimensional Monte Carlo simulations*, Computational Mater Sc. Vol. 9, p.261, 1997
- [MIROUX et al., 1998] A. Miroux, H. Regle, B. Bacroix, *Effect of cold rolling level on recrystallization textures in low carbon steel sheets : Modelling*, Proceedings of the International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals ITAP Clausthal, Germany Edited by R.A. Schwarzer Materials Science Forum, Vols. 273-275, p. 433, 1998
- [MOLODOV ET SHEIKH-ALI, 2004] D. A. Molodov, A. D. Sheikh-Ali, *Effect of magnetic field on texture evolution in titanium*, Acta Materialia, Vol. 52, p. 4377, 2004
- [NAKA, 1978] S. Naka, Thèse de Doctorat, Université de Paris 11, 1978
- [NAUER et BUNGE, 1988] C.U. Nauer-Gerhardt, H.J. Bunge, *Orientation distribution function and twinning activation in titanium*, Eight International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 8), Edited by J.S. Kallend and G. Gottstein, The Metal. Soc., 1988
- [PALUMBO et AUST, 1992] G. Palumbo et K.T. Aust, dans *Material Interfaces*, eds. Wolf et Yip, Chapman et Hall, London, p. 190, 1992
- [PARTRIDGE, 1967] P.C. Partridge, *The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals*, Metall. Rev. Vol. 12, p. 169, 1967
- [PAUL et al., 2002] H. Paul, J. H. Driver, Z. Jasienski, *Shear banding and recrystallization nucleation in a Cu-2%Al alloy single crystal*, Acta Materialia, Vol. 50, p.815, 2002
- [PHILIPPE, 1983] M.J. Philippe, Thèse, Université de Metz, 1983
- [PORTER et EASTERLING, 1991] D.A. Porter, K.A. Easterling, in *Phase Transformations in metals and alloys*, Chapman and Hall, London, 35, 1991
- [RALPH, 1990] B. Ralph, Mat. Sc.Tech. Vol.6, p.1139, 1990
- [READ et SHOCKLEY, 1950] W.T. Read et W. Shockley, *Dislocation models of crystal boundaries*, Phys. Rev. 78, p.275, 1950
- [READ, 1953] W.T. Read, in *Dislocations in crystals*, McGraw Hill, 1953
- [RIDHA et HUTCHINSON, 1982] A. Ridha, W.B. Hutchinson, *Recrystallisation mechanisms and the origin of cube texture in copper*, Acta Metallurgica, Vol. 30, Issue 10, p. 1929, 1982
- [RIDHA et HUTCHINSON, 1981] A. Ridha, W.B. Hutchinson, Proceedings of The Sixth International Conference on Texture of Materials, The Iron and Steel Institute of Japan, Tokyo, p. 112, 1981
- [RIOS et GOTTSTEIN, 2001]. P. R. Rios and G. Gottstein, *Texture evolution during normal and abnormal grain growth in an Al-1 wt% Mn alloy*, Acta Materialia, Vol. 49, p. 2511, 2001
- [ROE, 1965] R.J. Roe, *Description of crystalline orientation of polycrystalline materials. III. General solution to pole figure inversion*, J. Of Appl. Phys., Vol. 37, p.2069, 1966
- [RYDE et al., 2004] L. Ryde, B. Hutchinson, T. Kumano, «Grain boundaries with high misorientations and low mobility » *Material Science Forum* Vols. 467-470, p.739, 2004
- [SALTYKOV, 1950] S.A. Saltykov, "Stereometric metallography", Metallurgizdat, Moscou, 1ère édition, 2ème édition, 1958
- [SALTYKOV, 1958] S.A. Saltykov, dans "Stereometric metallography", Metallurgizdat, Moscou, 1958
- [SANDIM et al., 2003] H.R.Z. Sandim, J.F.C. Lins, A.L. Pinto, *Recrystallization behavior of a cold-rolled niobium bicrystal*, Materials Science and Engineering A, Vol. 354, p. 217, 2003
- [SAYLOR et al., 2003] D.M. Saylor, A. Morawiec and G.S. Rohrer, Acta Materialia, Vol. 51, p.3675, 2003
- [SCHOLZ et al., 1999] F. Scholz, J. H. Driver, E. Woldt, *The stored energy of cold rolled ultra high purity iron*, Scripta Materialia, Vol. 40, p.949, 1999

- [SCHWARZER, 1993] R.A. Schwarzer, *The determination of local texture by electron diffraction - A tutorial review*, Textures and Microstructures, Vol. 20, p.7, 1993.
- [SERGHAT et al., 1995] M. Serghat, M.J. Philippe, C. Esling, *Mécanisme de déformation et évolution de texture lors du laminage à froid d'alliages de zirconium*, Journées d'Etudes « propriétés-microstructures » Le Zirconium, Eds. G. Cailletaud, P. Lemoine, Editions de Physiques, Saclay, p. 67, 1995
- [SERGHAT, 1994] M.A. Serghat, Thèse, Université de Metz, 1994
- [SICILIANO et al., 2001] F. Siciliano jr., J.C. Dutra, F.C. Pimenta Jr., A.F. Padilha, *Abnormal grain growth in ferritic and austenitic stainless steels due to second phase dissolution*, Recrystallization and Grain growth, Proceedings of the First Joint International Conference, Eds. G. Gottstein et D.A. Molodov, p.233, 2001
- [SINGH et SCHWARZER, 2000] A.K. Singh, R.A. Schwarzer, *Texture and anisotropy of mechanical properties in titanium and its alloys*, Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 91, p.9, 2000
- [SOLAS et al, 2001] D. E. Solas, C. N. Tomé, O. Engler and H. R. Wenk, *Deformation and recrystallization of hexagonal metals: modeling and experimental results for zinc*, Acta Materialia, Vol. 49, p.3791, 2001
- [SONG et GRAY, 1995] S. G. Song, G. T. Gray, III, *Structural interpretation of the nucleation and growth of deformation twins in Zr and Ti—I. Application of the coincidence site lattice (CSL) theory to twinning problems in h.c.p. structures*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 43, p.2325, 1995
- [SURSAEVA et al., 1976] V.G. Sursaeva, A.V. Andreeva, Ch. V. Kopetskii, L.S. Shvindlerman, Phys. Met. Metall., Vol. 41, p. 98, 1976
- [SUTTON et BALLUFFI, 1987] A.P. Sutton et R.W. Balluffi, *Overview no. 61 On geometric criteria for low interfacial energy*, Acta Metallurgica, Vol. 35, p.2177, 1987
- [SZTWIERTNIA et HAESSNER, 1995] K. Sztwiertnia and F. Haessner, *Compromise and non-compromise orientations in recrystallization texture formation*, in « Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization » 16th Risø international symposium on materials science, Editors : Niels Hansen, Yi-Lin Liu, Dorte Juul Jensen, Brian Ralph, Risø National Laboratory, 1995
- [SZTWIERTNIA, 2002] K. Sztwiertnia, *Orientation aspects of nucleation of recrystallization in FCC metals and alloys with low stacking fault energies*, Material Science Forum Vols. 408-412, p. 767, 2002
- [TOME et al., 2004] C.N. Tomé, G.C. Kaschner, D. Brown, S. Vogel and M.G. Stout, *Coupling between texture, twinning and hardening during deformation of zirconium. Part II : Modelling interpretation*, 2nd International Conference on Textures and Anisotropy of Polycrystals (ITAP2), Metz, France, 2004
- [VAN LANDUYT et al., 1999] O. Van Landuyt, T. Grosdidier, F. Wagner, *Last Stage of Recrystallization in Ti Sheets*, Proceedings of 12th Int. Conf. Of Textures of Materials, ICOTOM 12, 9-13 août 1999, Eds. J. A. SPZUNAR et NRC Research Press, p. 895, 1999
- [WAGNER et al, 1998] F. Wagner, S. Matthies, O. Van Landuyt, *Processing individual orientation data to calculate ODFs*, Mat. Sc. 273-275, p. 94, 1998
- [WAGNER et al., 1996] F. Wagner, M. Humbert, J. Muller, C. Esling, *The use of the positivity method to approximate the complete ODF*, Textures and Microstructures, Vol. 25, p.197, 1996.
- [WAGNER et al., 2002] F. Wagner, N. Bozzolo, N. Dewobroto, N. Gey, *Some Remarks about the Processing of Automatic EBSD Orientation Measurements in View of Texture Determination*, The 13th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM13). Seoul, Korea, Trans. Tech. Pub. of Mats. Sci. Forum, 408-412, Part 1, p.143, 2002.
- [WAGNER et al., 2002] F. Wagner, N. Bozzolo, O. Van Landuyt and T. Grosdidier, *Evolution of recrystallisation texture and microstructure in low alloyed titanium sheets*, Acta Materialia, Vol. 50, Issue 5, p. 1245, 2002
- [WILKINSON et DINGLEY, 1991] A. J. Wilkinson, D. J. Dingley, *Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 39 p.3047, 1991
- [WILLIS et HATHERLY, 1978] D. J. Willis, M. Hatherly, Proc. of the 5th Int. Conf. on Texture of Materials, Vol. 1, Springer Verlag, Berlin, p.48, 1978
- [WOLF et MERKLE, 1992] D. Wolf et K. L. Merkle, dans Material Interface, eds. Wolf et Yip, Chapman

and Hall, London, 1992

[ZAEFFERER, 2003] S. Zaefferer, *A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture*, Materials Science and Engineering A, Volume 344, p.20, 2003

[ZOU, 1994] H. Zou, G. M. Hood, J. A. Roy, R. J. Schultz and J. A. Jackman, *The solid solubility of Fe in alpha-Zr: A secondary ion mass spectrometry study*, Journal of Nuclear Materials, Vol. 210, p.239, 1994

# ETUDE DE L'EVOLUTION DE TEXTURE LORS DE LA RECRISTALLISATION ET DE LA CROISSANCE DE GRAINS D'ALLIAGES DE TITANE ET DE ZIRCONIUM

**MOTS CLES :** Zirconium, Titane, Microstructure, Texture, État déformé, Recristallisation, Croissance de grains, Polycristal, Cinétique

## RESUME

L'objectif est d'identifier les mécanismes qui régissent l'évolution de la texture et de la microstructure du titane commercialement pur (T40) et du zirconium (Zr702) et d'établir des relations entre les phénomènes survenant pendant la déformation, la recristallisation et la croissance de grains. Cette étude est basée sur la caractérisation expérimentale en utilisant des outils de caractérisation: DRX, MEB-EBSD et MET. C'est une étude détaillée de caractérisation depuis l'état déformé jusqu'à la phase de croissance de grains. L'évolution des textures globales du titane et du zirconium sont similaires lors du laminage et du recuit. Le changement de texture pendant le recuit provient surtout de la phase de croissance de grains. La recristallisation atténue légèrement la texture de laminage (maxima restent à  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi \varphi_2=0^\circ\}$ ). Les différences sur le comportement de déformation génèrent ensuite des différences sur les mécanismes de recristallisation. La germination du T40 et du Zr702 sont du type non-orientée. La croissance faiblement orientée depuis la recristallisation favorise le développement de la composante  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi \varphi_2=30^\circ\}$  qui devient majoritaire à la fin de la croissance de grains. La microstructure du T40 se développe par la croissance normale de grains pour le recuit à 600, 700 et 800°C et les paramètres de cinétique sont déterminés. Le Zr702 montre une cinétique de croissance normale de grains assez lente due aux précipités qui sont aussi responsable de la croissance anormale de grains pour des traitements plus longs à 800°C (qui favorise des orientations avec des angles PHI proche de 0°).

## STUDY ON TEXTURE EVOLUTION DURING RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH OF TITANIUM AND ZIRCONIUM ALLOYS

**KEYWORDS :** Zirconium, Titanium, Microstructure, Texture, Deformed State, Recrystallization, grain Growth, Polycristal, Kinetics

## SUMMARY

The objective is to explain mechanisms leading to texture change during annealing for commercially pure Ti (T40) and a zirconium alloy (Zr702) by making relationships between phenomena occurred during deformation, recrystallization and grain growth. During this experimental study, X-Ray goniometry SEM-EBSD and TEM were used to give complete descriptions on microstructure and texture evolution from deformed state until grain growth stage. Texture evolution for both materials are similar during annealing. Texture changes mainly during grain growth. Recrystallization changes slightly the rolling texture (maxima at  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi \varphi_2=0^\circ\}$ ). Different deformation behaviors of both materials during cold rolling give differences in recrystallization mechanisms. T40 and Zr702 showed a not oriented nucleation. The slight growth selection since recrystallization stage develops the texture component  $\{\varphi_1=0^\circ \Phi \varphi_2=30^\circ\}$  which becomes main component at advanced stage of grain growth. T40 evolves by normal grain growth for annealing temperature at 600, 700 and 800°C. Grain growth kinetics parameters for T40 were determined. Zr702 showed lower grain growth kinetics due to precipitates which are also the responsible for abnormal grain growth when heat treatments were done for long time at 800°C.