



HAL
open science

Rôle des précipités de cuivre et de leur évolution sur la recristallisation des aciers sans interstitiels stabilisés au titane

Sophie Diligent-Berveiller

► **To cite this version:**

Sophie Diligent-Berveiller. Rôle des précipités de cuivre et de leur évolution sur la recristallisation des aciers sans interstitiels stabilisés au titane. Physique [physics]. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2000. Français. NNT : 2000INPL045N . tel-01750405

HAL Id: tel-01750405

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750405v1>

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

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

00INPL045N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

THESE

**ROLE DES PRECIPITES DE CUIVRE ET DE LEUR EVOLUTION
SUR LA RECRISTALLISATION
DES ACIERS SANS INTERSTITIELS STABILISES AU TITANE**

présentée à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

en Science et Ingénierie des Matériaux Métalliques

par

Sophie DILIGENT-BERVEILLER

Soutenue le 15 Juin 2000, devant la Commission d'Examen

JURY

J. DRIVER

Président

B. BACROIX

Rapporteur

A. BARBU

Rapporteur

E. GAUTIER

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur



D 136 024205 9

B6024 2059

00INPL 045N

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

2000 DILIGENT-BERVEILLER, S.

THESE

**ROLE DES PRECIPITES DE CUIVRE ET DE LEUR EVOLUTION
SUR LA RECRISTALLISATION
DES ACIERS SANS INTERSTITIELS STABILISES AU TITANE**

présentée à

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

en Science et Ingénierie des Matériaux Métalliques

par

Sophie DILIGENT-BERVEILLER

Soutenue le 15 Juin 2000, devant la Commission d'Examen

JURY

J. DRIVER	Président
B. BACROIX	Rapporteur
A. BARBU	Rapporteur
E. GAUTIER	Examineur
M.H. MATHON	Examineur
T. IUNG	Examineur
X. LEMOINE	Examineur

Avant-Propos

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques (Unité Mixte de Recherche 7584 CNRS) à l'Ecole des Mines de Nancy. Je remercie M. André Simon, son directeur, de m'avoir accueillie dans son laboratoire. Ce travail, qui s'inscrivait dans le cadre d'une convention BDI entre le CNRS, l'IRSID et la Région Lorraine, a été mené en étroite collaboration avec le groupe USINOR, notamment l'IRSID et la SOLLAC Florange, ainsi qu'avec le Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (Université de Metz).

Je remercie Elisabeth Gautier d'avoir encadré ce travail de recherche avec toujours beaucoup de dynamisme et de gentillesse. Je lui suis reconnaissante de tous les conseils qu'elle m'a apportés.

J.H. Schmitt et Thierry Iung ont suivi ma thèse et m'ont chaleureusement accueilli à l'IRSID ; je leur exprime toute ma gratitude pour les nombreuses discussions que nous avons eues. Marc Zandona puis Patrick Weisbecker, et Hélène Réglé m'ont initiée avec patience aux textures cristallographiques. Qu'ils en soient ici remerciés.

Je remercie Mme Bacroix et M. Barbu d'avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse, ainsi que M. Driver pour avoir présidé le jury.

Xavier Lemoine et Marcel Berveiller ont eu la lourde tâche de m'apprendre les fondements de la mécanique des matériaux. Ils se sont révélés être de très bons pédagogues et je les en remercie. Enfin, j'aurais une mention particulière pour Marie-Hélène Mathon qui m'a permis d'effectuer des expériences de DNPA au CEA et m'a accueilli avec beaucoup de gentillesse.

Mes remerciements vont également à toutes les personnes, ingénieurs et techniciens, qui ont contribué à la réalisation de cette thèse, en particulier :

A l'IRSID, Sabine Lanteri, Hélène Petitgand, Yannick Raullet, Laurent Chapuis, Arnaud Reignier et Laurent Lesne

Au LSG2M, Albert Fuchs, Bernard Colleret, Robert Vernet, David Bonina.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont contribué à créer des conditions de travail très agréables et ont fait de cette thèse une expérience humaine très enrichissante. Donc merci à Josette, Martine, Liliane, Anne-Marie, Géraldine, Rachel, David, Jean-Louis, Sandra, Thierry, Sylvie(s), Jean-Charles.

Je dédie cette thèse à Michel et Alexis qui m'ont supportée et encouragée tout au long de ces trois années

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION.....	13
<u>CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</u>	15
1. MÉCANISMES GÉNÉRAUX DE RESTAURATION ET RECRISTALLISATION.....	16
1.1. LA RESTAURATION :	16
1.2. LA RECRISTALLISATION :	16
1.2.1. <i>La germination</i> :	17
1.2.1.1. Définition du germe:	17
1.2.1.2. Les mécanismes de germination:	17
1.2.2. <i>Croissance</i> :	18
1.2.3. <i>Germination orientée et croissance orientée:</i>	19
1.2.4. <i>Rôle des impuretés</i> :	20
1.2.5. <i>Conclusion</i> :	21
2. ETUDE DES ACIERS À BAS TAUX DE CARBONE :	21
2.1. ETAT APRÈS DÉFORMATION À FROID :	22
2.1.1. <i>Microstructure de déformation à froid</i> :	22
2.1.1.1. Aciers extra-doux:	22
2.1.1.2. Aciers sans interstitiels :	22
2.1.1.3. Analyse quantitative :	23
2.1.1.4. Influence des éléments en solution solide et des précipités :	24
2.1.2. <i>Texture de laminage à froid</i> :	25
2.1.2.1. Influence du taux de laminage :	25
2.1.2.2. Influence de la texture initiale :	26
2.1.2.3. Influence de la taille de grains Initiale :	26
2.1.2.4. Influence des éléments en solution solide :	27
2.1.2.5. Influence des particules de seconde phase :	28
2.2. RECRISTALLISATION DES ACIERS BAS CARBONE :	29
2.2.1. <i>Cinétique de recristallisation</i> :	29
2.2.2. <i>Evolution de la texture au cours de la recristallisation</i> :	30
2.2.3. <i>Les différentes théories expliquant la formation de la fibre γ</i> :	30
2.2.3.1. Germination orientée :	30
2.2.3.2. Formation des germes :	33
2.2.3.3. Croissance orientée :	34
2.2.4. <i>Influence de différents paramètres</i> :	35

2.2.4.1. Paramètres thermomécaniques :	35
2.2.4.2. Influence des conditions de recuit :	36
2.2.4.3. Eléments en solution solide :	38
2.2.4.4. Etat de précipitation :	39
3. EFFETS DU CUIVRE :	40
3.1. CONSIDÉRATIONS THERMODYNAMIQUES :	40
3.2. SÉQUENCE DE PRÉCIPITATION DU CUIVRE :	42
3.2.1. Germination :	42
3.2.2. Solution solide → Structure C.C.	43
3.2.3. Evolution de la structure CC :	47
3.2.4. Coalescence :	48
3.2.5. Précipitation en conditions anisothermes :	48
3.2.6. Récapitulatif :	50
3.3. INFLUENCE DU CUIVRE SUR LES TRANSFORMATIONS DE PHASE :	50
3.4. INFLUENCE DU CUIVRE SUR L'ANISOTROPIE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET LES TEXTURES :	51
3.4.1. Effet du cuivre sur le coefficient d'anisotropie \bar{r} :	51
3.4.2. Laminage à froid :	51
3.4.3. Influence du cuivre sur la texture de recristallisation :	53
3.4.3.1. Cuivre en solution solide :	53
3.4.3.2. Précipités de cuivre :	54
3.5. CONCLUSION :	61
4. CONCLUSION PARTIELLE :	62
CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	63
1. ELABORATION ET MISE EN FORME DU MATÉRIAU.....	63
1.1. ELABORATION DU MATÉRIAU :	63
1.2. MISE EN FORME DU MATÉRIAU :	63
2. SIMULATION DU RECUIT :	64
3. CARACTÉRISATION DE LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION :	65
3.1. MACRODURETÉ :	65
3.2. MICROSCOPIE OPTIQUE :	65
3.3. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE :	66
3.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) : contraste cristallographique	66
3.3.2. Microscopie électronique à transmission :	68

4. CARACTÉRISATION DE LA TEXTURE :	69
4.1. REPRÉSENTATION DES TEXTURES :	69
4.1.1. <i>Indices de Miller</i> :	69
4.1.2. <i>Angles d'Euler</i> :	70
4.2. TEXTURE GLOBALE : DIFFRACTION DE RAYONS X :	71
4.2.1. <i>Principe de la technique</i> :	71
4.2.2. <i>Corrections du signal</i> :	72
4.2.3. <i>Calcul de la FDO (Fonction de Distribution d'Orientations)</i> :	73
4.2.4. <i>Conditions expérimentales</i> :	73
4.3. TEXTURE LOCALE : DIFFRACTION D'ÉLECTRONS RÉTRODIFFUSÉS (EBSD) :	73
4.3.1. <i>Dispositif expérimental</i> :	74
4.3.2. <i>Principe de la technique</i> :	74
4.3.3. <i>Traitement des données</i> :	75
4.3.4. <i>Calcul de la FDO</i> :	76
5. CARACTÉRISATION DE LA PRÉCIPITATION :	76
5.1. DIFFUSION DE NEUTRONS AUX PETITS ANGLES (DNPA) :	76
5.1.1. <i>Préparation des échantillons</i> :	77
5.1.2. <i>Principe de la technique</i> :	77
5.1.3. <i>Traitement des données</i> :	78
5.1.4. <i>Interprétation des spectres après correction</i> :	80
5.1.5. <i>Exemple d'application</i> :	82
5.2. SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE : SAT :	84
5.2.1. <i>Echantillons</i> :	84
5.2.2. <i>Dispositif expérimental</i> :	84
<u>CHAPITRE III : INFLUENCE DU CUIVRE SUR LA RECRISTALLISATION...</u>	87
1. ETAT LAMINÉ À CHAUD ET BOBINÉ :	87
1.1. MICROSTRUCTURE ET TEXTURE :	87
1.2. DURETÉ VICKERS :	89
2. CARACTÉRISATION DE L'ÉTAT LAMINÉ À FROID :	89
2.1. ETAT MICROSTRUCTURAL :	89
2.2. TEXTURE DE LAMINAGE À FROID :	91
3. INFLUENCE DU CUIVRE LORS DE LA RECRISTALLISATION EN RECUIIT CONTINU :	91
3.1. CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION :	91

3.1.1. <i>Cinétique globale</i> :.....	92
3.1.2. <i>Analyse microstructurale de la recristallisation</i> :.....	93
3.1.3. <i>Conclusion</i> :.....	102
3.2. TEXTURE DE RECRISTALLISATION :.....	102
3.2.1. <i>Texture globale</i> :.....	102
3.2.2. <i>Texture locale : mesures EBSD</i>	103
3.2.3. <i>Récapitulatif</i> :.....	105
4. INFLUENCE DES CONDITIONS DE RECUI :.....	105
4.1. SUR LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION :.....	105
4.2. EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE :.....	108
4.3. TEXTURE DE RECRISTALLISATION :.....	111
4.3.1. <i>Texture globale</i> :.....	111
4.3.2. <i>Analyse EBSD</i> :.....	113
5. DISCUSSION :.....	115
5.1. ETAT LAMINÉ À FROID :.....	115
5.2. EVOLUTION AU COURS DU RECUI :.....	115
5.2.1. <i>Etude cinétique</i> :.....	115
5.2.2. <i>Formation de la texture</i> :.....	116
6. RÉCAPITULATIF :.....	117
<u>CHAPITRE IV : ETUDE DE LA PRECIPITATION</u>	119
1. OBSERVATION EN MET :.....	119
1.1. PRÉCIPITÉS AU TITANE :.....	119
1.1.1. <i>Acier sans cuivre</i> :.....	120
1.1.2. <i>Acier à 0,3% et 1% de cuivre</i> :.....	121
1.2. PRÉCIPITÉS AU CUIVRE :.....	122
1.2.1. <i>Nuance à 1% de cuivre</i>	122
1.2.2. <i>Nuance à 0,3% de cuivre</i>	122
1.3. RÉCAPITULATIF :.....	125
2. EVOLUTION DES PRÉCIPITÉS AU COURS DU CHAUFFAGE :.....	125
2.1. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE :.....	125
2.2. RÉSULTATS : ACIER À 0% DE CUIVRE, LAMINÉ À CHAUD.	127
2.3. RÉSULTATS POUR L'ACIER À 1% DE CUIVRE À L'ÉTAT LAMINÉ À CHAUD :.....	128
2.3.1. <i>Chauffage rapide</i> :.....	128
2.3.2. <i>Maintien isotherme</i> :.....	134

2.4. ACIER À 0,3% DE CUIVRE À L'ÉTAT LAMINÉ À CHAUD :	139
2.5. CAS DES ACIERS LAMINÉS À FROID :	140
2.5.1. Acier à 1% de cuivre chauffé à 770°C :	140
2.5.2. Acier à 1% de cuivre chauffé à 800°C :	141
3. DISCUSSION :	142
3.1. ETUDE À LA SONDE ATOMIQUE TOMOGRAPHIQUE (SAT) :	144
3.2. EVOLUTION DES PRÉCIPITÉS EN CHAUFFAGE RAPIDE :	146
3.2.1. Rayon critique de germination :	148
3.2.2. Dissolution :	150
3.3. EVOLUTION DES PRÉCIPITÉS POUR DES CONDITIONS DE CHAUFFAGE LENT :	154
3.4. INFLUENCE DE LA DÉFORMATION :	157
<u>CHAPITRE V : ENREGIE STOCKEE AU COURS DE LA DEFORMATION A FROID.....</u>	159
1. LES DIFFÉRENTES SOURCES D'ÉNERGIE STOCKÉE :	159
1.1. DÉFINITION THERMODYNAMIQUE :	159
1.2. DÉFAUTS PONCTUELS :	160
1.3. DISLOCATIONS :	160
1.3.1. Dislocation isolée :	160
1.3.2. Distribution de dislocations :	160
1.4. LES CONTRAINTES INTERNES :	162
1.5. CONCLUSION :	163
2. DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DE L'ÉNERGIE STOCKÉE :	163
2.1. CALORIMÉTRIE :	163
2.2. DIFFRACTION X :	164
2.3. RELATION ENERGIE EMMAGASINÉE / MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION À FROID :	165
2.4. CONCLUSION :	166
3. LES DIFFÉRENTS MODÈLES MÉCANIQUES UTILISÉS POUR DÉTERMINER L'ÉNERGIE STOCKÉE.....	167
3.1. PARAMÈTRES ET MODÈLES UTILISÉS POUR REPRÉSENTER L'ÉNERGIE STOCKÉE :	167
3.2. MODÈLES ÉLASTO-PLASTIQUE OU - VISCOPLASTIQUE :	168
3.3. MODÈLE AUTOCOHÉRENT :	169
4. PRÉSENTATION DU MODÈLE :	169
4.1. COMPORTEMENT DU MONOCRISTAL :	169
4.1.1. Lois de comportement :	169
4.1.2. Critère de Schmid :	170

4.1.3. Généralisation du critère de Schmid :	171
4.1.4. Définition des modules tangents :	171
4.1.5. Energie stockée :	172
4.2. COMPORTEMENT DU POLYCRISTAL :	172
4.2.1. Définition du problème :	172
4.2.2. Localisation :	173
4.2.3. Approximation autocohérente :	174
4.2.4. Approximation autocohérente à un site :	174
4.2.5. Paramètres calculés :	175
4.3. CONDITIONS INITIALES :	175
4.3.1. Etat initial :	175
4.3.2. Systèmes de glissement potentiels :	176
4.3.3. Matrice d'écrouissage :	176
4.4. TRAJET DE CHARGEMENT :	178
4.5. REPRÉSENTATION DES RÉSULTATS :	178
5. RÉSULTATS :	179
5.1. TEXTURE DE LAMINAGE À FROID :	179
5.1.1. Après un laminage à 75% :	179
5.1.2. Influence du taux de laminage :	181
5.2. ENERGIE STOCKÉE ET DÉFORMATION PLASTIQUE: CAS DE L'ACIER IF-TI SANS CUIVRE:	181
5.2.1. Fibre α :	184
5.2.2. Fibre γ :	186
5.2.3. Influence du taux de déformation :	188
5.2.4. Courbes contrainte-déformation :	190
5.3. INFLUENCE DE LA TENEUR EN CUIVRE :	192
5.3.1. Energie stockée :	192
5.3.2. Déformation plastique équivalente :	193
5.4. CONCLUSION PARTIELLE :	193
CHAPITRE VI : DISCUSSION.....	197
1. ETAT APRÈS LAMINAGE À FROID :	197
1.1. MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION :	197
1.2. TEXTURE DE LAMINAGE À FROID :	198
2. INFLUENCE DU CUIVRE SUR LES CINÉTIQUES DE RECRISTALLISATION :	199
2.1. INFLUENCE DU CUIVRE SUR LA RESTAURATION :	199
2.2. CALCUL DE LA FORCE DE FREINAGE :	205

2.2.1. Description du modèle :	205
2.2.2. Application numérique :	206
2.3. CORRÉLATION ENTRE LA CINÉTIQUE GLOBALE DE RECRISTALLISATION ET LA CINÉTIQUE D'ÉVOLUTION DES FORCES DE FREINAGE.	210
2.3.1. Influence de la vitesse de chauffage :	210
2.3.2. Microstructure :	212
2.3.3. Influence de la taille des précipités :	215
2.4. INFLUENCE DE LA TENEUR EN CUIVRE :	215
3. INFLUENCE DU CUIVRE SUR LES TEXTURES DE RECRISTALLISATION ET LEUR FORMATION :	216
3.1. MÉCANISME DE FORMATION AU COURS DU RECUIR CONTINU :	216
3.2. INFLUENCE DES CONDITIONS DE TRAITEMENT THERMIQUE :	218
3.3. INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION DES PRÉCIPITÉS :	219
3.4. INFLUENCE DE LA TENEUR EN CUIVRE :	220
3.5. CONSÉQUENCES SUR LE COEFFICIENT D'ANISOTROPIE :	220
4. CONCLUSIONS PARTIELLES :	221
<u>CONCLUSION GENERALE</u>.....223
<u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</u>	227
<u>Annexe 1 : Diffusion de neutrons aux petits angles</u>.....	237
<u>Annexe 2 : Influence de la température de bobinage</u>.....	241
<u>Annexe 3 : Description de la précipitation</u>.....	251

INTRODUCTION

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du "Cycle du Fer", programme de recherche lancé par le groupe USINOR en 1996. Les contraintes économiques et sociales ont rendu nécessaire, voire incontournable, le recyclage de l'acier ; le four à arc électrique présente l'avantage, par rapport à la filière fonte traditionnelle, de pouvoir produire de l'acier en n'utilisant que des ferrailles. L'inconvénient de cette technique est la présence d'impuretés qui sont parfois bénéfiques mais le plus souvent néfastes aux propriétés d'usage du matériau. Dans cette filière, les principaux éléments résiduels métalliques sont le cuivre, le nickel, le chrome, le molybdène et l'étain. Ces différents éléments peuvent altérer le comportement de l'acier au cours de sa fabrication et de sa mise en œuvre. Il est nécessaire de pouvoir quantifier les effets de chacun d'eux. Dans cette étude, nous nous sommes attachés à étudier l'influence du cuivre sur la recristallisation d'un acier sans interstitiels microallié au titane, acier à basse teneur en carbone.

Ce type d'aciers est utilisé pour la production des tôles minces qui représente une part importante de l'activité sidérurgique. Ces tôles sont principalement utilisées dans l'industrie automobile du fait de leur bonne aptitude à l'emboutissage. Cette propriété est directement liée à la texture cristallographique du matériau : elle doit être de type $\{111\}$, c'est à dire qu'une majorité de grains doivent avoir un plan cristallographique $\{111\}$ parallèle au plan de la tôle. On parle alors de fibre $\{111\}$, aussi appelée fibre γ . Cette texture leur permet de résister à l'amincissement lors de l'emboutissage ; le coefficient d'anisotropie \bar{r} caractérise l'emboutissabilité de l'acier.

Avant l'emboutissage, les tôles subissent un chemin de mise en forme comportant un *laminage à chaud* (généralement en phase austénitique) suivi d'un refroidissement à la température ambiante ("*bobinage*"). Les tôles sont alors laminées à la température ambiante (*laminage à froid*) puis recuites. C'est au cours de cette dernière étape qu'a lieu la recristallisation de l'acier et que ce dernier développe la texture $\{111\}$. Industriellement, il existe deux grands types de recuit : le recuit continu qui se caractérise par une vitesse de montée en température élevée (typiquement entre 10 et 50°C.s⁻¹), et le recuit base qui correspond à des vitesses de chauffage très lentes (de 10 à 50°C.h⁻¹). La présence de cuivre est susceptible de modifier le comportement de l'acier à chacune de ces étapes. L'essentiel de notre travail a porté sur l'étude des modifications engendrées durant le recuit (la recristallisation). Cependant, nous avons été amenés à caractériser certaines évolutions microstructurales à différentes étapes de la mise en forme afin d'analyser finement les résultats obtenus.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique. Dans un premier temps, nous présentons une synthèse des connaissances acquises sur les phénomènes généraux de la recristallisation et sur les caractéristiques des aciers bas carbone que ce soit au cours de la déformation ou du recuit. Dans un deuxième temps, nous abordons les différents aspects inhérents à l'addition de

cuivre c'est à dire sa précipitation et la modification des précipités préalablement formés, puis l'influence du cuivre sur le comportement des aciers bas carbone au cours de la mise en forme.

Les chapitres III et IV présentent les résultats expérimentaux obtenus. Dans le chapitre III, nous avons rassemblé ceux portant sur l'effet du cuivre sur la cinétique de recristallisation et sur l'évolution de la texture, tant après laminage à froid qu'au cours et après recristallisation. Ces résultats nous ont amenés à l'étude microstructurale de l'acier, notamment celle de l'état structural du cuivre. Aussi une caractérisation par microscopie électronique (MET) d'une part, et par diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) et sonde atomique tomographique (SAT) d'autre part a été menée. Cette étude fait l'objet du chapitre IV.

La force motrice de recristallisation est emmagasinée dans le matériau au cours du laminage à froid. Il est établi que celle-ci varie en fonction de l'orientation cristalline. Cette donnée est également nécessaire pour l'étude des cinétiques de restauration/recristallisation. Dans le chapitre V, nous analysons brièvement les différents modèles utilisés pour atteindre la force motrice. Nous précisons le vocabulaire et les différentes énergies associées aux diverses échelles d'étude de la microstructure. Puis nous calculons les distributions de force motrice associées aux contraintes du second ordre et les distributions de déformation plastique équivalente en fonction de l'orientation finale des grains au cours de la déformation à froid en utilisant un modèle autocohérent.

Enfin, dans le dernier chapitre, nous analysons l'effet du cuivre sur les mécanismes d'évolutions microstructurales observées précédemment afin d'expliquer les modifications de comportement de l'acier en présence de cuivre tout au long de la mise en forme.

CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce premier chapitre présente une synthèse bibliographique des différentes notions abordées dans la thèse :

- La première partie de ce chapitre est consacrée aux caractéristiques générales de la recristallisation : nous rappelons les principaux mécanismes qui entrent en jeu ainsi que les différentes forces de freinage qui peuvent les ralentir.

- Dans la deuxième partie, nous étudierons plus particulièrement le comportement des aciers à bas taux de carbone au cours de la déformation à froid puis du recuit.

- Au cours du laminage à froid, le matériau subit des modifications structurales (la morphologie des grains change), et texturales : on voit apparaître des orientations privilégiées dont la nature exacte dépend des paramètres thermomécaniques (taux de réduction d'épaisseur, par exemple) et microstructuraux (présence de précipités ou d'éléments en solution solide). Après avoir présenté la texture obtenue après laminage à froid dans le paragraphe 2.1, nous étudierons, dans le paragraphe 2.2, l'influence des différents paramètres précédemment cités sur sa formation.

- L'étude du comportement des aciers à bas taux de carbone au cours du recuit a fait l'objet de nombreuses études au cours de ces vingt dernières années ; plusieurs théories sont avancées pour expliquer l'évolution de la texture au cours de la recristallisation. Celles-ci font l'objet des paragraphes 2.3.1 et 2.3.2. Comme après laminage à froid, la texture développée au cours du recuit dépend des paramètres thermomécaniques et structuraux dont le rôle est présenté dans le paragraphe 2.3.3

- Enfin, la troisième et dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'étude de l'influence d'une addition de cuivre sur le comportement des aciers à bas taux de carbone. Les nombreux travaux réalisés sur les alliages fer/cuivre ont montré que le cuivre peut précipiter dans une matrice ferritique ; la structure cristallographique du cuivre précipité dépend, entre autres paramètres, de la taille de celui-ci. Aussi, dans un premier temps, nous nous intéresserons à la précipitation du cuivre dans la ferrite et à son évolution au cours du traitement thermique. Enfin, nous résumerons les effets du cuivre sur les textures de déformation à froid et sur la recristallisation des aciers extra-doux en étudiant notamment l'interaction existante entre la cinétique de précipitation du cuivre dans l'acier et le développement de la recristallisation et des textures associées.

Au cours de la déformation à froid, le matériau est déformé de manière plastique ce qui génère la formation de nombreuses dislocations ; celles-ci sont la source d'une énergie élastique stockée dans le matériau. Elle est d'une grande importance dans la mesure où elle représente la force motrice de la recristallisation. Elle peut être déterminée soit de façon expérimentale (par mesure directe ou

indirecte), soit calculée à partir de modèles mécaniques. La notion d'énergie stockée fait l'objet du chapitre V.

1. Mécanismes généraux de restauration et recristallisation :

Lors du retraitement thermique post-déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types de modification structurale ont la même force motrice qui est l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid. De nombreux ouvrages et articles offrant une revue détaillée de la recristallisation [HUM 95, DOH 95], seules les caractéristiques principales de ces processus seront présentées dans cette partie.

1.1. La restauration :

Lors de cette première étape, l'écroissage introduit lors de la mise en forme est diminué sans modification profonde de la microstructure. Il y a réarrangement des défauts ponctuels (lacunes, interstitiels) et linéaires (dislocations) ; comme le montre la figure I.1, les dislocations s'organisent en parois par annihilation, décomposition ou recombinaison. Puis cette structure évolue vers un réseau bi-dimensionnel : on parle alors de sous-grains. Ce processus est aussi appelé polygonisation [ORO 47]. Enfin, on observe un accroissement de la taille moyenne de sous-grains par migration des sous-joints ou coalescence des sous-grains. Ces phénomènes précèdent la recristallisation : plus la restauration aura été importante, plus la force motrice disponible pour la recristallisation sera diminuée, voire cette dernière sera impossible.

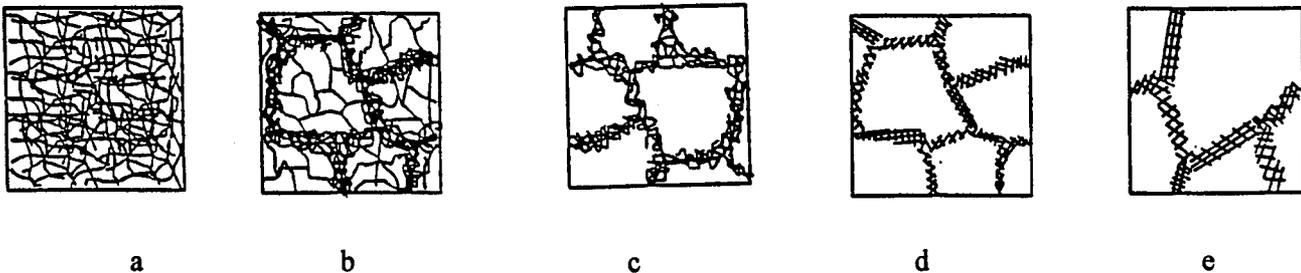


Figure I.1: Différentes étapes de la restauration [HUM 95]

(a) : dislocations enchevêtrées ; (b) : formation de cellules ; (c) : annihilation des dislocations à l'intérieur des cellules ; (d) : formation de sous-grains ; (e) : croissance de sous-grains.

1.2. La recristallisation :

La recristallisation est définie comme "l'ensemble des processus impliqués dans la formation et la migration des joints de forte désorientation sous l'effet d'une force motrice dérivée de l'énergie emmagasinée au cours de la déformation" (ICOTOM8). En général, on distingue deux étapes successives : la germination et la croissance.

1.2.1. La germination :

Il y a germination lorsqu'il y a formation de cristallites ayant une cinétique de croissance plus rapide par rapport à ses voisins.

1.2.1.1. Définition du germe:

Le germe est un élément de volume ayant un double avantage de taille et de désorientation par rapport à ses voisins ; en effet :

- l'angle de désorientation entre le germe et la matrice environnante (i.e. les sous-grains voisins) doit être supérieur à une valeur critique pour que ses parois soient suffisamment mobiles et que sa croissance soit rapide. La désorientation critique a toutefois été peu étudiée et est mal connue; Viswanathan et Bauer [VIS 75] l'ont estimée voisine de 10° .
- De plus, ce germe doit avoir une taille critique de telle manière que l'énergie globale diminue. En effet, l'énergie élastique volumique libérée doit être supérieure à l'augmentation d'énergie surfacique due à la croissance du germe [SAN 77]. La valeur de la taille critique, fonction de l'énergie stockée, est de l'ordre du micromètre.

1.2.1.2. Les mécanismes de germination:

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

1.2.1.2.1. Modèle des germes préformés :

Ce modèle suppose que le germe est préexistant dans la microstructure sous forme de sous-grains, dans les zones fortement déformées. La raison pour laquelle ces germes se forment dans les zones de grande déformation est que le réseau y est fortement distordu, ce qui confère aux parois une grande mobilité. Ils acquièrent la désorientation et la taille critiques soit par coalescence (dissolution de parois et rotation de sous-grains) soit par croissance d'un sous-grain aux dépens de ses voisins (par migration de sous-joints) [CAH 65, DOH 78].

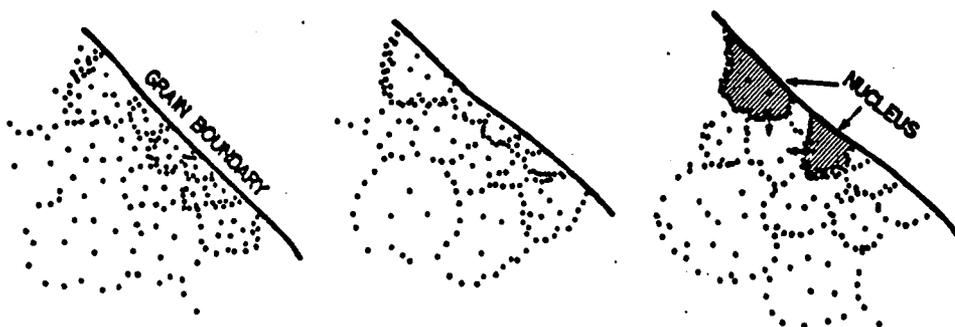


Figure 1.2 : Formation d'un germe par le modèle des germes préformés [LUC 65].

Par l'un de ces mécanismes, on forme donc progressivement un joint de forte désorientation présentant une bonne aptitude à migrer. En général, ce processus est favorisé dans les zones de fort gradient d'orientation comme, par exemple, le voisinage d'un joint de grains.

1.2.1.2.2. Germination par SIBM :

Le modèle SIBM (Strain Induced Boundary Migration), ou migration de joint induite par la déformation, prévoit la formation d'un germe au voisinage d'un joint de forte désorientation préexistant dans la matrice. Le joint migre à l'intérieur du grain présentant la plus forte densité de déformation élastique. Il se forme ainsi un germe dans la zone balayée par l'ancien joint de grains, comme schématisé en figure I.3.

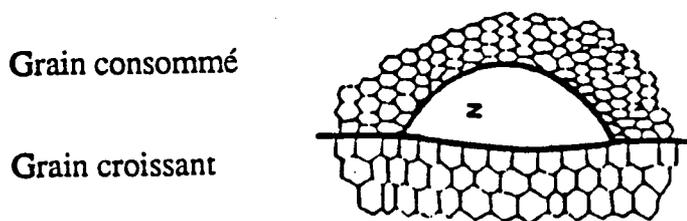


Figure I.3 : Formation d'un germe par SIBM.

1.2.1.2.3. Sites de germination :

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

1.2.2. Croissance :

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

$$V = M * P \quad (\text{Eq. I.1})$$

où V est la vitesse de migration du joint, M, sa mobilité et P, l'ensemble des forces s'exerçant sur le joint. La mobilité des joints est fonction de leur nature et de la désorientation entre les deux grains qu'ils délimitent ; les joints de coïncidence semblent migrer plus rapidement que les joints aléatoires d'après des études réalisées par Aust et Rutter [AUS 59] sur un alliage plomb/étain. Cette différence peut être expliquée si l'on considère que les joints spéciaux présentent un "volume libre" plus faible,

donc ils sont susceptibles d'accueillir peu d'impuretés. Ainsi, ils subissent une force de freinage moins importante que les joints de faible désorientation.

1.2.3. Germination orientée et croissance orientée:

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

La germination orientée est le développement de germes d'orientation particulière ; Hutchinson [HUT 84a] a montré que dans le cas des aciers doux, la vitesse de germination V varie suivant l'orientation du grain dans lequel il se forme. Il a ainsi établi le classement suivant :

$$V_{\{100\}} < V_{\{112\}} < V_{\{111\}} \quad (\text{Eq. I.2})$$

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

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

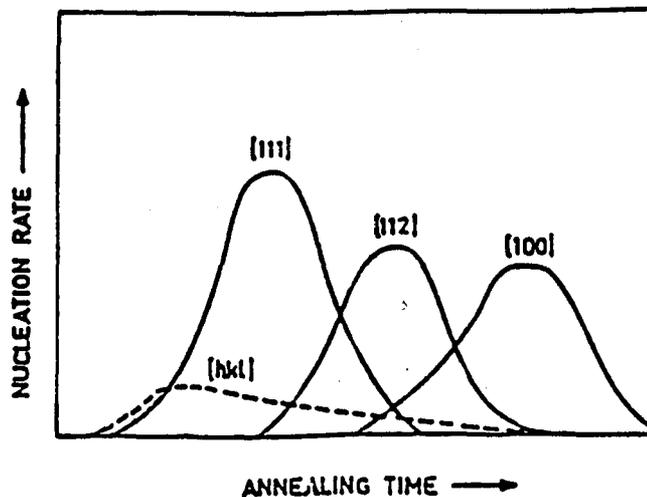


Figure I.4 : Représentation schématique de la germination pendant le recuit d'un acier doux [HUT 84a]

La croissance orientée correspond à la migration préférentielle de joints de grains présentant une certaine désorientation, comme par exemple les joints de coïncidence dont le rôle a été étudié dans l'aluminium par Gottstein et Shvindlerman [GOT 92]. Il semble toutefois qu'il faille également tenir

compte de la pureté du métal : en effet, la mobilité du joint dépend de la concentration en impuretés qui ségrègent au voisinage du joint, comme le montre la figure I.5. Le rôle de ces impuretés est détaillé dans le paragraphe suivant.

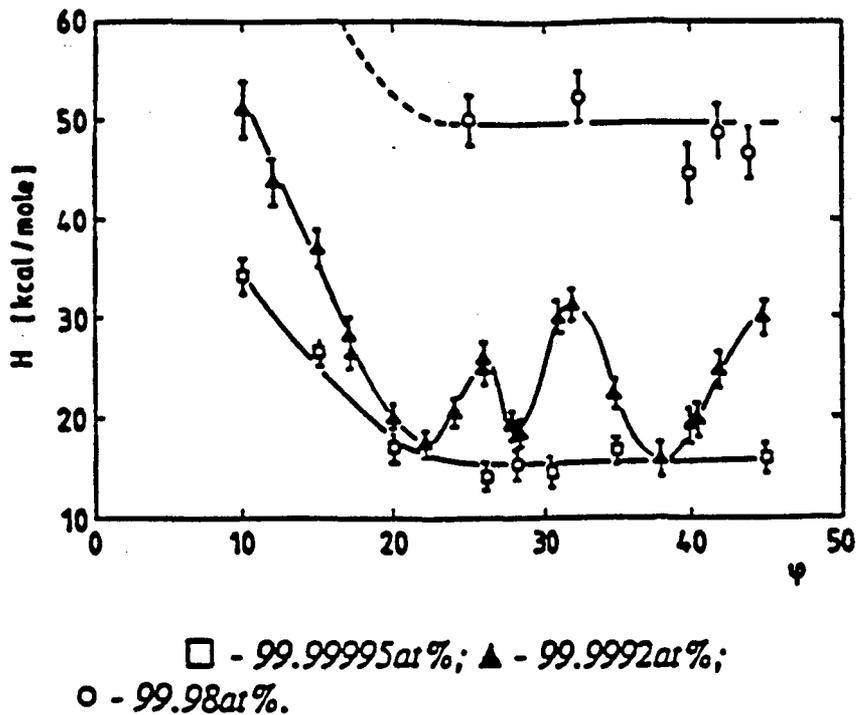


Figure I.5 : Variation de l'enthalpie d'activation de la migration des joints de flexion en fonction de l'angle de désorientation ϕ autour de $\langle 110 \rangle$ et de la pureté de l'aluminium [GOT 92]

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

1.2.4. Rôle des impuretés :

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

- *Sous forme précipitée*, les impuretés agissent par ancrage du joint de grains et ralentissent sa migration. La force de freinage qu'ils exercent est donnée par la loi de Zener [HUM 95, NES 85] :

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

où γ est l'énergie du joint par unité de surface, f_v est la fraction volumique de précipités et r le rayon moyen des précipités. Ainsi, à fraction volumique équivalente, des particules seront d'autant plus "actives" que leur taille sera faible. Les ordres de grandeur des pressions d'ancrage varient typiquement de 10^2 à 10^7 N. m⁻² [ASH 80] en fonction de la taille et de la fraction volumique des précipités.

- *En solution solide*, les atomes étrangers ségrègent au voisinage du joint et l'atmosphère ainsi créée est traînée par le joint si la force motrice pour qu'il s'en débarrasse n'est pas suffisante. La migration du joint est, dans ce cas, limitée par la diffusion des atomes dans la matrice.

La force de freinage exercée par un atome est donnée par la relation :

$$F = 2\pi r \gamma \sin\phi \quad (\text{Eq. I.4})$$

où r est le rayon atomique et γ , l'énergie d'interface du joint. L'angle ϕ est défini sur la figure I.6.

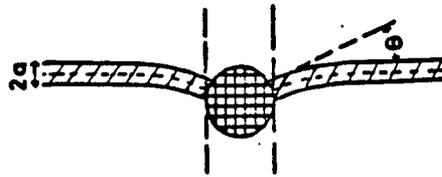


Figure I.6 : Interaction entre un joint de grains et un atome en solution solide.

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

1.2.5. Conclusion :

La recristallisation est caractérisée par deux étapes avec, dans un premier temps, celle de la formation des germes suivie, dans un second temps, de celle de leur croissance. A cette évolution de la microstructure est associée une modification de la texture. En effet, la texture finale est une conséquence directe des mécanismes et de la cinétique de recristallisation. Cette texture est l'une des propriétés essentielles à contrôler lors du traitement thermomécanique pour optimiser l'emboutissabilité du matériau (au travers de l'anisotropie plastique).

2. Etude des aciers à bas taux de carbone :

Les aciers IF sont utilisés pour la fabrication des tôles minces du fait de leur bonne emboutissabilité. La texture apparaît au cours du laminage à froid mais c'est son évolution au cours de la recristallisation lors du recuit qui est primordiale pour le contrôle de l'emboutissabilité. Dans ce paragraphe, nous rappellerons les principaux résultats établis concernant le comportement microstructural des aciers IF au cours du laminage à froid et du recuit, ainsi que de l'influence de

divers paramètres (thermomécaniques ou métallurgiques). Les effets relatifs à la présence de cuivre sont discutés dans le paragraphe suivant.

2.1. Etat après déformation à froid :

Au cours du laminage à froid, le changement de forme des grains est sensiblement le même que celui subi à l'échelle macroscopique : les grains s'allongent dans la direction de laminage ; cette déformation s'accompagne d'une rotation du réseau cristallographique qui conduit à la formation d'une texture. La déformation plastique du matériau génère la formation de nombreuses dislocations qui contribuent à l'énergie stockée dans le matériau ; celles-ci sont susceptibles de se réarranger au cours du laminage et de former des cellules de manière à minimiser l'énergie du système.

Dans ce paragraphe, nous présentons successivement les différentes modifications au cours du laminage à froid : tout d'abord la formation de la microstructure de déformation, puis celle de la texture.

2.1.1. Microstructure de déformation à froid :

2.1.1.1. Aciers extra-doux:

Aux fortes déformations, les observations en microscopie électronique à transmission (MET) montrent que les dislocations ne sont plus réparties uniformément dans la matrice mais se sont organisées en cellules. Les parois sont constituées d'enchevêtrement tri-dimensionnel de dislocations et délimitent des zones de densité beaucoup plus faible.

Les premiers travaux concernant l'étude de la microstructure de déformation sont dus à Dillamore et al. [DIL 72] sur du fer laminé à froid à 60%, et à Every et Hatherly [EVE 74] sur un acier extra-doux effervescent. Ces différents auteurs ont mis en évidence trois morphologies de cellules :

- Des cellules très aplaties et allongées dans le sens de la direction de laminage
- Des cellules aplaties mais un peu plus courtes que précédemment
- Des cellules équiaxes.

La morphologie des cellules est fonction de l'orientation finale du grain. Ainsi les grains $\{112\}\langle uvw \rangle$ et $\{100\}\langle uvw \rangle$ (où $\langle uvw \rangle$ représentent les indices de Miller de la direction parallèle à la direction de laminage, cf. chapitre II) sont associées à la troisième configuration, tandis que les grains de type $\{110\}\langle uvw \rangle$ ou $\{111\}\langle uvw \rangle$ correspondent plutôt aux deux premières morphologies décrites ci-dessus. Willis [WIL 78] a obtenu des résultats similaires sur un acier sans interstitiels.

2.1.1.2. Aciers sans interstitiels :

Après de forts taux de laminage à froid d'un acier IF (supérieur à 80%), Vanderschueren [VAN 94] observe ces trois mêmes morphologies de cellules selon leur orientation : fibre α , fibre γ ou $\{110\}\langle 110 \rangle$. Les grains $\{110\}\langle 110 \rangle$ sont quasiment équiaxes, alors que ceux appartenant aux fibres

α ou γ sont allongés dans la direction de laminage. De plus, les sous-structures sont différentes : les zones ayant l'orientation $\langle 110 \rangle$ ont un aspect « lisse » et des désorientations intragranulaires continues. Les grains $\{111\}$ présentent, au contraire, un aspect rugueux et des sauts de désorientations intragranulaires que l'auteur attribue à un réarrangement de la sous-structure en sous-grains équiaxes.

Ces observations réalisées en microscopie optique sont en désaccord avec celles de Samajdar et al. [SAM 97a] : les grains appartenant à la fibre α présentent des cellules dont les parois sont constituées d'enchevêtrement de dislocations et formant des structures plutôt équiaxes tandis que dans les grains d'orientations appartenant à la fibre γ , les cellules ont des structures bien définies et sont allongées dans la direction de laminage. Les différences de sous-structure observées par ces deux auteurs peuvent être liées à la technique d'observation, Vanderschueren ayant utilisé la microscopie optique et Samajdar la microscopie électronique en transmission.

2.1.1.3. Analyse quantitative :

Certains auteurs ont réalisé une caractérisation quantitative de la microstructure de déformation à l'aide de deux paramètres : la taille moyenne (d) des cellules et la désorientation (θ) entre cellules voisines. Expérimentalement, on montre que ces deux paramètres, d et θ , sont fonction de l'orientation cristallographique moyenne du grain dans lequel se situent les cellules ; les premiers résultats, obtenus par Dillamore [DIL 72] sur du fer laminé à froid à 60% donnent la classification suivante :

- $d_{\{110\}} < d_{\{111\}} < d_{\{112\}} < d_{\{100\}}$
- $\theta_{\{110\}} > \theta_{\{111\}} > \theta_{\{112\}} > \theta_{\{100\}}$

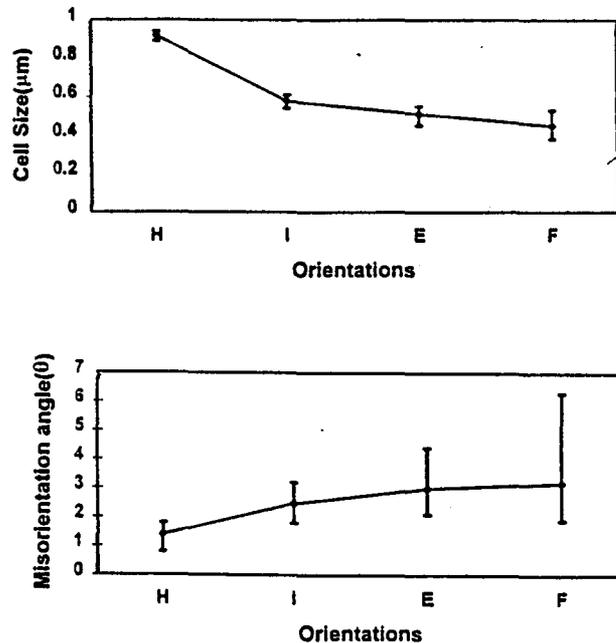
A titre d'exemple, le tableau I.1 résume les valeurs obtenues par Smith et Dillamore [SMI 70] pour du fer pur laminé à froid à 70%, et celles obtenues par Samajdar et al. [SAM 97] sur un acier IF-Ti laminé à froid à 90%.

	Orientation	$\{100\}\langle 110 \rangle$	$\{113\}\langle 110 \rangle$	$\{111\}\langle 110 \rangle$	Reste de γ
Fer pur	Taille (μm)	0,8	0,7	0,5	
LAF 70% [SMI 70]	Désorientation (degrés)	1-2	2-3	3-4	
IF-Ti	Taille (μm)	$0,9 \pm 0,04$	$0,6 \pm 0,05$	$0,5 \pm 0,06$	$0,45 \pm 0,08$
LAF 90% [SAM 97]	Désorientation (degrés)	0,8-1,8	1,8-3,2	2,1-4,5	2-6,5

Tableau I.1 : Caractéristiques moyennes des cellules en fonction de l'orientation du grain dans lequel elles se trouvent.

Ainsi, le long de la fibre α , la taille des cellules diminue et la désorientation augmente lorsque l'on se déplace de $\{001\}\langle 110 \rangle$ vers $\{111\}\langle 110 \rangle$; le long de la fibre γ , les cellules dans les grains

d'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$ sont légèrement plus grandes et moins désorientées que dans les grains d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$. Samajdar et al. [SAM 97] ont montré que, lorsque la valeur moyenne de la désorientation augmente, la dispersion des valeurs augmente également ; ainsi, les grains d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ présentent la désorientation moyenne la plus grande et également la plus grande variation autour de cette valeur moyenne, comme le montre la figure I.7.



H : $\{001\}\langle 110\rangle$; I : $\{112\}\langle 110\rangle$; E : $\{111\}\langle 110\rangle$; F : $\{111\}\langle 112\rangle$

Figure I.7 : Taille des cellules et désorientation moyenne en fonction de l'orientation du grain dans un acier à bas taux de carbone laminé à froid à 90% [SAM 97a].

De plus, on note que plus la déformation augmente, plus la taille des cellules diminue et plus leur désorientation augmente [DIL 72].

2.1.1.4. Influence des éléments en solution solide et des précipités :

La présence d'éléments en solution solide modifie les sous-structures de déformation à froid ; le carbone [INA 88] ou le silicium [MIZ 94] gênent la formation des cellules : les parois observées sont moins bien définies et les dislocations intragranulaires plus nombreuses qu'en l'absence de ces éléments. De même, une fine répartition de précipités (de rayon inférieur à 10 nm) peuvent entraver la formation des cellules au cours de la déformation ; cela a été observé par Wilshinsky-Dresler et al. [WIL 96] dans un acier IF-Ti dont ils ont fait varier la densité et la taille des précipités.

2.1.2. Texture de laminage à froid :

Dans le cas des aciers bas carbone, la texture de déformation peut être décrite par deux fibres [RAY 94] :

- Une fibre α partielle, dont les orientations sont comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$ et dont le maximum se situe en $\{112\}\langle 110\rangle$.
- Une fibre γ homogène.

L'intensité de ces composantes dépend de divers paramètres (taux de laminage, texture initiale, éléments en solution solide et précipités) que nous allons détailler.

2.1.2.1. Influence du taux de laminage :

L'intensité le long des fibres α et γ augmente avec le taux de déformation : ceci est illustré par la figure I.8 qui représente les résultats obtenus par Schlieppenbach pour un acier à bas taux de carbone [SCH 86a]. On distingue généralement deux domaines :

- Jusqu'à 70% de déformation, les deux fibres évoluent de façon uniforme, avec parfois de légers maxima locaux.
- Au-delà de 70% de déformation, l'intensité des orientations de la fibre α proches de $\{112\}\langle 110\rangle$ - $\{111\}\langle 110\rangle$ augmente fortement ; cette dernière orientation qui appartient également à la fibre γ , émerge nettement pour les taux de réduction les plus élevés par rapport aux autres orientations de la fibre γ .

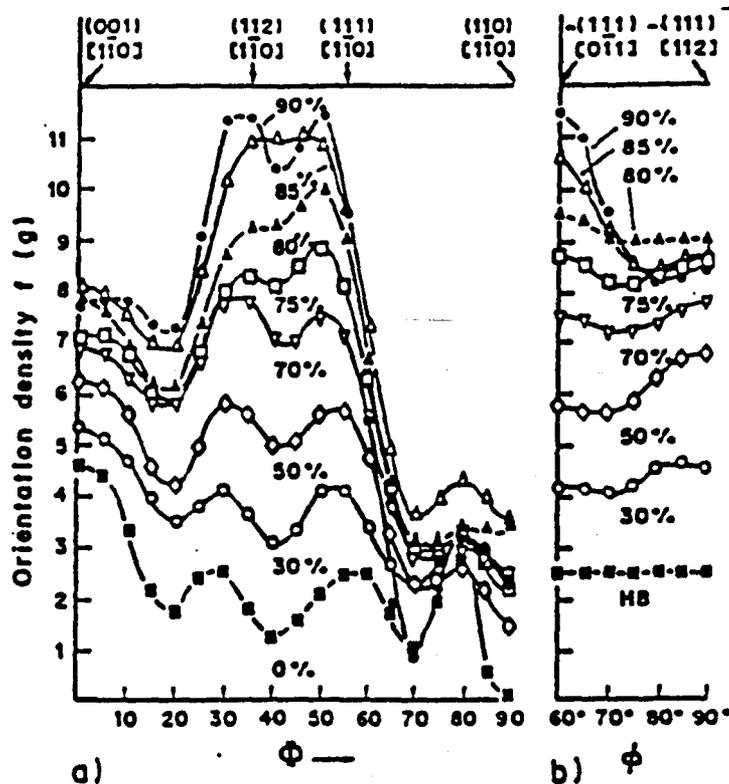


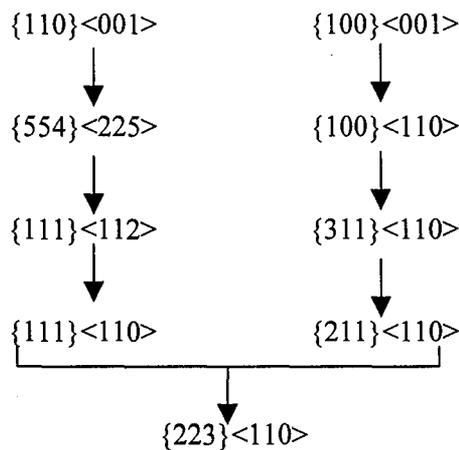
Figure I.8 : Evolution de la texture en fonction du taux de laminage à froid [SCH 86a]

Urabe et Jonas [URA 94] ont montré que, pour un acier IF Ti-Nb (allié au titane et au niobium), la fibre α présente un maximum proche de $\{112\}\langle 110\rangle$ dès 70% de laminage à froid ; pour un taux de réduction plus élevé (85%), ils notent un renforcement uniforme des intensités le long des fibres α et γ .

Plus récemment, dans le cas d'un acier IF au titane laminé entre 55% et 90% de réduction, Miroux [MIR 99] a constaté que l'intensité augmente de façon lente et uniforme le long de la fibre γ et plus fortement le long de la fibre α : la position du maximum se déplace de $\{114\}\langle 110\rangle$ vers $\{112\}\langle 110\rangle$. Ces résultats sont en accord avec les observations de Samajdar et al. [SAM 98].

2.1.2.2. Influence de la texture initiale :

Inagaki [INA 87a], en laminant à froid à 95% un acier bas carbone ayant une texture initiale de type monocristallin a montré que, quelle que soit l'orientation initiale, la texture évolue vers une même orientation finale stable qui est $\{223\}\langle 110\rangle$; les rotations du réseau se font selon les chemins suivants :



D'une manière générale, la présence d'une texture initiale renforce la texture de laminage à froid (notamment pour les orientations de la fibre α) [HIR 91, SEN 94].

2.1.2.3. Influence de la taille de grains initiale :

Inagaki a étudié l'influence de la taille de grains initiale (40 et 400 μm) sur la texture de déformation après un taux de réduction de 70%. Dans le cas du matériau à gros grains, la texture correspond à la superposition des textures de laminage à froid de monocristaux, c'est à dire une superposition de pics isolés. Au contraire, pour la structure à grains plus fins, on obtient une texture de fibre comparable à celle décrite précédemment. Toutefois, Inagaki ne peut conclure sur l'effet intrinsèque de la taille de grains initiale ; en effet, les différences observées sont dues également à des modes de déformation différents dans les deux structures : au cours du laminage, afin d'accommoder la déformation, les gros grains vont se fragmenter en plusieurs blocs séparés par des bandes de transition. Ce mécanisme est celui observé dans le cas des monocristaux et n'a pas lieu dans les matériaux à petits grains.

On peut citer également les travaux de Hirsch et al [HIR 91] qui ont étudié l'influence de la morphologie du grain (équiaxe ou allongé) sur la texture de laminage à froid ; ils n'ont pas observé d'effet marqué de ce paramètre.

On peut toutefois noter que la taille de grains moyenne observée sur les tôles à chaud est de l'ordre de 40 μm dans les aciers IF. On n'a donc pas un comportement de type monocristallin.

La texture de déformation à froid est d'autant plus intense que la texture de laminage à chaud est marquée ou que le taux de réduction lors du laminage est élevé.

2.1.2.4. Influence des éléments en solution solide :

Les premières études visant à caractériser l'influence des éléments d'alliage sur la texture de déformation [par exemple : PAR 72] n'avaient pas mis en évidence d'effets marqués de ce paramètre. Cependant, les auteurs s'étaient fondés sur la comparaison des figures de pôles. Ces représentations ne permettent pas de mettre en évidence les écarts de texture. Pour cela, il est nécessaire de tracer les fonctions de distribution d'orientations (FDO) qui sont définies au chapitre II.

L'effet intrinsèque des éléments d'addition est tout aussi difficile à analyser que l'effet de la taille de grain initiale : en effet, ceux-ci ont généralement un effet sur la texture et la taille de grains obtenues après laminage à chaud. Par exemple, si l'on compare la texture de laminage d'un acier bas carbone avec celle d'un acier IF, microallié au titane ou au niobium, on constate que la composante $\{112\}\langle 110\rangle$ est nettement plus élevée dans l'acier IF [DÄR 91, HOO 90, HOS 96] ; mais l'intensité de la texture de laminage à chaud est également plus élevée. Donc les effets des éléments d'alliage sont perceptibles dès le laminage à chaud.

Toutefois, différents auteurs ont montré que, même avec des textures initiales comparables, il est possible d'obtenir des différences de texture marquées après laminage en présence d'éléments d'alliage ; Inagaki [INA 88] a observé une diminution de la texture de laminage en présence de carbone en solution solide, mais une intensification de la texture (notamment des composantes comprises entre $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{223\}\langle 110\rangle$) en présence de phosphore, de titane ou de niobium. Il attribue ces différences de texture à des structures de déformation différentes : en présence d'éléments d'addition autres que le carbone, on observe des cellules allongées selon la direction transverse avec des parois mieux définies que dans du fer pur et, avec du carbone en solution solide, les dislocations sont au contraire réparties de façon homogène à l'intérieur du grain.

Mizui [MIZ 94] a fait varier la teneur en silicium d'un acier IF entre 0 et 1,5% ; après laminage à froid à 75%, il observe que la présence de silicium renforce la fibre α : le maximum n'est plus localisé en $\{112\}\langle 110\rangle$ mais s'étend de $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\{112\}\langle 110\rangle$. De plus, la fibre γ n'est plus homogène mais présente un fort maximum au voisinage de $\{111\}\langle 110\rangle$. Comme dans l'étude d'Inagaki, cette modification de la texture s'accompagne d'une sous-structure moins bien définie qu'en l'absence de silicium.

Signalons enfin les travaux de Park [PAR 94] concernant l'addition de phosphore dans un acier IF-Ti ; il n'observe pas de variation de la texture de laminage à froid malgré une différence de sous-structures de déformation entre l'état allié et non allié ; en présence de phosphore, le réarrangement des dislocations est plus faible et les parois des cellules sont plus diffuses.

En conclusion, les éléments en solution solide conduisent à une sous-structure de déformation pour laquelle les cellules sont moins bien formées. Les dislocations sont réparties de façon plus homogène et les parois des cellules sont plus diffuses. Des éléments tels que le titane, le niobium, le phosphore ou le silicium favorisent la formation de la fibre α au cours du laminage ; la présence de carbone en solution solide diminue l'intensité de la texture de déformation.

2.1.2.5. Influence des particules de seconde phase :

Il existe peu de données concernant l'effet de précipités sur la texture de laminage à froid. On peut citer toutefois les travaux de Henry [HEN 95] : en faisant varier la taille des carbures de niobium dans un acier IF, il a montré qu'à fraction volumique égale, la texture de laminage à froid (avec une réduction d'épaisseur de 70%) est d'autant plus intense que la taille des particules est faible (cf. figure I.9).

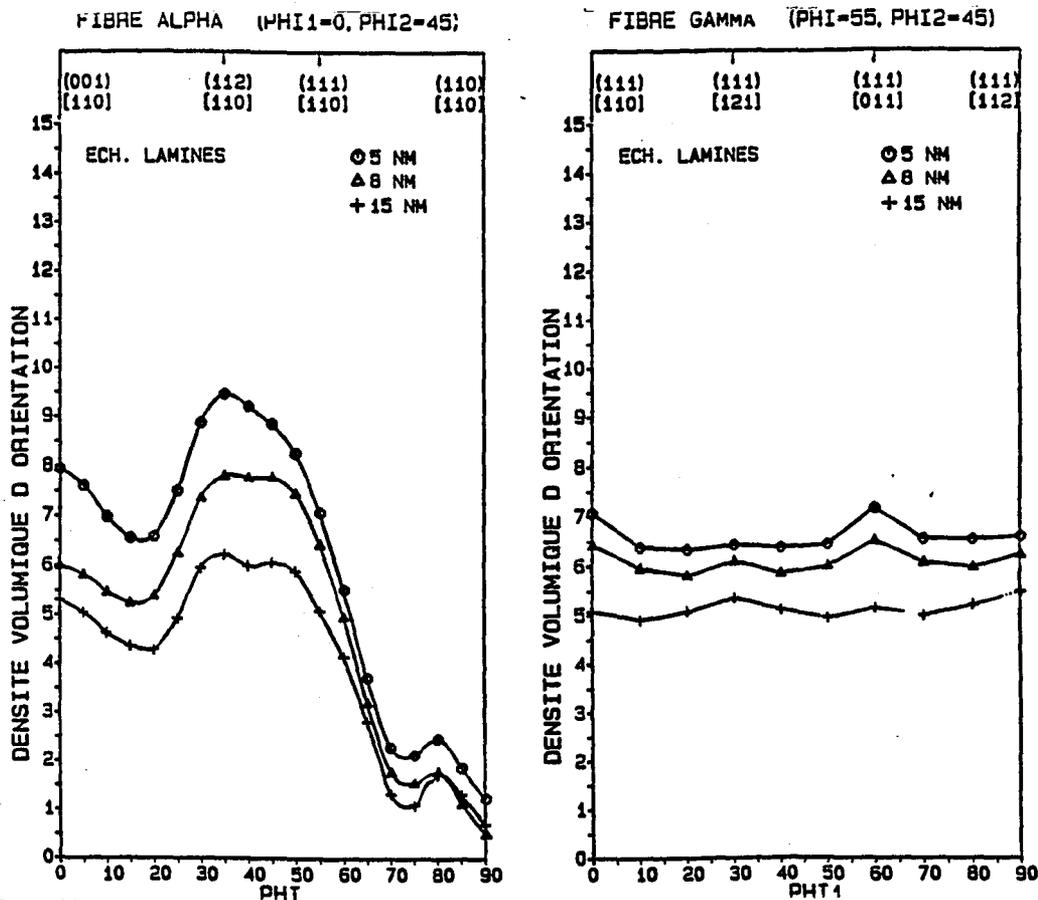


Figure I.9 : Densité volumique d'orientations le long des fibres $\langle 110 \rangle$ et $\{111\}$ après laminage à froid en fonction de la taille des particules [HEN 95]

Il attribue ces effets au fait qu'un matériau contenant de petites particules indéformables se déforme de façon plus homogène qu'en l'absence de particules. Cela se traduit par une répartition plus uniforme des dislocations dans le matériau et à une réduction des hétérogénéités de déformation entre la zone proche du joint de grains et le cœur du grain.

La présence de précipités conduit à une intensification de la texture de laminage à froid, notamment pour les orientations comprises entre $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$. Ces effets sont d'autant plus marqués que la taille des précipités est faible.

2.2. Recristallisation des aciers bas carbone :

Dans ce paragraphe, nous examinons l'évolution des aciers IF au cours du recuit ; les cinétiques de recristallisation des aciers bas carbone font l'objet de la première partie. Puis nous présentons les textures de recristallisation : après avoir exposé les différentes théories en présence pour expliquer leur formation, nous résumerons l'effet de différents paramètres sur leur obtention.

2.2.1. Cinétique de recristallisation :

Wilshinsky et al. [WIL 91] ont étudié la cinétique de recristallisation d'aciers bas carbone laminés à froid à 75% au cours d'un recuit isotherme à différentes températures (entre 550°C et 750°C). Ils observent que le temps de début de recristallisation augmente lorsque la température de recuit diminue ; de plus, il est plus élevé dans le cas des aciers IF que pour les aciers non stabilisés. Ce décalage est attribué à l'existence des précipités TiC ou NbC dans les aciers IF qui créent une force de freinage vis-à-vis de la recristallisation.

Les auteurs ont modélisé les courbes de cinétique de recristallisation par une équation de type Johnson-Mel-Avrami-Kolomogorov (JMAK), reliant l'évolution de la fraction recristallisée (X_v) au temps de recuit (t):

$$X = 1 - e^{-bt^n}$$

où b et n sont des constantes dépendantes de la température de recuit et du matériau, et fonction des cinétiques de germination et de croissance. Ils montrent ainsi que la cinétique de recristallisation des aciers IF se décompose en deux étapes caractérisées par des coefficients n différents : sa valeur est plus faible sur le deuxième segment, c'est à dire en fin de recristallisation. Par exemple, lors du recuit à 700°C de l'acier IF-Ti, les valeurs correspondantes sont 2,4 et 0,5 respectivement.

Ces résultats ont été confirmés par d'autres études : lors de la recristallisation d'aciers IF, Hutchinson et al. [HUT 95] et Samajdar et al. [SAM 97b] ont également observé un ralentissement de la cinétique de recristallisation en fin de transformation par rapport à une loi de type JMAK. Ces effets sont directement reliés à la formation de la texture de recristallisation (cf. §.232).

Au cours de leur étude, Wilshinsky et al. se sont intéressés à l'influence de la "température de bobinage" (définie au chapitre II) des aciers IF étudiés (565°C ou 730°C) sur la cinétique de recristallisation. Ils n'observent pas de dépendance entre ce paramètre et la cinétique de recristallisation : les auteurs avancent que la précipitation des carbures de titane ou de niobium a lieu avant le bobinage si bien que la distribution des précipités est indépendante de la température de bobinage. Par conséquent, cette dernière n'agit pas sur les cinétiques de recristallisation.

2.2.2. Evolution de la texture au cours de la recristallisation :

L'évolution de la texture au cours de la recristallisation est maintenant bien établie [EMR 86, SCH 86b, LIN 94, KIA 96, DÄR 86, VAN 94]. La figure I.10 présente les variations d'intensité de la FDO le long des fibres α et γ au cours du recuit continu d'un acier bas carbone laminé à froid à 75%. Dans les premiers instants de la recristallisation, l'intensité des deux fibres reste constante et ce, jusqu'à des fractions recristallisées de l'ordre de 60 à 70%. Au-delà, la fibre γ s'intensifie de façon homogène tandis que l'intensité de la fibre α décline rapidement ; seule subsiste l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ commune aux deux fibres. Ainsi, en fin de recristallisation, la texture se compose essentiellement d'orientations appartenant à la fibre γ .

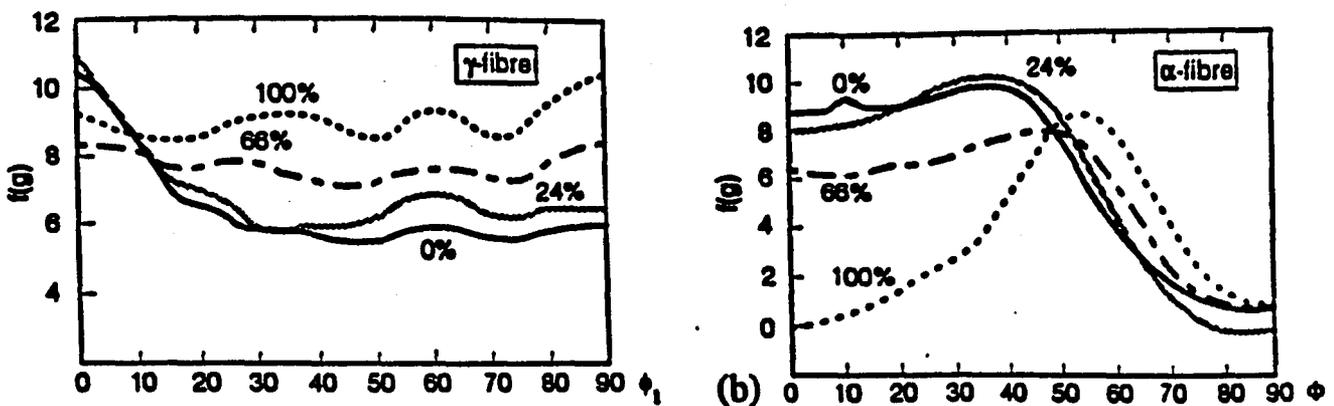


Figure I.10 : Evolution de la texture en fonction de la fraction recristallisée au cours du recuit continu d'un acier IF [LIN 94]

2.2.3. Les différentes théories expliquant la formation de la fibre γ :

Plusieurs mécanismes ont été proposés dans la littérature pour expliquer la formation d'une texture de fibre γ après recristallisation dans les aciers bas carbone. Nous donnerons ici les plus cités.

2.2.3.1. Germination orientée :

Les récents développements de l'EBSID ont permis de mesurer séparément les textures des zones écrouies et des zones recristallisées. On a ainsi pu mieux décrire l'évolution de la texture au cours de la recristallisation, schématisée en figure I.11.

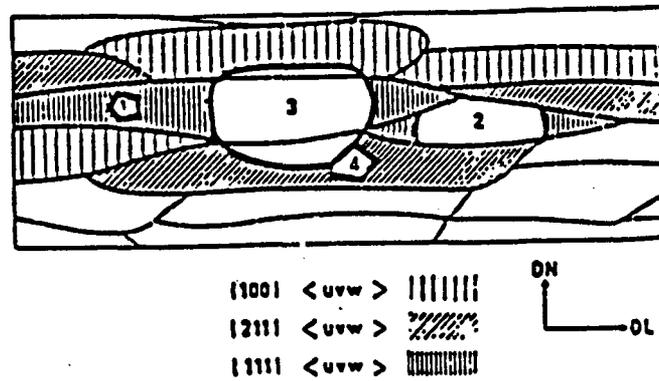


Figure I.11: Schématisation de la recristallisation dans un acier bas carbone [PAR 81]

Les premiers grains recristallisés ont une orientation γ et se forment dans des zones déformées ayant également l'orientation γ [KIA 96, VAN 96a] si bien que l'intensité de la FDO n'est pas modifiée. Lorsque toute la fibre $\{111\}$ a recristallisé, ce qui correspond à un taux de recristallisation de 60 à 70%, les nouveaux grains vont croître dans les zones déformées d'orientation autre que γ , en particulier dans les zones de la fibre α . Ainsi les grains n'appartenant pas à la fibre γ sont consommés, ce qui conduit à un renforcement de la texture autour de la fibre γ et d'une diminution de l'intensité des autres composantes. Cette seconde étape est associée au ralentissement de cinétique de recristallisation observé [WIL 91, HUT 95, SAM 97b].

De nombreux auteurs s'accordent à proposer un mécanisme de germination orientée pour expliquer l'évolution de la texture au cours du recuit ; seuls les germes potentiels ayant une orientation particulière vis-à-vis de la matrice dans laquelle ils se forment sont activés et leur vitesse de croissance est indépendante de leur orientation. Ainsi la texture de recristallisation est en fait donnée par l'orientation des premiers grains recristallisés.

Si la germination orientée est clairement adoptée par nombre d'auteurs, ceux-ci montrent que les joints de grains semblent jouer un rôle essentiel dans le développement de la texture, notamment sur l'orientation des grains recristallisés par rapport au grain déformé et à son voisinage. Nous présentons ici les principales théories proposées.

2.2.3.1.1. Inagaki :

Inagaki [INA 87b] a étudié la recristallisation d'un acier doux laminé à 75% par microscopie électronique à transmission ; il constate que lorsqu'un grain déformé d'orientation $\{111\}\langle uvw \rangle$ est adjacent à un grain d'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$, la zone au voisinage du joint de grains dans le grain $\{111\}\langle uvw \rangle$ acquiert l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ au cours du laminage à froid. Lors de la recristallisation, les sous-grains de cette zone forment des sites privilégiés de germination de grains

d'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$ par croissance de sous-grains. Ce mécanisme conduit donc à une intensité maximale en $\{111\}\langle 110\rangle$ après recristallisation.

Cette théorie ne permet toutefois pas d'expliquer la formation de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ également présente après recuit.

2.2.3.1.2. Hutchinson :

Hutchinson [HUT 89] a étudié l'influence des joints de grains sur la recristallisation et le développement de la texture en utilisant des bicristaux d'acier doux laminés à 72%. Par MET, il n'observe pas de rotation du réseau au voisinage du joint de grains au cours de la déformation. Lors de la recristallisation, un grain déformé d'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$ (respectivement $\{111\}\langle 112\rangle$) donne naissance à des germes d'orientation $\{111\}\langle 112\rangle$ (respectivement $\{111\}\langle 110\rangle$). Le germe et la matrice dans laquelle il se forme sont reliés par une rotation de 30° autour de l'axe $\langle 111\rangle$; cette désorientation systématique du germe par rapport à la matrice correspondrait à un compromis entre le nombre de germes potentiels et la mobilité des parois des sous-grains (qui est d'autant plus élevée que la désorientation est grande). Si ce mécanisme s'applique aux polycristaux, on devrait alors observer une inversion systématique des deux composantes de la fibre γ au cours de la recristallisation. Ceci a été observé expérimentalement par Emren et al. [EMR 86] : après 70% de réduction, le maximum de la fibre γ est en $\{111\}\langle 112\rangle$, alors qu'il est en $\{111\}\langle 110\rangle$ après recristallisation. Après 90% de déformation, la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ est la plus intense, alors qu'après recristallisation, c'est la composante $\{111\}\langle 112\rangle$.

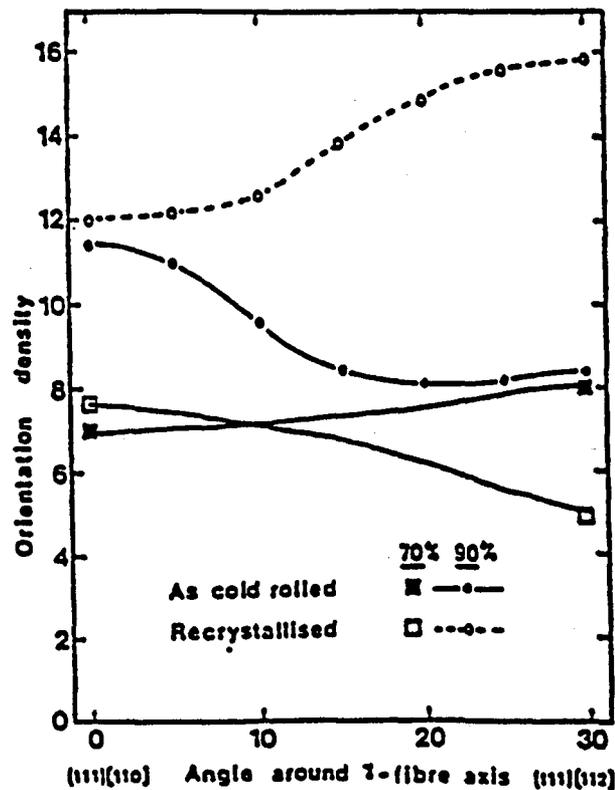


Figure I.12 : Densité d'orientations le long de la fibre γ pour un acier bas carbone, pour l'état laminé et l'état recristallisé [EMR 86]

2.2.3.1.3. Réglé :

Réglé et al. [REG 97a] ont également proposé un mécanisme de germination orientée aux joints de grains pour expliquer la formation de la texture de recristallisation ; leur étude porte sur un acier IF-Ti laminé à chaud en phase ferritique qui développe une texture finale $\{223\}\langle 582 \rangle$. Ils ont observé la formation de germes $\{223\}\langle 582 \rangle$ à proximité du joint de grains séparant deux orientations orthotropes $\{112\}\langle 110 \rangle$; ces deux composantes sont reliées par une rotation d'axe $\langle 110 \rangle$ qui est incliné de 30° par rapport à (DN) dans le plan (DL, DN). L'orientation développée après recristallisation, $\{223\}\langle 582 \rangle$, se déduit de la composante $\{112\}\langle 110 \rangle$ par la même rotation avec un angle de rotation de 20° . Il a donc été proposé que le gradient d'orientations existant aux joints de grains entre deux orientations orthotropes $\{112\}\langle 110 \rangle$ soit à l'origine de la texture de recristallisation, les sous-grains pouvant acquérir l'orientation $\{223\}\langle 582 \rangle$ au cours de la déformation. Ces résultats ont été confirmés par Miroux [MIR 99] lors de la recristallisation d'un acier IF-Ti laminé à froid à 90%.

2.2.3.2. Formation des germes :

2.2.3.2.1. Germes préformés :

Le mécanisme par lequel les germes atteignent leurs taille et désorientation critiques est encore mal connu. Ils pourraient se former par *croissance anormale* de sous-grains, phénomène comparable à ce qui a lieu lors de la recristallisation secondaire des grains. Des preuves expérimentales d'un tel mécanisme ont été observées notamment par Inagaki [INA 87a] lors de la germination de grains de type $\{111\}\langle 110 \rangle$ au voisinage du joint de grains : les sous-grains présentent une taille et une désorientation nettement supérieures à celles des sous-grains voisins. Cette situation a également été observée par Pitrou [PIT 97] lors du recuit continu d'un acier IF et par Réglé et al. [REG 97b].

Enfin, Miroux [MIR 99] propose également une formation des germes par croissance de sous-grains lors de la recristallisation d'un acier IF laminé à froid à 55%.

2.2.3.2.2. Germination par SIBM :

Le mécanisme de germination par SIBM a été mis en évidence dans du fer pur laminé à froid à 90% par Kern et al. [KER 84]. Dans les premiers instants de la recristallisation, la texture est modifiée : l'intensité des composantes $\{100\}\langle uvw \rangle$ augmente tandis que celle des composantes $\{111\}\langle uvw \rangle$ diminue. Cette tendance s'inverse lorsque la recristallisation continue. Les auteurs expliquent l'évolution initiale de la texture par un mécanisme de germination par SIBM dans les zones d'orientations $\{100\}\langle uvw \rangle$.

Il existe peu d'expériences montrant l'existence de la germination par SIBM dans les aciers IF. Après un laminage à froid de 60%, Kiaei [KIA 96] observe, au début de la recristallisation d'un acier IF-Ti, la formation de germes appartenant à la fibre α et elle l'attribue à un mécanisme SIBM. Celui-ci

serait dû à la présence d'éléments interstitiels en solution solide, l'acier ayant été bobiné à basse température (600°C) : comme nous l'avons vu au paragraphe 1.2.4, les éléments en solution solide gênent le réarrangement des dislocations en cellule ; donc les sous-structures de déformation étant moins bien définies, il y a moins de différence de configuration entre les orientations. La germination par le modèle des germes préformés est alors concurrencée par d'autres mécanismes tels que la SIBM. Ainsi, en fin de recristallisation, la texture est composée de la fibre γ et de la composante $\{112\}\langle 110\rangle$.

Ce type de mécanisme a également été proposé par Senuma et al. [SEN 90] afin d'expliquer l'apparition de germes appartenant aux orientations comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$; ils n'obtiennent toutefois pas la même texture de recristallisation que Kiaei : en effet, dans leur étude, le maximum se situe en $\{114\}\langle 110\rangle$ et il n'y a pas de fibre γ . Les différences de texture finale ne sont pas expliquées par ces auteurs. Il faut également citer les travaux de Vanderschueren [VAN 96a] sur un acier IF-Ti laminé à froid à 80% : il observe la formation de germes $\{001\}$ au joint de grains entre les orientations $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{001\}\langle 100\rangle$ par un mécanisme de germination par SIBM.

Ce mécanisme étant difficilement identifiable en microscopie, il est difficile de déterminer les conditions dans lesquelles il apparaît.

2.2.3.3. Croissance orientée :

La croissance orientée correspond à la migration plus rapide de certains joints de grains due à la désorientation qu'il présente par rapport à la matrice dans laquelle ils se déplacent. Plusieurs auteurs [EMR 86, PAR 95, TSU 98, KES 99] ont observé, lors de la recristallisation d'aciers IF laminés à différents taux, le développement d'orientations proches de $\{111\}\langle 112\rangle$ parallèlement à une diminution de l'intensité de l'orientation $\{112\}\langle 110\rangle$. Ils expliquent cette évolution par un phénomène de croissance orientée en se basant sur des données expérimentales de Ibe et al. [IBE 68] qui avaient réalisé des expériences de croissance sélective sur des monocristaux de Fe-3%Si ; les différents auteurs ont montré que les grains recristallisés ayant une relation d'orientation avec la matrice définie par une rotation d'axe $\langle 110\rangle$ et d'angle 27° (avec une dispersion de 15 à 24°) se forment préférentiellement.

Or les orientations $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ sont reliées par une rotation de 36° autour d'un axe proche de $\langle 110\rangle$; ceci serait à l'origine de la croissance préférentielle de grains $\{111\}\langle 112\rangle$ dans les zones d'orientations $\{112\}\langle 110\rangle$.

Cependant, cette théorie ne permet pas de justifier complètement la formation de la texture de recristallisation des aciers IF puisqu'elle ne prévoit que le développement de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$. Elle ne peut donc pas expliquer l'obtention d'un maximum en $\{111\}\langle 110\rangle$ obtenue après recristallisation par certains auteurs [HEN 95, VAN 96a].

2.2.4. Influence de différents paramètres :

2.2.4.1. Paramètres thermomécaniques :

Dans ce paragraphe, nous présentons l'influence de divers paramètres intervenant au cours de la mise en forme du matériau, c'est à dire avant le recuit, tels que la température de réchauffage, les conditions de laminage à chaud, la température de bobinage, et enfin le taux de réduction lors du laminage à froid.

2.2.4.1.1. Température de réchauffage :

Vanderschueren et al. [VAN 96b] ont étudié l'influence de la température de réchauffage (1050°C et 1300°C) avant laminage à chaud sur la texture de recristallisation d'un acier IF laminé à froid entre 70% et 90%. Ils montrent que, quel que soit le taux de réduction, la texture de recristallisation est la même pour les deux températures de réchauffage étudié. Le coefficient d'anisotropie calculé à partir des FDO est donc identique pour les deux gammes ; par contre, lorsqu'il est déterminé par essais de traction, les auteurs obtiennent une diminution de \bar{r} lorsque la température de réchauffage diminue. Toutefois, ils ne proposent pas d'explication pour justifier ces différences.

2.2.4.1.2. Conditions de laminage à chaud :

Le rôle des joints de grains dans le développement de la fibre γ a été montré précédemment : la germination intergranulaire conduit essentiellement à la formation de grains dont l'orientation appartient à la fibre γ . De ce fait, une faible taille de grain ferritique après laminage à chaud renforcera la texture de recristallisation $\{111\}$ [HUT 90, ABE 82, MIU 99]. De même, une texture de laminage à chaud intense avant déformation à froid favorise la formation de la composante $\{554\}\langle 225 \rangle$ (qui est proche de $\{111\}\langle 112 \rangle$) après recristallisation [YOS 99].

Il faut également tenir compte du domaine de température de laminage à chaud. En effet, s'il a lieu en phase ferritique, la texture de recristallisation est beaucoup plus intense et le maximum est décalé de $\{111\}\langle 112 \rangle$ vers des orientations comprises entre $\{554\}\langle 223 \rangle$ et $\{223\}\langle 582 \rangle$ [BAR 97, REG98]. Eloot et al. [ELO 98] obtiennent, pour un acier IF Ti-Nb laminé en phase ferritique puis laminé à froid, une texture de recristallisation dont le maximum est en $\{111\}\langle 110 \rangle$.

2.2.4.1.3. Température de bobinage :

Une augmentation de la "température de bobinage" entraîne une diminution de la température de début de recristallisation [YAM 85, WAL 98] ; en effet, lorsque la température de bobinage augmente, les précipités sont plus grossiers et, par conséquent, leur effet retardateur est moins marqué. Cependant, ce décalage de cinétique n'affecte pas la texture de façon sensible : on note une légère hausse du coefficient d'anisotropie lorsque la température de bobinage augmente [HUT 94].

2.2.4.1.4. Influence du taux de laminage à froid :

Nous avons vu précédemment qu'une augmentation du taux de réduction entraîne une intensification de la texture de laminage à froid et l'émergence de maxima plus localisés, en particulier en $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$. Après recristallisation, on observe également une augmentation de la texture avec le taux de laminage à froid, notamment le long de la fibre γ : pour les faibles taux de laminage, le maximum est en $\{111\}\langle 110\rangle$ et, au-delà de 85%, c'est la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ qui est majoritaire. Ces résultats ont été obtenus sur des aciers bas carbone [EMR 86], et sur des aciers IF [KIA 96, VAN 96b, SAM 97, MIR 99, YOS 99].

La figure I.13 résume les variations du coefficient d'anisotropie en fonction de la taille de grains initiale et du taux de laminage à froid : une faible taille de grains associée à un taux de réduction élevé favorise l'emboutissabilité.

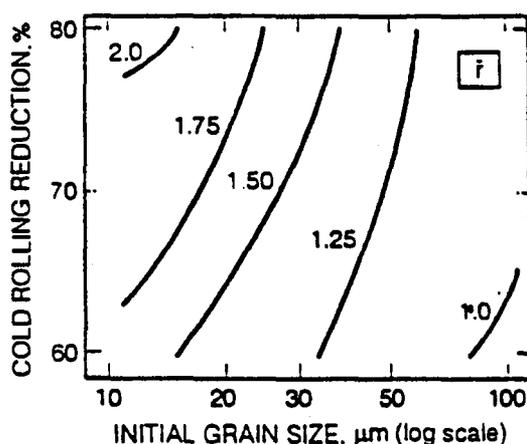


Figure I.13 : Effet de la taille de grains initiale et du taux de laminage à froid sur la valeur de \bar{r} après recuit d'un acier extra-doux [HUT 96].

2.2.4.2. Influence des conditions de recuit :

Industriellement, il existe deux grands types de recuit :

- Le *recuit continu* : il correspond à des vitesses de chauffage variant entre $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et $50\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et à un maintien d'environ une minute à 800°C .
- Le *recuit base* : le chauffage est effectué à une vitesse comprise entre 10 et $50\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ et le maintien a lieu à 700°C pendant 10 heures.

Les conditions de recuit vont influencer la cinétique de recristallisation, la texture de recristallisation et, par conséquent, l'emboutissabilité du matériau.

En recuit continu, les propriétés d'emboutissage d'un acier IF dépendent de la température de maintien [GUP 87] : une augmentation de la température de maintien entre 750° et 850°C conduit à

une hausse du coefficient d'anisotropie. Au-delà de 900°C, la tendance s'inverse du fait de la transformation de la ferrite en austénite.

En recuit base après un laminage à froid de 75%, la recristallisation d'un acier IF a lieu à plus basse température qu'en recuit continu [LEB 75] et la texture finale est plus intense qu'en recuit continu [FUK 77, HUT 94, LAN 98]. Le renforcement de la texture est attribué à un grossissement de grains qui peut avoir lieu lors du maintien en température ; les grains $\{111\}\langle 112\rangle$ étant les premiers germes à apparaître (figure I.14 [LAN 98]), ils possèdent un avantage de taille qui leur confère un avantage de croissance au cours de ce maintien.

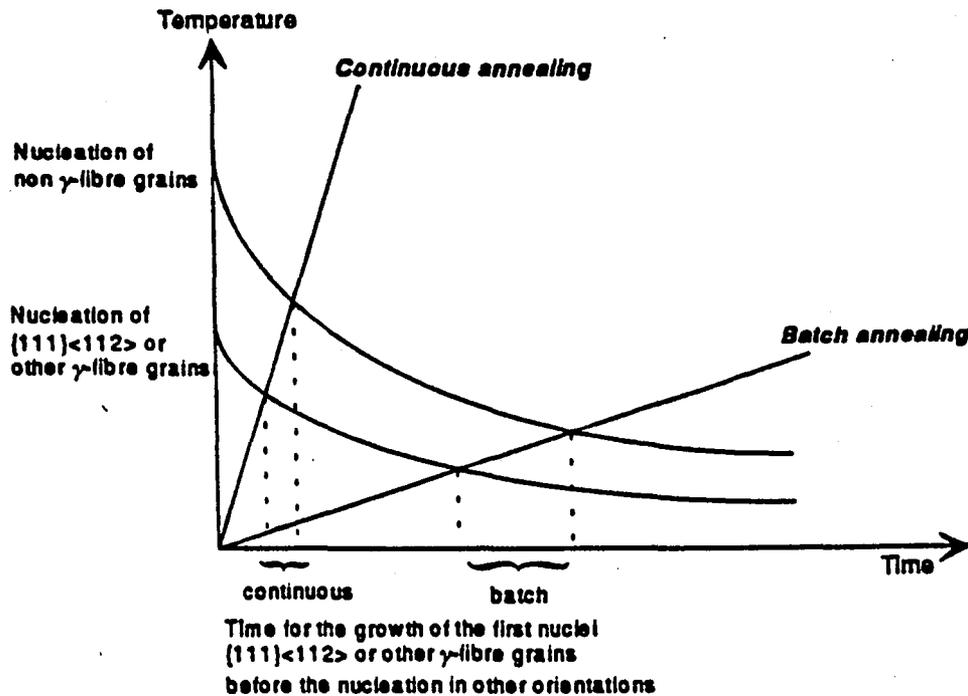


Figure I.14 : Représentation schématique de la germination en fonction des conditions de recuit (température et temps) [LAN 98]

Les différents points abordés ci-dessus montrent l'importance du choix des conditions thermomécaniques pour favoriser le développement de la fibre γ au cours de la recristallisation des aciers IF et optimiser leurs propriétés d'emboutissage. La texture de recristallisation sera d'autant plus intense que la texture de déformation est intense, ce qui est obtenu lorsque la texture de laminage à chaud est marquée ou que le taux de réduction lors du laminage à froid est élevé. Enfin, des vitesses de recuit lentes favorisent le développement de la fibre γ au cours de la recristallisation.

2.2.4.3. Eléments en solution solide :

La présence de carbone en solution solide défavorise la formation de la fibre γ après recuit et ce, même en quantité très faible (dès 10 ppm) [HUT 84a, MIU 99]. Ces effets ne seraient pas dus simplement au carbone en solution solide mais plutôt à l'interaction de celui-ci avec d'autres éléments

d'addition tels que le manganèse [HUT 84b, KOS 94] : en effet, en diminuant le taux de manganèse, on diminue les effets du carbone sur les textures. Les dipôles Mn-C formés agiraient par ancrage des sous-joints modifiant ainsi les mécanismes de germination.

De même, l'azote en solution solide défavorise la formation de la fibre γ [RAY 94].

En général, dans les aciers IF, le titane ou le niobium sont introduits en excès de manière à assurer une précipitation complète du carbone et de l'azote ; la présence d'éléments carburigènes en solution solide augmente l'intensité de la fibre γ [FUK 75, HOO 73, FON 94]. Les auteurs mentionnent même l'existence d'une valeur seuil [HAY 83] pour laquelle se produit une hausse brutale de l'intensité de la fibre γ avant d'atteindre un palier. Il n'existe aucune explication de ce phénomène dans la littérature ; Takechi [TAK 94] suppose toutefois que la présence de titane ou niobium en solution solide agit en retardant la recristallisation de l'austénite au cours de la déformation à chaud, ce qui, par la suite, conduit à des textures de laminage et de recristallisation beaucoup plus intenses.

L'addition d'autres éléments tels que le phosphore [PAR 94, ARD 99] ou le bore [NAG 96, HAG 99] modifie la texture de recristallisation. Ces deux éléments présentent la particularité de ségréger aux joints de grains. En recuit continu, Park et al. [PAR 94] observent que l'addition de phosphore dans un acier IF favorise la formation de la fibre γ si le maintien a lieu à 800°C mais qu'elle supprime son développement au profit de l'orientation $\{567\}\langle 943 \rangle$ si le maintien a lieu à 900°C. Le phosphore ne modifie pas la texture après laminage à froid mais modifie les sous-structures qui sont moins organisées que dans l'acier IF non allié. Il retarde la recristallisation en interagissant avec les dislocations ; ainsi, la germination démarrant à plus haute température permettrait d'activer un plus grand nombre de sites potentiels et donc d'avoir une taille de grains recristallisés plus petite qu'en l'absence de phosphore. Après recuit continu à 800°C, le renforcement des orientations $\{111\}\langle uvw \rangle$ est attribué à la croissance orientée des grains $\{111\}\langle 112 \rangle$ dans les zones déformées d'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$; dans le cas du traitement à 900°C, le maximum de la texture $\{567\}\langle 943 \rangle$ est relié à l'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$ par une rotation de 30° autour d'un axe proche de $\langle 110 \rangle$. De Ardo [ARD 99] observe en microscopie optique que le phosphore ne décale pas le début de la recristallisation mais ralentit sa cinétique, ce qui a pour conséquence de diminuer l'intensité de la fibre γ . Il attribue ces effets aux atomes de phosphore restant en solution solide qui créent une force de freinage mais il n'évoque pas de croissance orientée. De Ardo et Park obtiennent donc des résultats différents concernant les effets du phosphore sur la cinétique et la texture de recristallisation ; les compositions chimiques des aciers étudiés étaient semblables, mais les vitesses de chauffage n'étaient pas les mêmes. De Ardo ne propose pas d'explications pour justifier ces différences.

Le bore [NAG 96, HAG 99] agit de la même manière que le phosphore : en retardant la cinétique de recristallisation, il défavorise le développement de la fibre γ au cours du recuit.

D'une manière générale, on retiendra [RAY 94, KRA 94] que la présence de carbone, azote ou phosphore en solution solide est néfaste à la formation de la fibre γ , mais que le titane, le niobium et, dans certaines conditions, le silicium, lorsqu'ils sont en solution solide, favorisent la texture {111}.

2.2.4.4. Etat de précipitation :

Dans les aciers IF, la taille des carbures (TiC ou NbC) est typiquement de l'ordre de la dizaine de nanomètres ; ceux-ci créent une force de freinage de type Zener (définie au paragraphe 124) qui ralentit la cinétique de recristallisation. Si tous les auteurs s'accordent sur ce point, il n'en est pas de même quant aux effets des précipités sur la texture de recristallisation :

- Akisue et al. [AKI 72], Fukuda et al. [FUK 77], et Wilshynsky-Dresler et al. [WIL 96] considèrent qu'une distribution fine de précipités (de diamètre moyen compris entre 5 et 20 nm) favorise la texture {111}. Les petites particules entravent la formation des cellules lors du laminage à froid, ce qui diminue le nombre de sites de germination intragranulaire. La germination aux joints de grains, comme nous l'avons vu au paragraphe 2321, est bénéfique au développement de la fibre γ .

- Tither [TIT 94] estime que l'état de précipitation ne joue pas sur la texture de recristallisation mais que le facteur à considérer est la teneur en éléments carburigènes en solution solide.

- Enfin, d'autres auteurs [SAT 86, SUB 94] avancent qu'une distribution fine de précipités gêne la formation de la texture {111}. Ces fins précipités (de rayon inférieur à 5 nm) inhiberaient la croissance des grains une fois la recristallisation primaire achevée en diminuant la mobilité des joints. Satoh et al. [SAT 92] proposent un autre raisonnement basé sur un calcul d'interaction entre les particules et les dislocations environnantes : ils montrent que de fins précipités (de rayon moyen voisin de 2nm) seraient susceptibles de se redissoudre au cours du recuit dès 500°C, libérant ainsi du carbone dans la matrice. Ceci serait à l'origine de la baisse d'intensité de la texture.

Henry [HEN 95] a étudié avec précision l'effet de l'état de précipitation sur les textures de recristallisation dans le cas d'un acier IF-Nb : à partir de la même composition chimique initiale, il a réalisé des états de précipitation initiaux différents par des pré-traitements thermiques isothermes ; les tailles de précipités ainsi obtenues varient entre 5 et 15 nm. Il conclut, qu'à fraction volumique équivalente, une diminution de la distance inter-précipités (ce qui équivaut à une diminution de la taille) entraîne une diminution de l'intensité de la texture de recuit. Contrairement à Satoh et al., il n'observe pas de dissolution de carbures de niobium au cours du recuit et la force de freinage exercée par les précipités est suffisamment grande pour inhiber tout grossissement de grains quelle que soit la taille des précipités. Selon Henry, la recristallisation a lieu par germination orientée et la baisse de l'intensité en présence de fins précipités est due au ralentissement des cinétiques de recristallisation selon une loi de type Zener.

Le rôle des précipités sur la formation de la texture de recristallisation des aciers IF n'est pas encore clairement établie ; il persiste une controverse quant à la nature des effets de ces précipités vis-à-vis de la recristallisation.

3. Effets du cuivre :

Avant d'entreprendre l'étude des effets du cuivre sur la recristallisation et les textures des aciers à bas taux de carbone, il est nécessaire de s'intéresser à la précipitation proprement dite du cuivre et à son évolution en fonction des conditions de traitement thermique mais également de la teneur en cuivre.

Aussi, ce paragraphe se décompose en deux parties : dans un premier temps, nous présentons une synthèse bibliographique sur le système fer/cuivre en décrivant notamment les différentes formes structurales sous lesquelles le cuivre peut exister dans une matrice ferritique. Dans un deuxième temps, nous résumons les données de la littérature concernant les effets d'une addition de cuivre sur la recristallisation des aciers bas carbone et leur évolution en fonction des paramètres thermomécaniques de mise en forme.

3.1. Considérations thermodynamiques :

Le diagramme de phases du système fer/cuivre est présenté en figure I.15.

Le cuivre est un élément gammagène. Au cours du refroidissement d'un alliage fer/cuivre, on observe deux transformations péritectiques à 1484°C et 1094°C, et une transformation eutectoïde à 850°C qui conduit à la formation de deux phases solides :

- d'une part, de la ferrite α dont la solubilité en cuivre à 850°C est de l'ordre de 2%
- d'autre part, de la phase ϵ constituée de cuivre pur et de structure cubique à faces centrées.

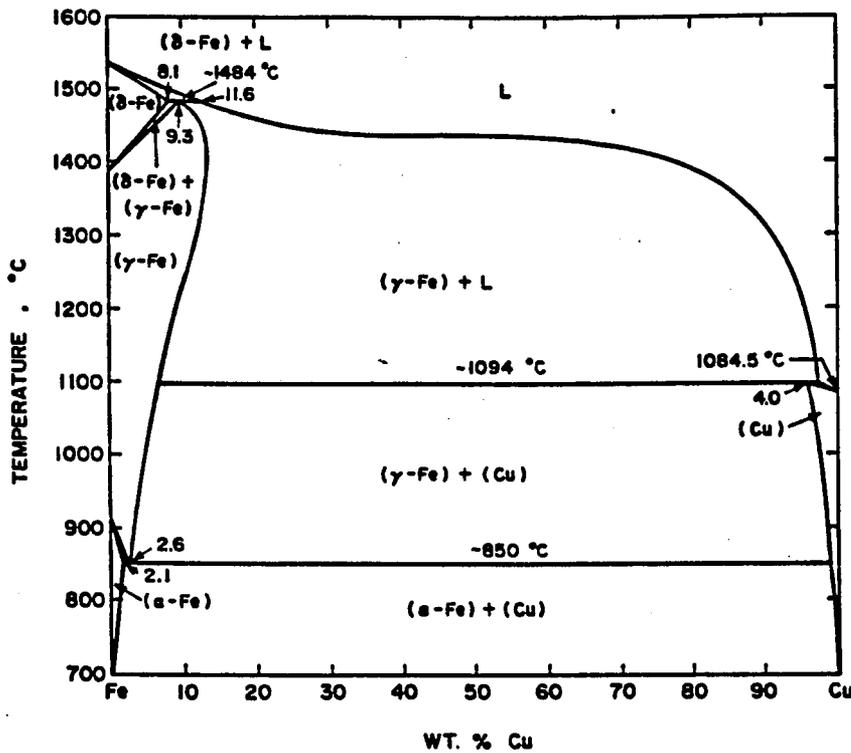


Figure I.15 : Diagramme d'équilibre du système fer/cuivre [LEM 82]

La solubilité limite du cuivre dans la ferrite évolue avec la température ; plusieurs expressions ont été proposées, dans un premier temps par Wriedt et Darken [WRI 60], puis par Speich et al. [SPE 66] et enfin, plus récemment par Salje et Kniepmeier [SAL 77]. A partir de résultats de profil de diffusion obtenus entre 690°C et 770°C, ces auteurs ont établi, dans le domaine du fer α ferromagnétique, l'expression suivante :

$$\log(\% \text{massCu}) = 4,495 - \frac{4627}{T(^{\circ}\text{K})}$$

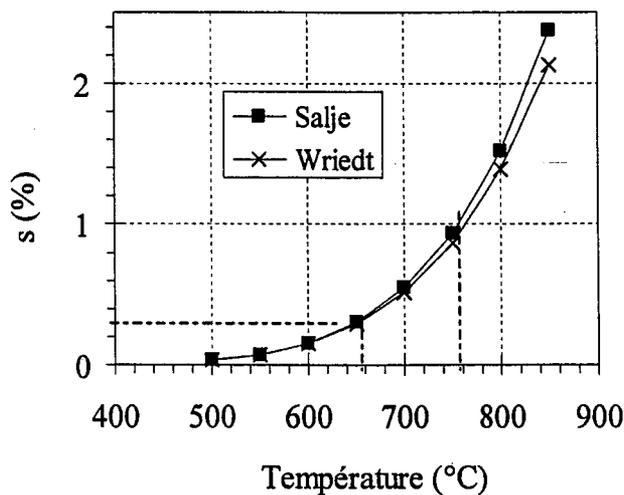


Figure I. 16 : Evolution de la solubilité du cuivre dans la ferrite en fonction de la température

Nous avons ainsi porté les valeurs de limite de solubilité calculées à partir des résultats de Wriedt et al. et Salje et al. extrapolés au-delà du domaine expérimenté. Toutefois, des études récentes [MAT 95] remettent en question ces solubilités : en effet, Mathon a mesuré une concentration de 0,1% massique dans un alliage Fe-1.52%Cu vieilli 312h à 500°C alors que les expressions précédentes donne une valeur de 0,03%. Mathon en conclut donc que la solubilité déterminée par Salje et extrapolée aux basses températures conduit à une sous-estimation de la valeur réelle.

D'après ce diagramme, on notera qu'une solubilité de 0.3% est atteinte pour des températures voisines de 650°C et qu'au-delà de 760°C, la solubilité du cuivre dans la ferrite est supérieure à 1%.

3.2. Séquence de précipitation du cuivre :

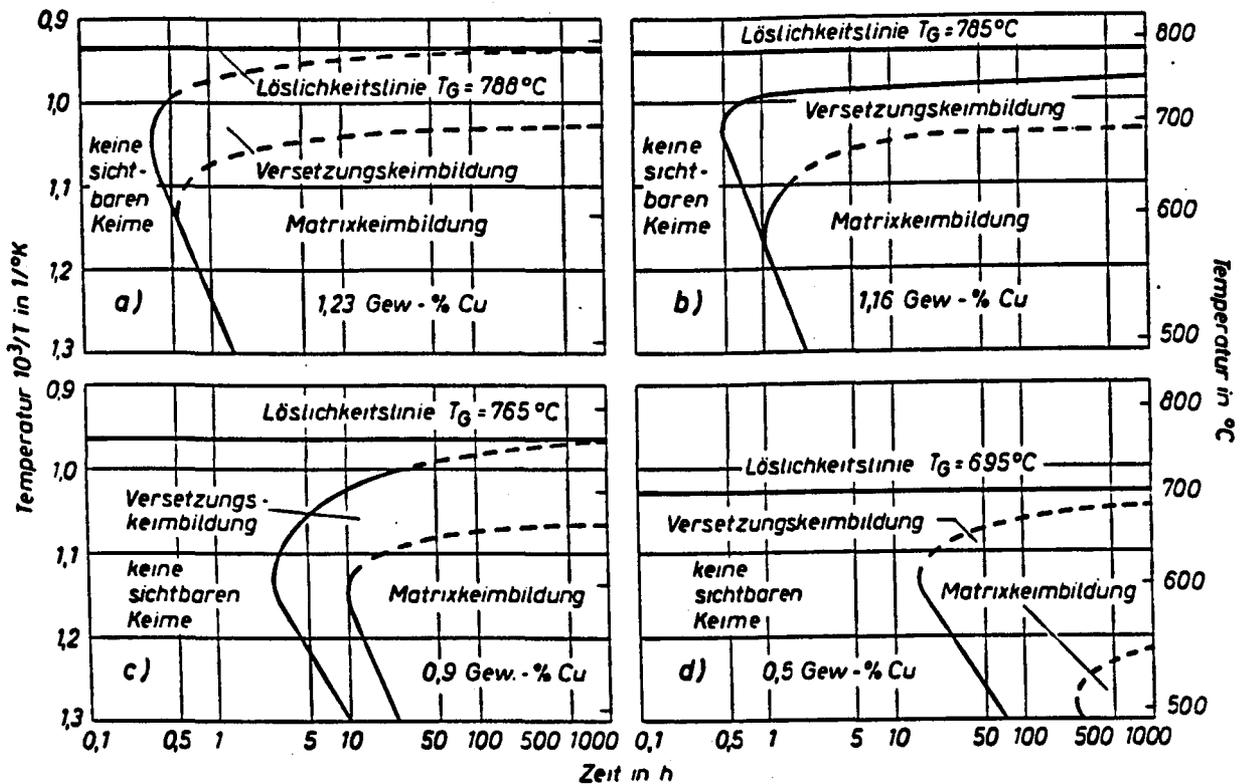
A température ambiante, la phase stable du cuivre est la phase ϵ qui est CFC ; elle ne se forme pas directement à partir de la solution solide, il existe un certain nombre d'étapes intermédiaires : la "pré-précipitation", la germination et la croissance.

3.2.1. Germination :

Les défauts cristallins et les joints de grains sont des sites préférentiels de germination. Hornbogen [HOR 64a] a étudié l'influence des dislocations sur les conditions de germination dans le système Fe-Cu ; les résultats sont présentés en figure I.17.

A haute température et pour de faibles teneurs en cuivre, la germination est essentiellement hétérogène, c'est à dire qu'elle a lieu uniquement sur les dislocations. En effet, dans de telles conditions, la force motrice disponible est plus faible. Pour des températures et des teneurs en cuivre intermédiaires, elle est d'abord hétérogène puis homogène ; enfin, pour des températures basses et des teneurs élevées, elle est à la fois homogène et hétérogène.

Ces données sont en accord avec les observations expérimentales de Banadkouki et al. [BAN 96] : ils ont fait varier la microstructure de trempe d'un acier HSLA puis ont étudié la précipitation du cuivre au cours d'un revenu à 500°C. Ils observent que le pic de durcissement est atteint plus rapidement dans la structure martensitique que dans les structures bainitique ou ferritique. La présence des dislocations dans la structure martensitique favorise la germination du cuivre : le nombre de précipités est plus important. Lis [LIS 92] observe également, dans une structure martensitique, la précipitation du cuivre sur les dislocations.



Keine sichtbaren Keime : pas de germes visibles ; *Versetzungskernbildung* : germination sur les dislocations ; *Matrixkernbildung* : germination dans la matrice ; T_G : température de mise en solution ; *Löslichkeitslinie* : ligne de solubilité.

Figure I.17: Diagramme Température-Temps-Germination en fonction de la teneur en cuivre [HOR 64a]

3.2.2. Solution solide \rightarrow Structure C.C.

Dès 1935, Norton [NOR 35] estimait qu'après mise en solution du cuivre dans le fer α suivie de trempe, il y a réarrangement du cuivre dans la solution solide avant précipitation. Le pic de durcissement serait atteint alors que seulement 20% du cuivre aurait précipité.

En 1960, Hornbogen et Glenn [HOR 60] ont étudié par microscopie électronique à transmission, le comportement au revenu de l'alliage Fe-1,23%Cu. Lors du revenu à 600°C , des particules de phase ϵ (CFC) sont détectées dès 15 minutes de maintien ; leur densité augmente de façon uniforme pendant la première heure sans que leur taille n'évolue. Puis leur diamètre passe de $16 \pm 4 \text{ nm}$ après 10 heures, à 80 nm après 1000 heures de revenu. L'évolution de la dureté (cf. figure I.18) montre que celle-ci a déjà atteint le pic de durcissement lorsque les particules deviennent visibles. Ces observations les amènent à supposer l'existence de zones enrichies en cuivre avant le début de la précipitation, bien qu'ils n'aient pas pu l'observer expérimentalement. Les particules CC sont difficilement détectables en MET : en

effet, elles possèdent la même structure cristalline que la matrice ferritique et un rayon atomique voisin ; donc le champ de déformation au voisinage de la particule est très faible. D'autre part, les facteurs de diffusion atomique du fer et du cuivre sont sensiblement égaux. Ceci explique que la "pré-précipitation" soit difficile à mettre en évidence par MET.

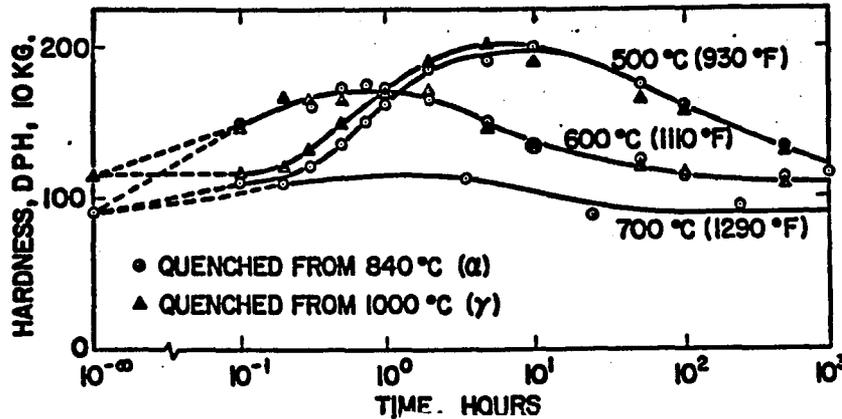


Figure I.18 : Evolution de la dureté au cours du revenu d'un alliage Fe-1,7%Cu [HOR 60]

Lahiri et al [LAH 69] confortent par spectrométrie Mössbauer l'hypothèse d'amas de structure CC précédant la structure CFC.

Le développement de techniques d'investigations plus performantes a permis de préciser les premiers stades de la précipitation. Ainsi, en 1972, Youle et Ralph [YOU 72] ont étudié l'état de précipitation d'un alliage Fe-1,7%Cu par microscopie ionique avant le pic de durcissement ; la taille moyenne des particules est quasiment constante tant que la fraction volumique est inférieure à 1%, et de l'ordre de 3nm. Au-delà, la taille des particules augmente, conduisant à une baisse de la densité de particules. Le maximum de durcissement correspond à une taille moyenne de particules de 3nm et à une valeur maximale de la densité égale à 10^{18} particules par cm^3 . Ces auteurs mentionnent toutefois que cette technique permet d'identifier les amas très riches en cuivre et que, par conséquent, des particules de plus faible taille (inférieure à 3 nm) et qui seraient composées de fer et de cuivre, ne peuvent être mises en évidence.

Goodman et al. [GOO 73a, GOO 73b] ont étudié par microscopie ionique et sonde atomique la précipitation du cuivre dans un alliage Fe-1,4%Cu lors d'un revenu à 500°C jusqu'au pic de durcissement. Le couplage de ces deux techniques leur permet de caractériser la taille des particules ainsi que leur composition chimique, dont les évolutions sont présentées en figures I.19 et I.20.

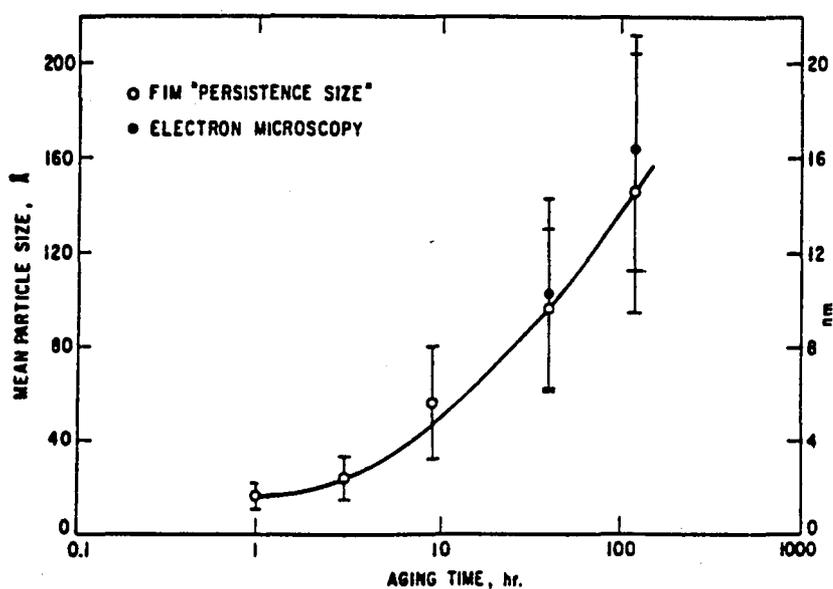


Figure 1.19 : Evolution de la taille moyenne des particules au cours du revenu à 500°C d'un alliage Fe-1,4%Cu [GOO 73a]

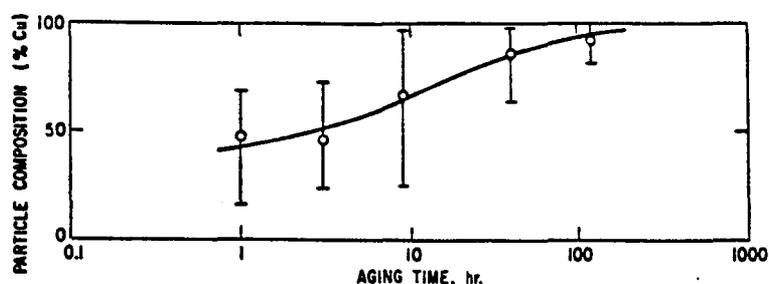


Figure 1.20 : Evolution de la composition chimique des précipités lors d'un vieillissement à 500°C d'un alliage Fe-1,4%Cu [GOO 73b]

Les plus petites particules observables sont sphériques et ont un diamètre moyen de 0,8 nm. Au pic de durcissement, celui-ci est de 2,4 nm d'après les mesures en sonde atomique [GOO 73b]. De plus, la densité des précipités reste constante et égale à 10^{18} cm^{-3} tant que l'on n'a pas atteint le pic de durcissement, puis décroît en même temps que la dureté. Les auteurs attribuent le durcissement observé dans les premiers stades du vieillissement à la formation, dans la solution solide métastable, de zones cohérentes CC et difficilement cisailables : ces particules seraient composées de 53% de cuivre et de 47% de fer. Ces résultats sont en bon accord avec ceux obtenus précédemment par Youle et Ralph [YOU 72]. D'autre part, le pic de durcissement correspondrait à la précipitation de 50% du cuivre initialement présent en solution solide ; donc il est atteint avant que la précipitation ne soit achevée. Enfin, en étudiant les variations de la taille moyenne des précipités en fonction du temps, Goodman et al. montrent que celle-ci varie en $t^{1/2}$ et concluent que la croissance des précipités à 500°C est contrôlée par la diffusion en volume du cuivre. Ces résultats sont en accord avec les observations de Hornbogen et Glenn [HOR 60].

Worrall et al. [WOR 87] remettent en cause les conclusions de Goodman et al. concernant la composition chimique des précipités cohérents. Les auteurs ont étudié le vieillissement d'un alliage Fe-

1,3%Cu par microscopie ionique et sonde atomique ; ils observent que, lors des premiers stades de la précipitation, les précipités cohérents ne sont pas du cuivre pur mais contiennent du fer. Cependant, Worrall et al. pensent que la mesure par sonde atomique surestime la teneur en fer, le signal reçu contenant une contribution de la matrice, comme le montre la figure I.21. Ils concluent donc que les particules sont en fait constituées de cuivre pur.

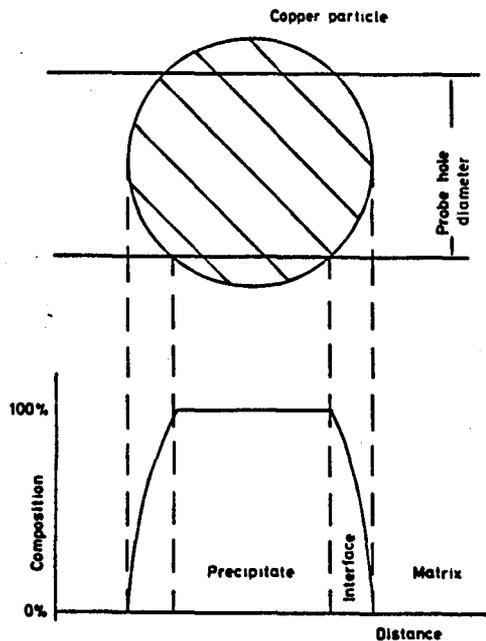


Figure I.21 : Contribution de la matrice au signal enregistré par sonde atomique [WOR 87]

Ces résultats sont confortés par Buswell et al. [BUS 90]. Ces auteurs, en utilisant les mêmes techniques d'observations que Worrall et al., observent que le pic de durcissement correspond bien à une précipitation incomplète du cuivre et que les précipités sont composés de cuivre quasiment pur (teneur supérieure à 95%). Au maximum de durcissement, la taille moyenne des précipités est de 4 nm ; au cours du revenu ultérieur, la distribution est bimodale et la fraction de précipités ayant une taille voisine de 4 nm est non négligeable. Les auteurs avancent, sans le justifier, que le maximum de durcissement correspond au maximum de la fraction volumique de précipités CC. De plus, la distribution bimodale serait liée à la transformation de phase CC→CFC et à l'augmentation d'énergie d'interface qu'elle entraîne.

Mathon [MAT 95] a suivi l'évolution de la précipitation du cuivre au cours d'un revenu à 500°C d'un alliage Fe-1,52%Cu par DNPA. Elle propose que les précipités formés dans les premiers stades du vieillissement sont de structure CC, et formés d'un cœur de cuivre pur de 0,5 nm d'épaisseur et d'une interface diffuse de 0,5 nm d'épaisseur ; ceci expliquerait que ces précipités sont détectés comme des amas de fer et de cuivre. Akamatsu-Jousset [AKA 94] avait également observé l'existence de précipités de taille moyenne 3 nm et composés de cuivre pur.

Des mesures par EXAFS (Extended X-Ray Absorption Fine Structure) réalisées par Pizzini [PIZ 90] sur des alliages Fe-Cu ou Fe-Cu-Ni, et par Maury [MAU 91] sur un alliage Fe-Cu-Mn confirment

que l'environnement local du cuivre varie au cours du traitement thermique, passant de la structure CC à la structure CFC, la taille de transition se situant au voisinage de 3 nm.

Pande et al. [PAN 93] ont mis en évidence l'existence de cette taille critique. Ils ont suivi par DNPA l'évolution non pas de la taille moyenne des particules mais la distribution des tailles des précipités au cours du vieillissement à 500°C d'un alliage HSLA à 1,25%Cu après austénitisation à 925°C. La figure I.22 montre l'évolution de cette distribution en fonction du temps de revenu à 500°C.

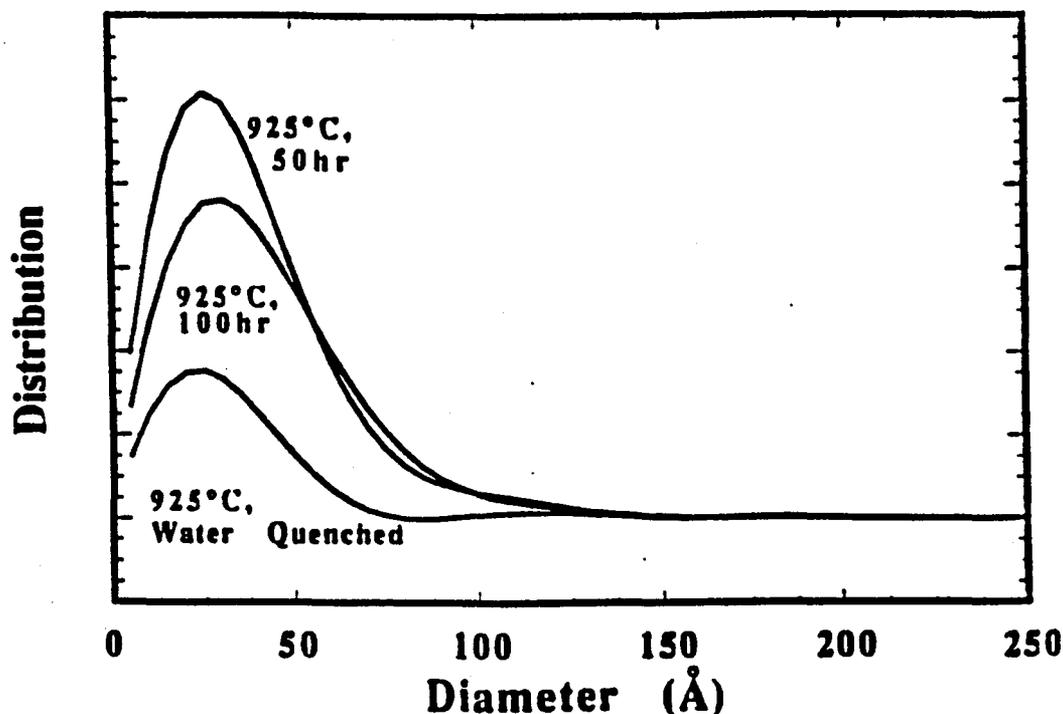


Figure I.22 : Evolution de la distribution de la taille des précipités en fonction du temps d'un alliage Fe-1,2%Cu, austénitisé à 925°C pendant une heure et revenu à 500°C [PAN 93]

Elle obéit à une loi log-normale ; le maximum de la courbe est quasi stationnaire et se situe à 2,5 nm, même après 100 heures de revenu. Ainsi, l'augmentation de la taille moyenne des précipités ne correspond pas à un déplacement du maximum mais à un étalement de la distribution. D'après Pandé et al., ce maximum stationnaire est lié à la transformation de phase CC \rightarrow ϵ CFC : si l'énergie de transformation est élevée, alors le changement de phase sera défavorisé par rapport à la germination de la phase CC, ce qui conduit à un "excès" de petits précipités. La position du pic de la distribution correspond au diamètre critique de transformation CC \rightarrow ϵ CFC, et est indépendante des conditions de traitement thermique. Ainsi, on observera un pic au voisinage de 2,5 nm tant qu'il y aura des précipités de cuivre cohérents.

3.2.3. Evolution de la structure CC :

Récemment, Othen et al. [OTH 91, OTH 94] ont montré que la transformation des précipités de cuivre de la structure cubique centrée à la structure ϵ CFC n'est pas directe. Ils ont étudié des alliages

Fe-Cu et Fe-Cu-Ni par microscopie électronique à haute résolution ; les précipités de diamètre supérieur à 4 nm et inférieur à 17 nm présente une structure maclée de type 9R, obtenue par transformation martensitique. La structure 9R peut être décrite comme une structure compacte présentant des fautes d'empilement tous les trois plans denses ; la séquence d'empilement est : ABC/BCA/CAB. Lorsque le diamètre des précipités atteint 17 nm, ils subissent une deuxième transformation de phase et acquièrent la structure 3R qui est comparable à une structure CFC déformée. Leur orientation vis-à-vis de la matrice est proche d'une relation de type Kurdjumov-Sachs (accolement des plans denses et des directions denses). Lors de la croissance, par diffusion, la minimisation de l'énergie les conduit à se transformer en phase ϵ CFC.

3.2.4. Coalescence :

En 1960, Hornbogen et Glenn [HOR 60] constatent que pour des survieillissements importants, la morphologie des précipités évolue : de sphériques, ils passent à une forme en bâtonnets. En 1965, Speich et Oriani [SPE 65] ont étudié la coalescence de particules de cuivre dans le fer α pour différents alliages à 2,3, 4 et 5% de cuivre et vieillis entre 730°C et 830°C et montrent également qu'en coalesçant, les précipités sphériques deviennent des bâtonnets cylindriques dont la relation d'orientation avec la ferrite est du type Kurdjumov-Sachs : $(111)_\epsilon // (110)_\alpha$ et $[01\bar{1}]_\epsilon // [11\bar{1}]_\alpha$. Ils justifient la forme cylindrique des précipités par l'anisotropie de l'énergie libre d'interface entre le fer α et le cuivre ϵ .

D'autre part, ils montrent que la vitesse de coalescence des précipités obéit à une loi de type Lifshitz et Slyozov [LIF 61] en $t^{1/3}$, caractéristique d'un phénomène contrôlé par la diffusion en volume.

Lors du vieillissement à 500°C d'un alliage Fe-1,52%Cu, Mathon [MAT 95] observe que la fraction volumique de précipités atteint rapidement 1% (au bout de 2,5 heures) puis reste constante ; de plus, elle note dans le même temps, une diminution brutale du nombre de particules. Cela indique que la coalescence des précipités commence rapidement. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats exposés précédemment de Goodman [GOO 73a, GOO 73b], Worrall [WOR 87], Buswell [BUS 90] et Pareige [PARE 94] qui mentionnent une densité maximale de particules de l'ordre de 10^{18} cm⁻³ au pic de durcissement, puis une décroissance rapide de celle-ci pour des vieillissements plus longs.

3.2.5. Précipitation en conditions anisothermes :

La solubilité du cuivre dans la ferrite diminuant avec la température, le cuivre est susceptible de précipiter au cours d'un refroidissement. D'autre part, la précipitation est contrôlée par la diffusion du cuivre dans la matrice ; le coefficient de diffusion étant relativement faible, il est évident qu'il est possible de garder le cuivre en sursaturation dans la ferrite. Ainsi, Takahashi et Iino [TAK 96] ont

montré que, dans un acier à bas taux de carbone (0,05%C), austénitisé à 1050°C, laminé à chaud entre 850°C et 825°C et refroidi à 55°C.s⁻¹, le cuivre ne précipite que pour des teneurs initiales supérieures à 2%. Mais ils ont limité leur étude à une condition de refroidissement.

Wada et al. [WAD 83, WAD 85] ont suivi la précipitation du cuivre en fonction de la vitesse de refroidissement (après austénitisation à 950°C pendant deux heures) dans des aciers faiblement alliés dont la teneur en cuivre variait entre 0 et 2,91%.

La figure I.23 montre la variation de dureté en fonction de la vitesse de refroidissement pour les différents alliages.

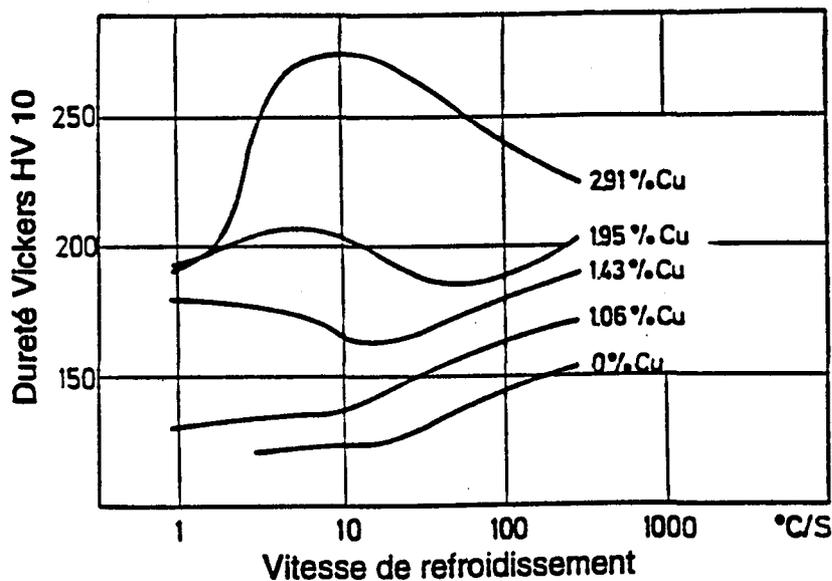


Figure I.23 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la vitesse de refroidissement et de la teneur en cuivre après austénitisation à 950°C pendant deux heures [WAD 85]

L'évolution de la dureté des alliages à 0% et à 1,06% est comparable dans le domaine de vitesse exploré ; l'écart de dureté constant peut être attribué au cuivre en solution solide. Lorsque la teneur en cuivre est de 1,43%, on observe la même variation pour des vitesses de refroidissement supérieures à 15°C.s⁻¹ ; par contre, pour des vitesses plus faibles, la dureté de l'acier augmente : ceci est attribué à la précipitation du cuivre. Cette tendance est confirmée par l'allure des courbes obtenues pour des teneurs en cuivre très élevées (1,95% et 2,91%) ; on note également pour ces deux nuances que, lorsque le refroidissement est très lent, la dureté rediminue : cela correspond au survieillissement et à une croissance des précipités.

De cette figure, Wada et al. déduisent l'expression d'une vitesse critique de trempe permettant de conserver tout le cuivre en solution solide dans l'acier :

$$\ln[V_R(^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1})] = 1,98 \times [\text{Cu}(\% \text{mass.})] - 0,08$$

3.2.6. Récapitulatif :

Il est maintenant bien établi que la précipitation du cuivre en phase ϵ CFC a lieu par transformations successives qui sont fonction de la taille des particules :

- Pour des diamètres inférieurs à 3 nm, la structure est cubique centrée, cohérente avec la matrice.
- Entre 3 nm et 17 nm, les précipités sont incohérents et de structure 9R.
- Au-delà de 18 nm, elle évolue vers une structure de type 3R, puis CFC.

Le pic de durcissement observé lors du vieillissement d'alliages Fe-Cu est associé au maximum de la densité de particules (vraisemblablement les cohérentes) qui est de l'ordre de 10^{18} cm^{-3} dans les aciers contenant environ 1,5% de cuivre. La perte de cohérence est à l'origine de l'adoucissement du matériau [OSA 94].

Des incertitudes persistent concernant la composition chimique des précipités CC ; toutefois les études récentes tendent à montrer que, dès les premiers instants, les particules sont composées de cuivre pur avec une interface diffuse.

3.3. Influence du cuivre sur les transformations de phase :

Takahashi et Iino [TAK 96] ont étudié l'effet du cuivre sur la température de début de transformation de l'austénite sur des pions déformés en compression. Ils montrent que l'ajout de 2% de cuivre diminue A_{r3} de 200°C environ. Chapuis et Pinto Da Costa [CHA 96] obtiennent, dans le cas d'un acier à 0,05%C, 0,3%Mn et 0,8%Cu, une diminution de A_{r3} de 50°C par rapport au même acier sans cuivre. Enfin, Kimura et Takaki [KIM 97], par analyse dilatométrique, mesurent une variation linéaire de la température de transformation de l'austénite en fonction de la teneur en cuivre : elle diminue de 30°C par pour-cent de cuivre.

Quel que soit l'ordre de grandeur, l'addition de cuivre diminue la température de début de transformation de l'austénite, ce qui entraîne une diminution de la taille des grains ferritiques.

D'autre part, l'ajout de cuivre retarde la recristallisation de la ferrite après déformation à froid [RIC 59, ANT 70] : Rickett et Leslie [RIC 59] observent que des teneurs en cuivre de 0,27% sont suffisantes pour retarder la cinétique de recristallisation et que ces effets sont liés à la fois au cuivre en solution solide et au cuivre précipité.

De même, Aubrun et Rocquet [AUB 75] ont comparé la température de demi-recristallisation de deux aciers extra-doux contenant 0,5 et 0,8% de cuivre. Ils montrent que le cuivre augmente la température de demi-recristallisation et que l'élévation de température est fonction de la vitesse de chauffe. Par comparaison avec une étude portant sur le rôle de l'aluminium dans la recristallisation des aciers calmés à l'aluminium, les auteurs affirment que les effets observés sont dus uniquement au cuivre qui serait resté en solution solide. Toutefois ils n'appuient leurs conclusions sur aucune observation microstructurale.

Ces différentes études montrent que l'addition de cuivre retarde les cinétiques de transformation de "phase" qu'il s'agisse de la transformation austénite → ferrite ou de la recristallisation de la ferrite.

3.4. Influence du cuivre sur l'anisotropie des propriétés mécaniques et les textures :

L'étude bibliographique portant sur les aciers à bas taux de carbone a mis en évidence le rôle des éléments en solution solide et des précipités sur les textures de laminage et de recristallisation. Or le cuivre est susceptible de précipiter dans la ferrite α , comme nous venons de le voir ; donc l'addition de cuivre peut influencer la recristallisation. Aussi, dans ce paragraphe, nous examinerons quel peut être l'effet d'une telle addition sur la formation de la texture après déformation à froid et après recuit, et ce, suivant l'état structural du cuivre (solution solide et/ou précipité).

3.4.1. Effet du cuivre sur le coefficient d'anisotropie \bar{r} :

L'emboutissabilité peut être estimée à l'aide de deux paramètres scalaires : le coefficient d'anisotropie normale \bar{r} et le coefficient d'écroûissage n . Wacquez et Van Daehle [WAC 67] ont montré que le cuivre augmente la valeur de \bar{r} et diminue le coefficient d'écroûissage d'un acier effervescent laminé à froid et recuit. Okamoto et al. [OKA 84] trouvent qu'il existe une teneur en cuivre permettant d'optimiser le coefficient d'anisotropie : ainsi, pour un acier bas carbone, la teneur optimale serait de l'ordre de 0,4%. Enfin, Kishida [KIS 95] observe une diminution du coefficient d'anisotropie lorsque la teneur en cuivre augmente.

3.4.2. Laminage à froid :

A notre connaissance, il n'existe pas d'études portant sur l'évolution des précipités au cours du laminage à froid. Quelques-unes mentionnent par contre l'effet du cuivre sur la texture de laminage à froid.

Okamoto et al. [OKA 84] ont étudié l'influence d'une addition de cuivre sur la texture de laminage à froid (avec un taux de réduction de 70%) d'un acier bas carbone. Après réchauffage à 1250°C, les aciers sont laminés à chaud en phase austénitique puis refroidis par air soufflé ; avant le laminage à froid, un maintien d'une heure à 350°C ou de 3 heures à 550°C a permis de modifier l'état de précipitation du cuivre. Pour des teneurs en cuivre inférieures à 0,4%, la texture de déformation n'est pas affectée par le traitement thermique préalable à 350° ou 550°C. Les alliages à 0,8% et 1,2% de cuivre ont des textures beaucoup plus intenses et dont les orientations principales sont $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$; ces effets sont encore plus marqués lorsque l'on effectue un traitement de précipitation préalable.

Kim et al. [KIM 94a] ont étudié l'influence d'une addition de cuivre et de nickel sur la texture de laminage à froid d'un acier IF-Ti : après réchauffage à 1150°C pendant deux heures, les lopins ont été laminés à chaud au-dessus de 910°C puis refroidis à l'air. Le taux de réduction d'épaisseur lors du

laminage à froid variait entre 70 et 90%. En l'absence de cuivre, le maximum de la texture de déformation se déplace de $\{335\}\langle 110\rangle$ vers $\{112\}\langle 110\rangle$ et les intensités restent sensiblement constantes lorsque le taux de laminage à froid augmente. Ces résultats sont en accord avec ceux d'autres auteurs (cf. paragraphe 2.2). Avec une addition de 1,1% de cuivre, un déplacement du maximum de la texture est également observé et, en plus, l'intensité des orientations comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$ augmente fortement lorsque le taux de réduction passe de 70 à 90%.

La figure I.24 montre les textures obtenues après un laminage à froid à 90% en fonction de la composition de l'acier.

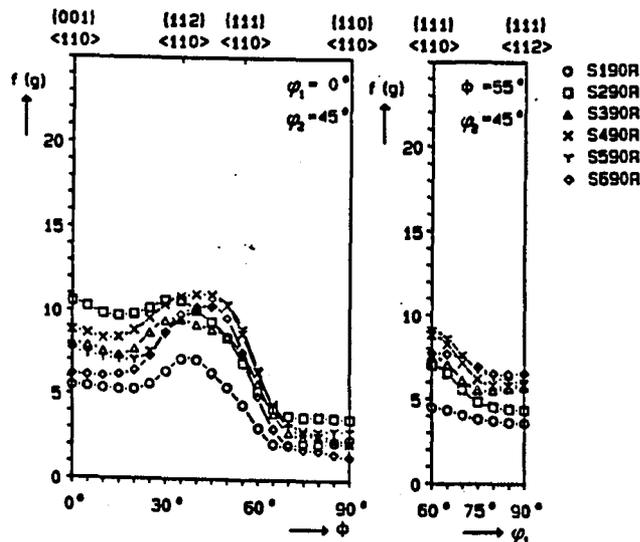


Figure I.24 : FDO le long des fibres α et γ d'un acier IF-Ti laminé à froid à 90%, en fonction de la composition chimique (S1 : 0%Cu ; S2 : 0,58%Cu ; S3 : 1,11%Cu ; S4 : 1,57%Cu ; S5 : 1,39%Cu-0,89%Ni ; S6 : 1,68%Cu-1,16%Ni). [KIM 94a] (Taux de réduction : 90%).

Une addition de 0,58% de cuivre renforce l'intensité des orientations appartenant à la fibre α ; le maximum se situe en $\{112\}\langle 110\rangle$. Lorsque la teneur en cuivre ou en cuivre et nickel est supérieure à 1,3%, la densité des orientations comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ diminue fortement, ainsi qu'entre $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{110\}\langle 110\rangle$; le maximum de la texture est proche de l'orientation $\{445\}\langle 110\rangle$. Les auteurs expliquent que la composante $\{445\}\langle 110\rangle$ est obtenue par rotation des orientations $\{110\}\langle 110\rangle$ ou $\{001\}\langle 110\rangle$, cette rotation étant liée à un changement du mode de déformation : en présence de cuivre, on passe d'un mode de type Taylor à un mode de type "pancake" [TOT 90]. Toutefois, dans leur étude, les auteurs ne mentionnent pas l'état structural du cuivre (précipité ou en solution solide).

Les études précédentes montrent que la texture de déformation n'est pas modifiée lorsque la teneur en cuivre est inférieure à 0,4% ; pour des teneurs plus élevées, l'intensité de la texture augmente, notamment celle des composantes de la fibre α comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$. L'effet du cuivre sur la microstructure de déformation n'a pas été abordé par ces auteurs.

3.4.3. Influence du cuivre sur la texture de recristallisation :

Comme l'addition de cuivre modifie la texture de déformation, sa présence dans les aciers bas carbone est susceptible de modifier la texture de recristallisation, ces modifications étant fonction de l'état structural du cuivre (en solution solide ou précipité).

3.4.3.1. Cuivre en solution solide :

Kim et al. [KIM 94b] ont étudié l'influence d'une addition de cuivre et de nickel sur la texture de recristallisation d'un acier IF-Ti. Après laminage à chaud, les alliages ont été refroidis à l'air de manière à garder tout le cuivre en solution solide. La réduction lors du laminage à froid variait entre 70 et 90%, à l'issue duquel les tôles ont été recuites à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à 850°C avec maintien de 60 secondes ou 120 secondes (en présence de nickel). La figure I.25 présente les textures de recristallisation en fonction de la teneur en cuivre et en nickel.

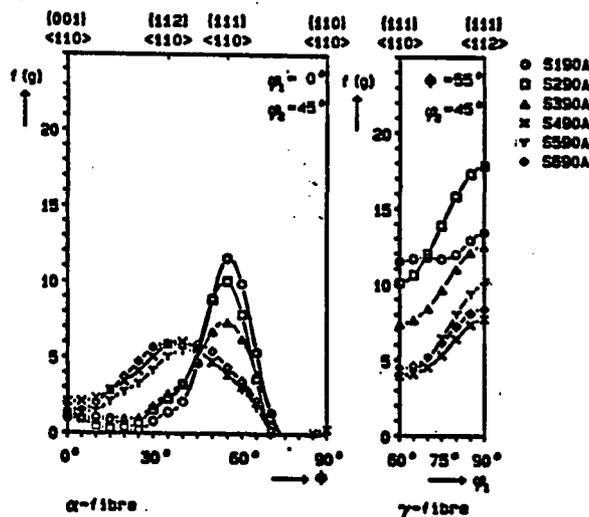


Figure I.25 : FDO le long des fibres α et γ obtenues après recristallisation en fonction de la composition chimique (S1 : 0%Cu ; S2 : 0,58%Cu ; S3 : 1,11%Cu ; S4 : 1,57%Cu ; S5 : 1,39%Cu-0,89%Ni ; S6 : 1,68%Cu-1,16%Ni) [KIM 94b]. (Taux de réduction : 90%)

Pour les faibles teneurs en cuivre (inférieures à 1,3%), après recristallisation, on note un renforcement de la fibre γ avec un maximum en $\{111\}\langle 112 \rangle$ aux dépens de la fibre α . Par contre, dans les aciers contenant plus de cuivre et de nickel, les orientations appartenant à la fibre α , notamment entre $\{223\}\langle 110 \rangle$ et $\{445\}\langle 110 \rangle$ voient leur intensité fortement augmenter par rapport à l'acier sans cuivre. Dans cette étude, les auteurs observent que tout le cuivre reste en solution solide durant le traitement de recristallisation ; ils attribuent les effets observés à de la croissance orientée : la présence de cuivre en solution solide diminue la sélectivité de la croissance. Aussi, après recristallisation, la texture des aciers fortement enrichis en cuivre est affaiblie.

3.4.3.2. Précipités de cuivre :

3.4.3.2.1. Influence de la température de bobinage :

L'étude bibliographique a montré l'existence d'une vitesse critique de trempe en dessous de laquelle il est possible de faire précipiter le cuivre. Au cours du bobinage, les tôles sont refroidies à vitesse très faible, de la "température de bobinage" jusqu'à la température ambiante. Aussi, cette étape est primordiale pour le contrôle de la précipitation du cuivre.

Kishida et Akisue [KIS 90] ont étudié l'influence de la température de bobinage sur les propriétés mécaniques d'un acier IF-Ti après recuit continu et dont la teneur en cuivre varie entre 0 et 1,36%. Après laminage à chaud, les tôles sont refroidies en four (à $0,01^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) jusqu'à température ambiante. Les valeurs de coefficient d'anisotropie mesuré après laminage à froid à 80% et recuit continu sont présentées en figure I.26.

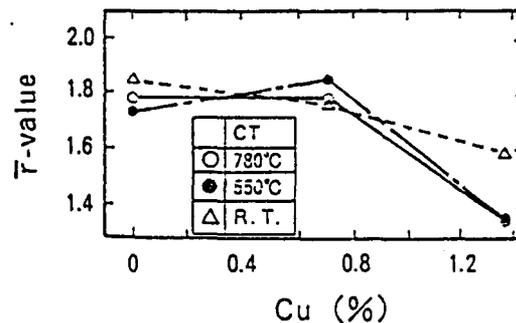


Figure I.26 : Effet de la teneur en cuivre et de la température de bobinage sur la valeur de \bar{r} d'un acier IF-Ti après recuit continu [KIS 90].

Lorsque le bobinage a lieu à 550°C ou 780°C , Kishida et Akisue observent que \bar{r} diminue fortement pour des teneurs en cuivre supérieures à 1% ; dans le cas de l'acier bobiné à très basse température, les variations sont beaucoup plus faibles. Ils attribuent ces différences à l'état de précipitation du cuivre : en effet, dans le cas du bobinage à haute température, le cuivre est présent sous forme de précipités ϵ CFC (de taille moyenne variant entre 60 nm et 270 nm à 780°C , et variant entre 10 nm et 20nm à 550°C) alors qu'il reste en solution solide si le bobinage a lieu à très basse température. Pour des teneurs supérieures à 1,36%Cu, les fins précipités modifient la texture de laminage à froid : la figure I.27 présente l'effet de la teneur en cuivre sur l'intensité des pôles après laminage à froid avec une réduction d'épaisseur de 80%

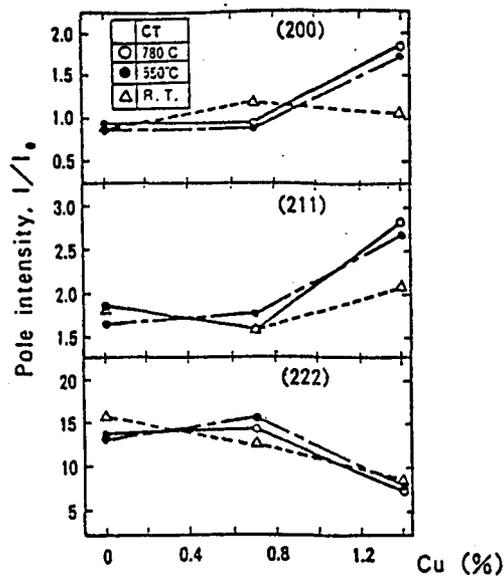
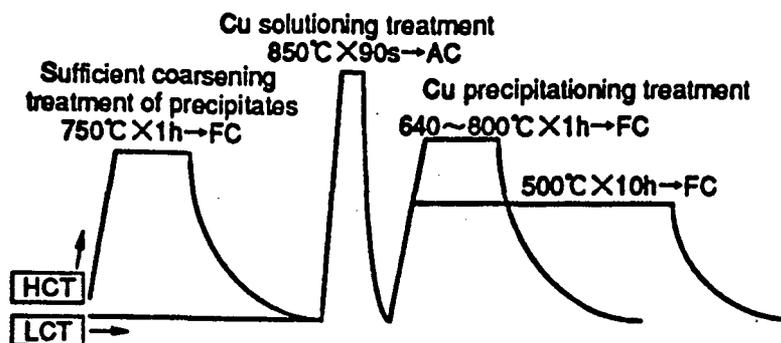


Figure I.27 : Intensité des pôles en fonction de la teneur en cuivre et de la température de bobinage après laminage à froid de 80% [KIS 90]

L'intensité des pôles n'est pas modifiée pour des teneurs en cuivre inférieures à 0,8% ; par contre, dans le cas de l'acier à 1,36%, les auteurs observent une forte augmentation du niveau des pôles {211} et {200}. Ils avancent qu'au cours de la déformation, les orientations proches de $\{554\}\langle 225 \rangle$ évoluent vers l'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$ par une rotation autour d'un axe $\langle 110 \rangle$ incliné à 60° par rapport à la direction de laminage ; la recristallisation renforce ces orientations, conduisant à une baisse du coefficient d'anisotropie.

Morita et al. [MOR 94] ont fait varier l'état de précipitation du cuivre en fin de bobinage, dans un acier IF-Ti-Nb à 1,02% de cuivre. Le schéma de mise en forme est le suivant (cf. figure I.28) : l'acier a été réchauffé à 1170°C et laminé à chaud en phase austénitique; le bobinage a eu lieu à 720°C ou 450°C . L'acier bobiné chaud est recuit une heure à 750°C . Puis les deux nuances sont chauffées à 850°C pendant 90s de manière à remettre tout le cuivre en solution solide. Les différents états de précipitation sont obtenus par des maintiens isothermes d'une heure entre 640°C et 800°C . Enfin, les tôles sont laminées à froid, l'épaisseur étant réduite de 3,8mm à 0,8mm, et recuites 90s à 850°C .



LCT : low coiling temperature (450°C) ; HCT : high coiling temperature (720°C) ; AC : accelerated cooling ; FC : furnace cooling

Figure I.28 : Séquences de traitement thermique des tôles à chaud [MOR 94]

La figure I.29 présente les variations du coefficient d'anisotropie \bar{r} en fonction du traitement thermique préalable à la déformation à froid.

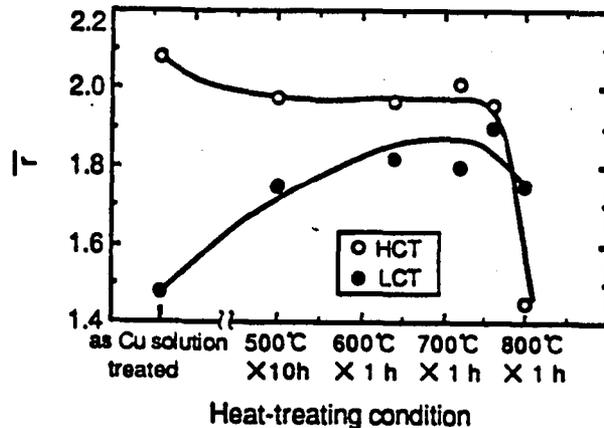


Figure I.29 : Valeur du coefficient d'anisotropie en fonction des conditions de traitement thermique [MOR 94]

Dans le cas du bobinage à basse température (LCT), la valeur de \bar{r} augmente lorsqu'on élève la température de traitement thermique jusqu'à 760°C, puis diminue. D'autre part, les valeurs obtenues dans le cas du bobinage chaud sont plus élevées, sauf à 800°C. Les auteurs expliquent ces différences par la morphologie des carbosulfures de titane : à haute température, ceux-ci ont la possibilité de croître, ce qui favorise la formation de la fibre γ . A 800°C, le grossissement des grains de ferrite avant laminage à froid diminue le nombre de sites de germination des grains $\{111\}\langle 110 \rangle$ lors de la recristallisation, comme nous l'avons vu au paragraphe 2.3.3.1. Donc le coefficient d'anisotropie diminue.

L'analyse EDS montre qu'après bobinage à haute température, le cuivre forme des précipités complexes avec les carbosulfures de titane. Dans le cas du bobinage froid, le cuivre ne forme des composés mixtes que pour des températures de traitement supérieures à 640°C ; en deçà, le cuivre précipite seul dans la matrice. L'existence de ces petits précipités (<20 nm) de cuivre pur favorise le développement de la fibre γ mais aussi de la fibre cube $\langle 100 \rangle // (DN)$ qui est néfaste à l'emboutissabilité. Pour améliorer le coefficient d'anisotropie, il est donc préférable d'éviter une fine précipitation du cuivre par un bobinage à haute température qui permet la formation de composés mixtes entre le cuivre et les carbosulfures de titane.

Era et al. [ERA 86] ont également étudié la corrélation existant entre l'état de précipitation du cuivre et la texture de recristallisation après recuit continu. Ils ont comparé la texture de recristallisation d'un acier bas carbone à celle d'un acier très bas carbone dont ils ont fait varier la teneur en nickel et en cuivre. Grâce à un traitement thermique préalable à la déformation à froid, ils obtiennent différents états de précipitation du cuivre (en terme de densité et de taille de précipités).

Ils montrent que les précipités de cuivre sont plus gros et plus nombreux dans l'acier à 0,05%C et 0,5%Cu que dans celui à 0,003%C et 0,5%Cu. Par contre, lorsque la teneur en nickel augmente, leur

taille diminue et leur densité augmente. Donc le carbone accélère la formation des précipités de cuivre alors que le nickel la ralentit. Par contre, le rapport des intensités des pôles I_{222}/I_{200} semble être indépendant de ces deux paramètres ; il ne dépend que de l'état de précipitation du cuivre. Comme le montre la figure I.30, il est maximal pour une densité de précipités voisine de $300 \mu\text{m}^{-3}$ et une taille moyenne de l'ordre de 20 à 30nm.

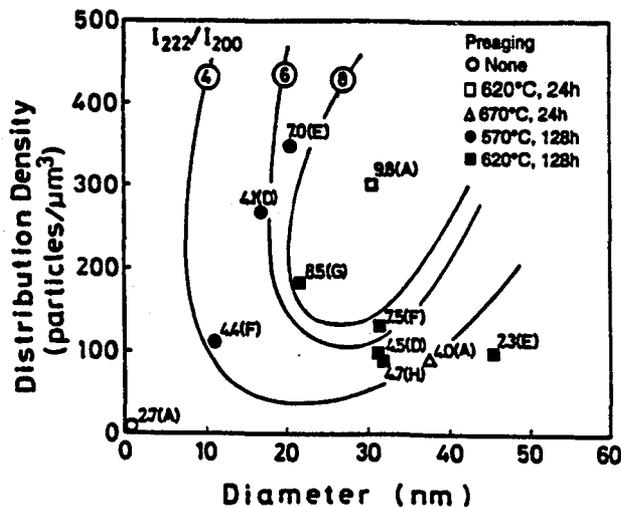


Figure I.30 : Influence de la taille et de la densité de précipités de cuivre sur la valeur du rapport I_{222}/I_{200} [ERA 86].

Era et al. en concluent que c'est uniquement l'état de précipitation du cuivre qui contrôle la texture de recristallisation et que la teneur en carbone en solution solide n'est pas prédominante.

3.4.3.2.2. Interaction entre la précipitation et la recristallisation :

Duggan et Hutchinson [DUG 76, HUT 78] se sont intéressés à l'interaction de la précipitation et de la recristallisation au cours du recuit d'un alliage Fe-1,2%Cu. A l'issue du laminage à chaud, l'acier a été trempé à l'eau de manière à maintenir tout le cuivre en solution solide avant la déformation à froid. Le taux de laminage à froid est de 80%. Afin d'étudier l'interaction des précipités avec la recristallisation, des pré-recuits isothermes entre 460°C et 600°C ont été effectués pendant des durées variables (de 0 à 10000 minutes), suivis par le traitement de recristallisation à 600°C, 700°C ou 750°C. Les évolutions de la texture et des microstructures de recristallisation en fonction du pré-traitement ont été étudiées.

Duggan et Hutchinson observent que les microstructures, schématisées en figure I.31, et les textures de recristallisation sont fortement dépendantes du pré-traitement.

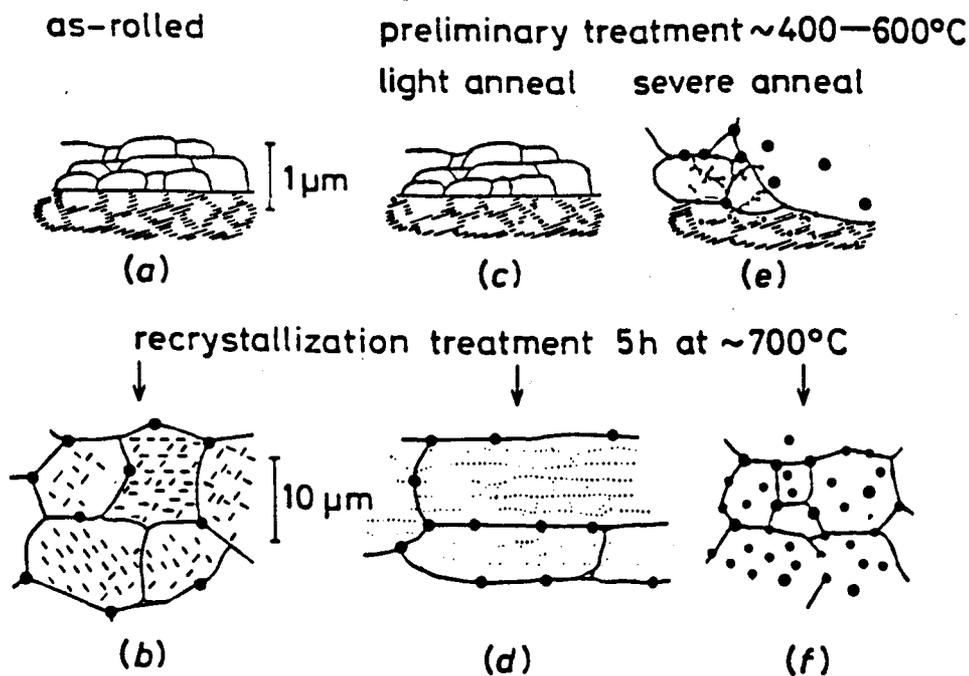


Figure I.31 : Evolution de microstructure (sous-grains, grains et précipités) en fonction des conditions de pré-recuit. (a) : Tout le cuivre est en solution solide. (b) : Précipitation et coalescence après recristallisation. (c) : Précipitation de fins précipités aux sous-joints qui entraîne la formation de grains recristallisés de type "pancake" (d). (e) : Précipitation au cours de la restauration. (f) : coalescence des précipités au cours de la croissance de grains.[HUT 78]

- Sans pré-recuit, la texture obtenue est comparable à celle obtenue sur le même type d'aciers sans cuivre qui aurait été recuit à basse température. Le cuivre a précipité sous forme de bâtonnets répartis de façon homogène dans la matrice (cf. figure I.31 a et b) ; ces précipités se seraient formés après que la recristallisation a eu lieu. Donc ils n'agissent pas sur la recristallisation mais, par épinglage des joints de grains, ils empêchent tout grossissement de grains et, par conséquent, tout développement de la texture. Sans recuit préliminaire, la texture de recristallisation est peu marquée.

- Recuit préliminaire léger : cela correspond à des temps courts à température élevée (10 minutes à 600°C) ou à des temps plus longs à basse températures (10000 minutes à 400°C). Les effets sur la recristallisation sont très importants : d'une part, les grains recristallisés ont conservé une forme allongée comme après la déformation à froid et, d'autre part, l'intensité des pôles $\{111\}$ augmente fortement, notamment au voisinage de $\{111\}\langle 112 \rangle$. Les précipités de cuivre sont alignés selon la direction de laminage à l'intérieur des grains et aux joints de grains. Les observations en MET ont montré que les précipités sont déjà présents aux sous-joints avant que la recristallisation n'ait démarré ; aussi, lors de la recristallisation, ils inhibent principalement la germination en ralentissant la migration des sous-joints. Cela a pour effet de renforcer la sélectivité d'orientation : les composantes $\{111\}$ sont ainsi favorisées et les orientations $\{100\}\langle 110 \rangle$ voient leur intensité diminuer de façon importante.

Dans ces conditions, le rapport I_{222}/I_{200} qui caractérise l'emboutissabilité est maximum, comme le montre la figure I.32.

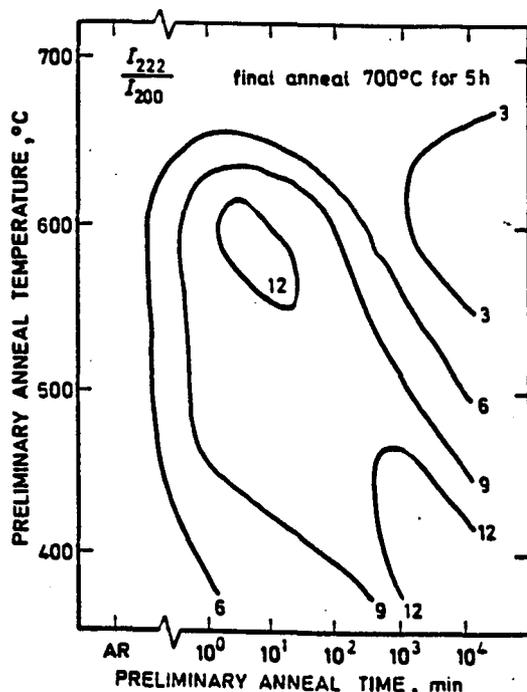


Figure I.32 : Courbe de niveau du rapport I_{222}/I_{200} en fonction du temps et de la température de recuit préliminaire. Acier à 1,2% de cuivre laminé à froid (Taux de réduction : 90%) et recuit 5 heures à 700°C (Hutchinson et Duggan, [HUT 78]).

- **Recuit préliminaire sévère** : la microstructure se caractérise par une fine taille de grains et de gros précipités sphériques répartis aux joints de grains et à l'intérieur des grains. La texture présente des ressemblances avec la texture de déformation : les orientations $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$ augmentent fortement lors du recuit alors que les composantes proches de $\{112\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$ voient leur intensité fortement diminuer. En fin de recuit préliminaire de 10000 minutes à 530°C, Hutchinson et Duggan observent différents types de structure (cf. figure I.31 e) : une structure cellulaire mal définie où l'on note la présence de nombreux petits précipités le long des dislocations, des sous-grains restaurés avec des précipités plus gros aux sous-joints et, enfin, des grains recristallisés ayant des gros précipités de cuivre aussi bien intragranulaires qu'intergranulaires. Contrairement aux cellules, les sous-grains restaurés sont fortement désorientés les uns par rapport aux autres, ce qui leur confère une certaine mobilité. En migrant, ils drainent les précipités de cuivre ce qui leur permet de coalescer, mais la force de migration des sous-joints n'est pas suffisante pour qu'ils se débarrassent de ces gros précipités ; aussi, la vitesse de migration dépend fortement de la taille des particules.

Cette étude réalisée par Hutchinson et Duggan met en évidence l'équivalence entre le temps et la température : un maintien à basse température pendant une longue durée a les mêmes effets qu'un maintien plus court effectué à plus haute température. Ainsi, sans réaliser de recuit préliminaire, il est possible d'optimiser le rapport I_{222}/I_{200} en adaptant la vitesse de chauffage : la figure I.35 montre qu'en chauffant à $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ jusqu'à 700°C et après un maintien de 5 heures à cette température, on obtient une texture favorable à l'emboutissabilité. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus

précédemment par Duggan et Roberts [DUG 75]. De même, Aubrun et Rocquet [AUB 75] avaient mis en évidence l'existence d'une vitesse de chauffe optimale (voisine de $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$) dans le cas d'aciers à bas taux de carbone contenant 0,5 et 0,8% de cuivre sans toutefois la justifier ; cette valeur est compatible avec celle obtenue par Abe et al. [ABE 74] : l'intensité du pôle {222} d'un acier à 0,56% de cuivre est maximale pour une vitesse de chauffage de $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$.

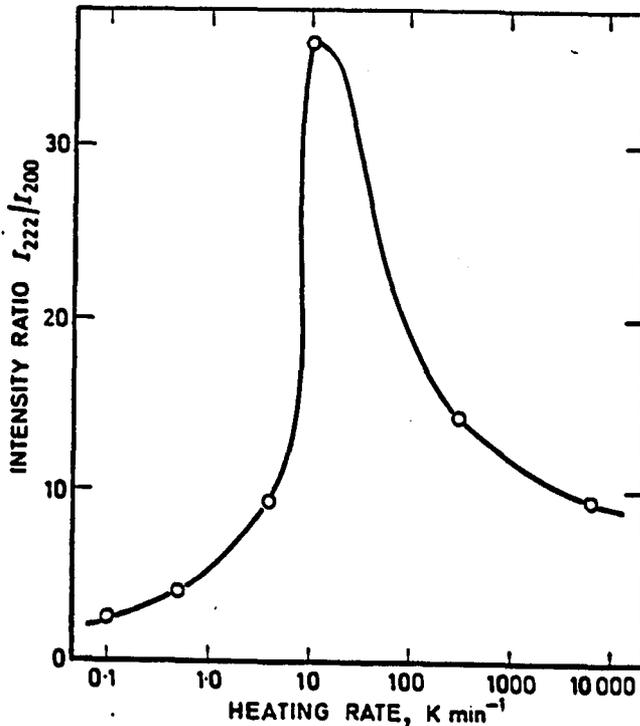


Figure I.33 : Influence de la vitesse de chauffage sur le rapport I_{222}/I_{200} (Réduction de 90% et maintien 5 heures à 700°C) [HUT 78].

La figure I.33 résume l'influence des conditions de traitement thermique sur l'interaction entre la précipitation du cuivre et la recristallisation de l'acier. Les différentes études menées par Duggan et Roberts [DUG 75], et Hutchinson et Duggan [DUG 76, HUT 78] montrent qu'en fonction des conditions de recuit, la texture varie d'une distribution aléatoire des orientations à une texture quasi monocristalline. Pour optimiser la texture de recristallisation, il faut faire précipiter le cuivre avant la recristallisation et éviter que le matériau ne restaure.

3.4.3.2.3. Influence de la température de réchauffage :

Yamada et al. [YAM 95] ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques d'un acier IF-Ti dont la teneur en cuivre varie entre 0,1% et 0,22%. Les largets sont réchauffés à 1050°C ou 1200°C , laminés à chaud en phase austénitique, puis laminés à froid jusqu'à 0,8 mm d'épaisseur ; le recuit est de type recuit continu. Leurs résultats sont consignés dans la figure I.34.

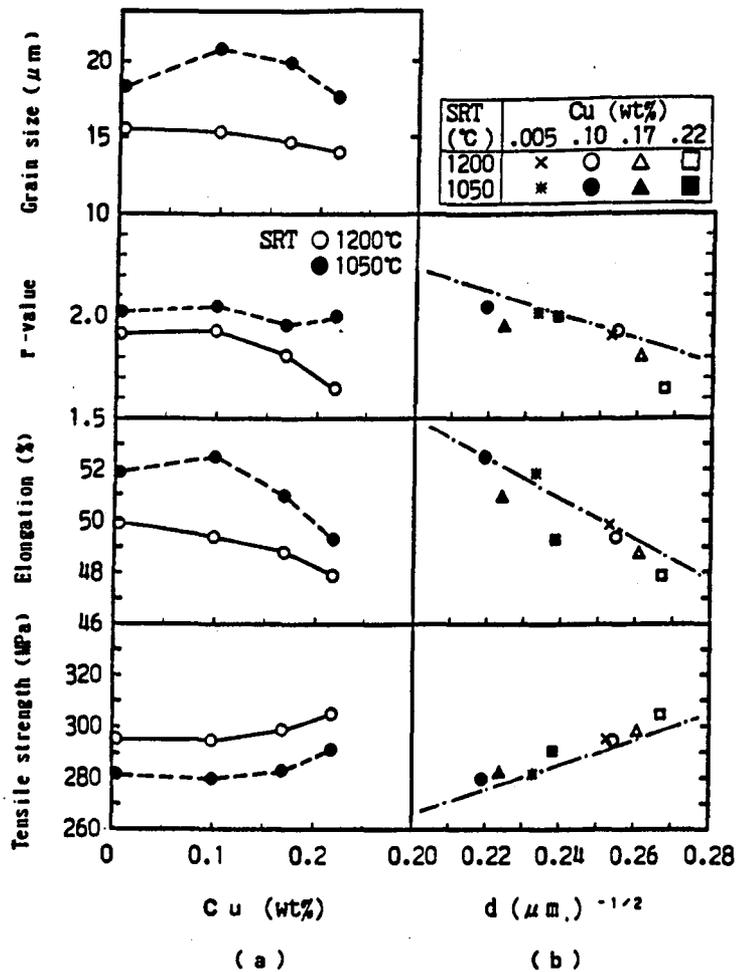


Figure I.34 : (a) Variation des propriétés mécaniques d'un acier IF-Ti en fonction de la teneur en cuivre et (b) corrélation avec la taille de grains moyenne [YAM 95]

Après réchauffage à 1050°C, le coefficient d'anisotropie \bar{r} varie peu avec la teneur en cuivre ; les variations observées sont directement fonction de la taille de grains. Lorsque le bobinage a lieu à plus haute température, les auteurs observent une diminution de \bar{r} quand l'acier s'enrichit en cuivre. La figure I.34b montre que, dans ce cas, les variations de taille de grains ne suffisent pas à justifier cette baisse. Aussi, les effets du cuivre dépendent de la température de réchauffage ; pour interpréter ces observations, il faudrait analyser avec précision l'influence du cuivre sur la précipitation des carbures et/ou carbosulfures de titane, précipités qui peuvent modifier l'anisotropie comme nous l'avons vu au paragraphe 2.3.4.4.

3.5. Conclusion :

Dans les aciers à teneur en cuivre supérieure à 1,3%, le cuivre en solution solide défavorise la formation de la fibre γ au cours de la recristallisation. Lorsque le cuivre est à l'état précipité avant que la recristallisation ait lieu, les effets sur la texture de recristallisation sont fonction de la taille moyenne

et de la fraction volumique des précipités ; il existe une configuration taille moyenne/densité permettant de minimiser les effets du cuivre. Les études de Duggan et Hutchinson ont montré que l'interaction entre la précipitation et la recristallisation est importante : la texture de recristallisation n'est pas modifiée par rapport à l'acier sans cuivre si la recristallisation précède la précipitation ; la formation de la fibre γ est défavorisée lorsque la précipitation et la recristallisation ont lieu "simultanément". De plus, cette étude a mis en évidence l'importance d'étudier conjointement la cinétique de précipitation et la cinétique de recristallisation.

4. Conclusion partielle :

Dans ce chapitre introductif, nous avons rappelé les mécanismes de restauration/recristallisation des aciers bas carbone, ainsi que les effets des éléments d'alliage (notamment le cuivre) sur les différentes étapes de mise en forme de ces aciers.

Nous avons montré que les cinétiques de recristallisation et les textures finales étaient fortement influencés par les éléments d'alliage et par les conditions de déformation préalables.

Dans la suite de notre travail, nous avons donc porté notre attention sur la caractérisation de la cinétique de recristallisation et celle de l'évolution de l'état de précipitation.

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. Elaboration et mise en forme du matériau.

1.1. Elaboration du matériau :

L'élaboration et la mise en forme du matériau de départ (coulée et laminages) ont été assurées par l'IRSID et le LEDEPP. Le matériau de base est un acier sans interstitiels (« Interstitial Free », IF) microallié au titane et additionné de cuivre ; ainsi, trois aciers à différentes teneurs en cuivre ont été élaborés :

- 0% : cette nuance constitue l'état de référence de l'étude
- 0,3% : cela représente la teneur en cuivre maximale attendue dans les aciers réalisés par la filière électrique
- 1% : cette valeur volontairement élevée a pour but d'exacerber les effets du cuivre

Des lingots de 30 kg ont été élaborés dans le four à induction de l'IRSID. La composition chimique est présentée pour chaque coulée dans le tableau II.1.

Coulée	C	Ti	Mn	P	S	N	Al	Si	Cu
0%	2,1	67	95	6.5	8	2,5	21	8	4
0,3%	2,5	65	98	7	8	2,1	12	6	298
1%	2,4	65	101	7	5	2,0	14	5	970

Tableau II.1 : Analyse chimique (en $10^{-3}\%$ massique) des différentes nuances élaborées.

1.2. Mise en forme du matériau :

Le cycle thermique de mise en forme est schématisé figure II.1.

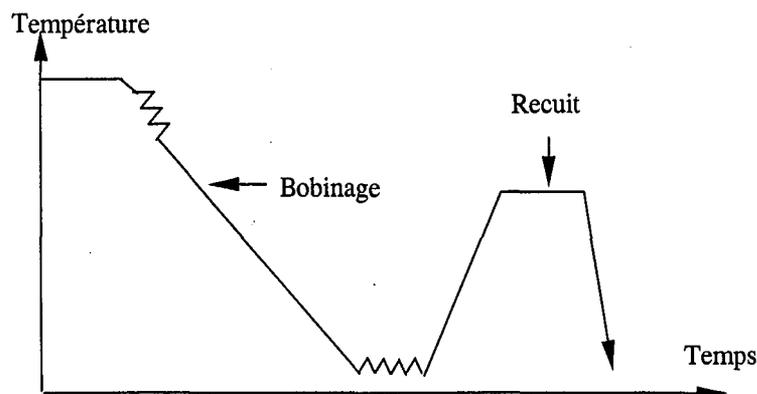


Figure II.1 : Schématisation du processus de mise en forme.

Après réchauffage d'une heure à 1250°C dans un four à gaz, les lopins ont été laminés à chaud en phase austénitique : l'épaisseur a été ramenée à 4 mm en 5 passes. L'étape de bobinage, qui a lieu à faible vitesse de refroidissement depuis la température de début de bobinage, a été simulée en four. La vitesse de refroidissement utilisée est de 30°C.h⁻¹ ; deux conditions différentes de refroidissement ont été appliquées, correspondant à deux températures de bobinage :

- Bobinage « Haute température » : les tôles ont été enfournées dans un four à 730°C, température généralement appliquée dans les conditions industrielles.
- Bobinage « Basse température » : la température initiale du four est de 600°C.

Enfin, après retour à la température ambiante, les tôles ont été laminées à froid avec une réduction d'épaisseur de 75%.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à l'évolution de la recristallisation au cours du recuit ; afin de s'approcher des conditions industrielles, deux types de recuit ont été effectués :

- Un "recuit continu" : la vitesse de chauffage est de 10°C.s⁻¹ jusqu'à 800°C, température à laquelle on effectue un maintien de 40 s suivi d'une trempe à l'air comprimé.
- Un "recuit base" : le chauffage est lent (10°C.h⁻¹) et le maintien s'effectue à 700°C pendant 10 heures ; le recuit est interrompu par trempe à l'air comprimé jusqu'à la température ambiante.

Pour réaliser ces essais, des échantillons de forme parallépipédique et de dimension 10*25*e mm³ (e étant l'épaisseur de la tôle) ont été prélevés selon la direction de laminage.

2. Simulation du recuit :

Les différents traitements thermiques (recuit continu et recuit base) ont été réalisés sur un dilatomètre utilisé comme simulateur de recuit et piloté par ordinateur. Le chauffage est assuré par un four à lampes ; le contrôle de la température se fait par l'intermédiaire d'un thermocouple soudé au centre de l'échantillon. Nous avons préalablement vérifié que la température est homogène au cours du chauffage et du maintien en tout point de l'éprouvette : un écart maximum de 3°C a été mesuré entre la partie haute et la partie basse de l'éprouvette distantes de 15 mm. Afin de caractériser l'évolution de la recristallisation au cours du traitement thermique, les essais ont été interrompus par trempe au gaz au cours de la montée en température ou du maintien ; cela permet d'obtenir différents états structuraux afin d'en étudier leur évolution.

3. Caractérisation de la cinétique de recristallisation :

3.1. Macroducté :

La mesure de dureté Vickers (H_v) est une méthode de suivi de la recristallisation facile à mettre en œuvre. Nous l'avons effectué sous une charge de 1 ou 5 kg avec un temps d'indentation de 10 secondes, et directement à la surface de l'échantillon. Cinq mesures ont été réalisées par échantillon.

En appliquant une loi des mélanges, on peut alors obtenir une première estimation de la fraction recristallisée ; la restauration correspond à une diminution de H_v , et la recristallisation à une forte chute de H_v , la fraction recristallisée est donnée par :

$$X_v = \frac{Hv_{\text{restauré}} - Hv_{\text{mesuré}}}{Hv_{\text{restauré}} - Hv_{\text{recristallisé}}} \quad (\text{Eq. II.1})$$

où $Hv_{\text{restauré}}$ est mesurée sur un échantillon restauré et $Hv_{\text{recristallisé}}$ est la dureté d'un échantillon totalement recristallisé.

3.2. Microscopie optique :

Les observations en microscopie optique nécessitent une attaque chimique afin de révéler les joints de grains. Le protocole expérimental utilisé est le suivant : les échantillons sont polis mécaniquement sur du papier aux carbures de silicium (de granulométrie 180 à 1200), puis sur solution diamantée de 6 à 1 μm . Après un polissage chimique au réactif DINO modifié (dont la composition chimique est détaillée ci-dessous), une attaque chimique dans une solution à 10% d'hydrogénosulfite de sodium est réalisée.

Composition du réactif DINO modifié :

- H_2O_2 : 100 ml
- H_2O : 140 ml
- $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4, \text{H}_2\text{O}$: 4g
- HF : 8 ml
- H_2SO_4 : 2 ml

Bien que l'hydrogénosulfite de sodium soit l'un des meilleurs réactifs d'attaque pour les aciers IF, les joints de grains sont difficilement révélés : cela est dû à la faible teneur en éléments d'alliage et à l'absence de carbone en solution solide, qui les rendent peu sensibles aux attaques chimiques. Aussi, dans la plupart des cas, pour la caractérisation des microstructures, nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage (MEB).

3.3. Microscopie électronique :

3.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) : contraste cristallographique

Toutes les observations en MEB ont été réalisées dans le plan (DL, DT) de la tôle, à mi-épaisseur. Deux appareillages ont été utilisés : d'une part, un MEB JEOL JSM 6400 situé à l'IRSID et, d'autre part, un MEB PHILIPS XL30S situé au LSG2M.

3.3.1.1. Préparation des échantillons :

Le polissage mécanique est le même que celui décrit précédemment. Puis un polissage électrolytique permet de supprimer l'écaillage superficiel introduit : les échantillons sont polis électrolytiquement à l'aide d'une polisseuse ELECTROMET 4, sous une tension de 12 Volts pendant 20 minutes. Le bain utilisé est un mélange d'éthylène butylglycol et d'acide perchlorique dans les proportions 90/10, et refroidi à 2°C.

3.3.1.2. Observation au MEB et analyse d'images :

Les observations sont faites en électrons rétrodiffusés ; on peut ainsi distinguer les zones recristallisées des zones écrouies. En effet, les zones déformées présentent un fort gradient de contraste lié à la distorsion du réseau, alors que les zones recristallisées ont, au contraire, un contraste uniforme.

Les images ainsi formées sont stockées, puis analysées. Sur chaque échantillon, dix plages sont étudiées de manière à obtenir une représentation statistique de la microstructure. Le logiciel de traitement d'images utilisé est celui de l'IRSID ; les images obtenues ne permettent pas une analyse automatique par simple seuillage : une intervention manuelle est nécessaire pour accéder aux données.

L'étude des microstructures est réalisée par la méthode des intercepts linéaires ; une quantification linéique est effectuée sur chaque plage, le long de 7 lignes horizontales et 7 lignes verticales placées sur un quadrillage régulier. Il est nécessaire d'indiquer les limites des zones écrouies pour chaque ligne analysée. Le pourcentage linéique de recristallisation est alors déterminé dans le sens vertical et le sens horizontal, ce qui permet d'avoir accès à une fraction recristallisée moyenne par champ. On assimile alors fraction recristallisée linéique et fraction recristallisée volumique.

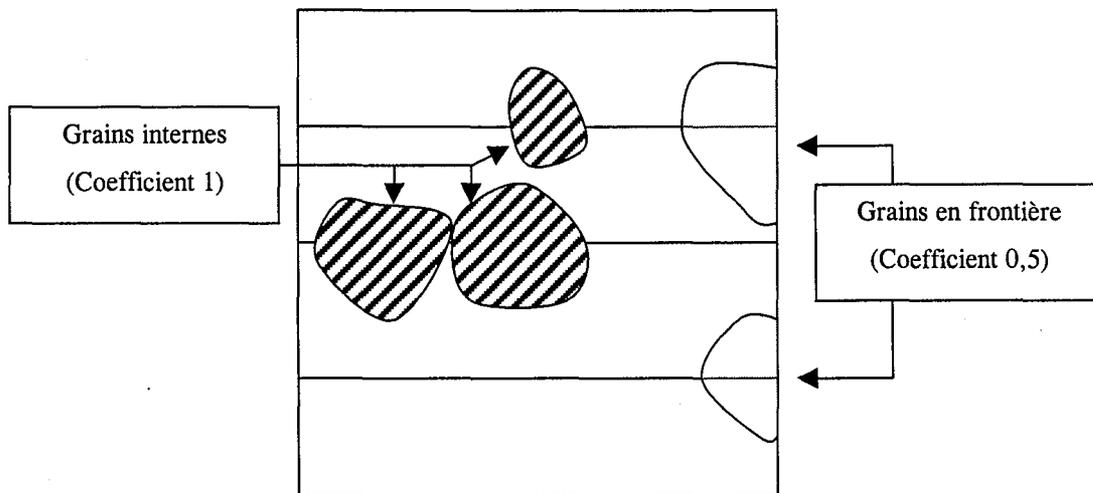


Figure II.2 : Principe de l'analyse quantitative.

La deuxième partie de l'analyse se fait uniquement sur les zones recristallisées interceptées : à l'intérieur de celles-ci, on délimite manuellement les joints de grains. Le logiciel détermine alors le nombre d'intercepts ainsi marqués que l'on assimile à la taille de grains. Les données de sortie, schématisées en figure II.2, sont :

- Le nombre de grains recristallisés interceptés ne touchant pas le masque d'analyse (grains hachurés)
- Le nombre de grains recristallisés interceptés situés en frontière de la plage étudiée (grains blancs)
- La taille des grains interceptés.

Cela permet de calculer :

- à partir des grains inclus dans le champ d'analyse, la taille de grains moyenne, ainsi que la distribution de tailles ; on peut ainsi approcher l'influence du cuivre sur la cinétique de croissance.
- pour l'ensemble des grains interceptés, la densité linéique de grains recristallisés. Pour le calcul de ce dernier paramètre, nous avons choisi la convention suivante :
 - ◆ Les grains internes (N_i) sont affectés d'un coefficient 1
 - ◆ Les grains situés en frontière (N_e) sont comptabilisés pour 0.5

On calcule alors la densité linéique moyenne le long des 7 intercepts verticaux et des 7 intercepts horizontaux, et ce, pour les dix champs analysés, ce qui donne la formule :

$$d = \frac{N_i + \frac{1}{2}N_e}{14 * 10 * L} \quad (\text{Eq. II.2})$$

où L est la longueur d'un intercept.

d représente donc le nombre total de grains recristallisés par unité de longueur d'intercept.

3.3.2. Microscopie électronique à transmission :

La microscopie électronique à transmission a été utilisée pour la caractérisation de l'état structural du cuivre et la caractérisation des structures de déformation (cellules).

L'appareillage utilisé est un MET PHILIPS CM20. Les analyses ont été faites en partie à l'IRSID et en partie à l'Ecole des Mines. La tension de travail est 200kV.

3.3.2.1. Préparation des échantillons :

Dans le cas de lames minces prélevées dans le plan de la tôle, les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 80 μm ; des pastilles de 3 mm de diamètre sont alors découpées à l'emporte-pièces, puis repolies jusqu'à une cinquantaine de microns. Un trou est alors percé à l'aide d'une TENUPO 4, sous une tension de 80 Volts ; le bain utilisé est un mélange à 95% d'acide acétique et 5% d'acide perchlorique refroidi à une température de 15°C.

Pour l'observation des structures de déformation, il est préférable de se placer dans le plan (DN, DL) de manière à avoir un meilleur contraste des parois des cellules ; l'épaisseur initiale de la tôle n'étant que de 0,8 mm, il est nécessaire de réaliser un dépôt préalable de nickel sur la tranche de l'échantillon.

3.3.2.2. Analyse EDX :

L'interaction du faisceau d'électrons avec les atomes de l'échantillon transmet des informations analytiques par émission de rayons X. L'énergie du rayonnement émis varie en fonction de la nature de l'atome émettant ; le tableau ci-dessous donne les valeurs d'énergie des différents éléments chimiques rencontrés dans cette étude :

Elément	Raie	Fe	Cu	Ti	S	C	N
Energie (eV)	K α	6,398	8,038	4,509	2,307	0,266	0,381
	K β	7,107	8,993	4,953	2,474	0,282	0,394
	L	0,707	0,929	0,450	0,165		

Tableau II.2 : Energie des rayons X émis par différents éléments chimiques.

Un spectromètre de dispersion d'énergie placé dans la colonne permet de collecter les rayons X émis par le volume étudié. Dans le cas de lames minces, l'analyse porte sur toute l'épaisseur de la lame ; si le précipité étudié est plus petit que celle-ci (cf. figure II.3), alors le signal émis est la somme des contributions du précipité et de la matrice.

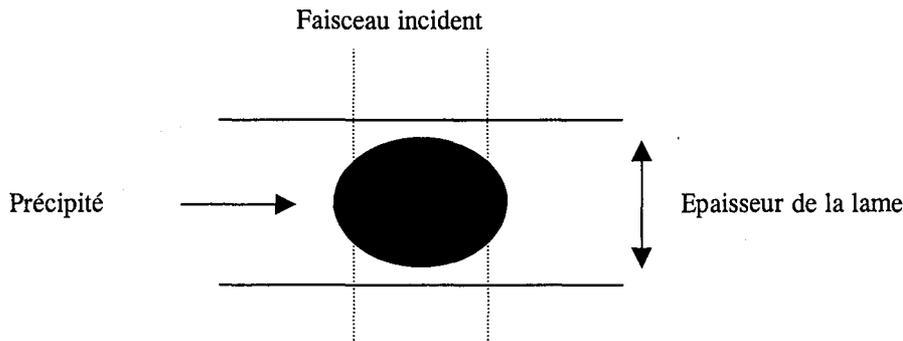


Figure II.3 : Représentation de la zone analysée en EDX.

Pour estimer les éléments chimiques présents dans le précipité, il est donc nécessaire de réaliser un spectre EDX sur le précipité et un spectre sur la matrice uniquement de manière à pouvoir les comparer.

4. Caractérisation de la texture :

La diffraction de rayons X permet de mesurer la texture globale du matériau, c'est-à-dire l'orientation moyenne de tous les grains. Afin de déterminer le mécanisme de formation de la texture au cours de la recristallisation, il est nécessaire de pouvoir isoler les grains recristallisés. Cela nécessite une mesure locale de la texture, grain par grain. La technique utilisée est la diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD). Dans ce paragraphe, nous présentons successivement ces deux méthodes. Nous décrivons tout d'abord la représentation des textures.

4.1. Représentation des textures :

La texture représente la répartition des orientations cristallines des grains par rapport à un trièdre de référence ; dans le cas des tôles minces, on utilise le repère macroscopique défini par la direction de laminage (DL), la direction transverse (DT) et la direction normale (DN) au plan de la tôle. Pour définir les orientations cristallographiques des grains, deux types de notation sont utilisés : les indices de Miller et les angles d'Euler.

4.1.1. Indices de Miller :

Dans ce cas, un cristallite est repéré par le plan cristallographique $\{hkl\}$ parallèle au plan de la tôle et par la direction $\langle uvw \rangle$ parallèle à la direction de laminage. Ainsi, la notation $\{hkl\}\langle uvw \rangle$

désigne l'ensemble des orientations telles qu'un plan de type $\{hkl\}$ est parallèle au plan de la tôle et une direction de type $\langle uvw \rangle$ est parallèle à la direction de laminage.

4.1.2. Angles d'Euler :

Par ce mode de notation des orientations, l'orientation du cristal est représentée par un triplet d'angles (ϕ_1, Φ, ϕ_2) qui définissent les angles de la rotation Ω qui amène le repère de référence (OXYZ) lié au grain en coïncidence avec le repère (Oxyz) lié à l'échantillon. Elle se décompose en un produit de trois rotations indépendantes (cf. figure II.4) :

- Une rotation d'angle ϕ_1 autour de l'axe (OZ)
- Une rotation d'angle Φ autour de l'axe (Ox₁)
- Une rotation d'angle ϕ_2 autour de l'axe (Oz₂), confondu avec l'axe (OZ).

Dans le cas des aciers bas carbone, la texture de laminage à froid ou de recristallisation peut être essentiellement décrite par deux fibres :

- La fibre α ou fibre $\langle 110 \rangle$: elle représente l'ensemble des grains ayant une direction de type $\langle 110 \rangle$ parallèle à la direction de laminage
- La fibre γ ou fibre $\{111\}$: elle regroupe les orientations de type $\{111\}\langle uvw \rangle$, c'est-à-dire l'ensemble des grains ayant un plan de type $\{111\}$ parallèle au plan de la tôle.

Ces deux fibres sont représentées dans l'espace d'Euler par un segment de droite (figure II.5) défini par :

- $\phi_1 = 0^\circ, \phi_2 = 45^\circ$ pour la fibre α
- $\Phi = 55^\circ$ et $\phi_2 = 45^\circ$ pour la fibre γ .

Aussi, la coupe dans l'espace d'Euler défini par $\phi_2 = 45^\circ$ permet de visualiser simultanément la répartition des orientations le long de ces deux fibres.

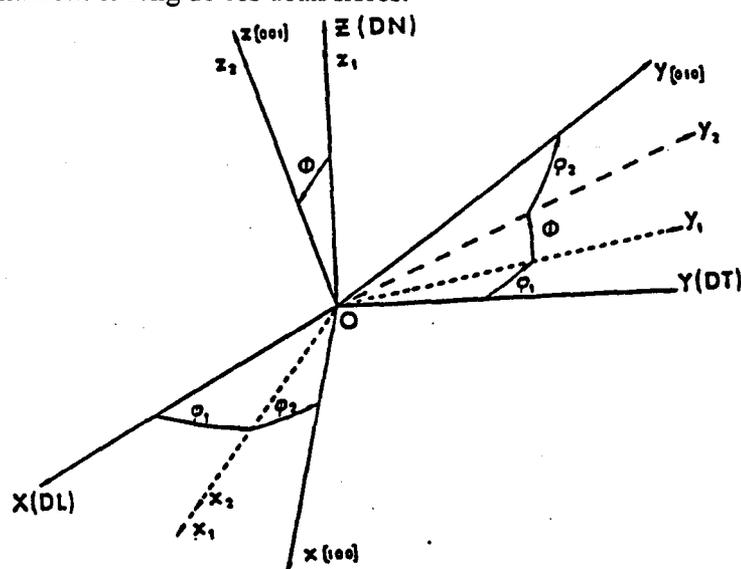


Figure II.4 : Définition des angles d'Euler [PAR 86a].

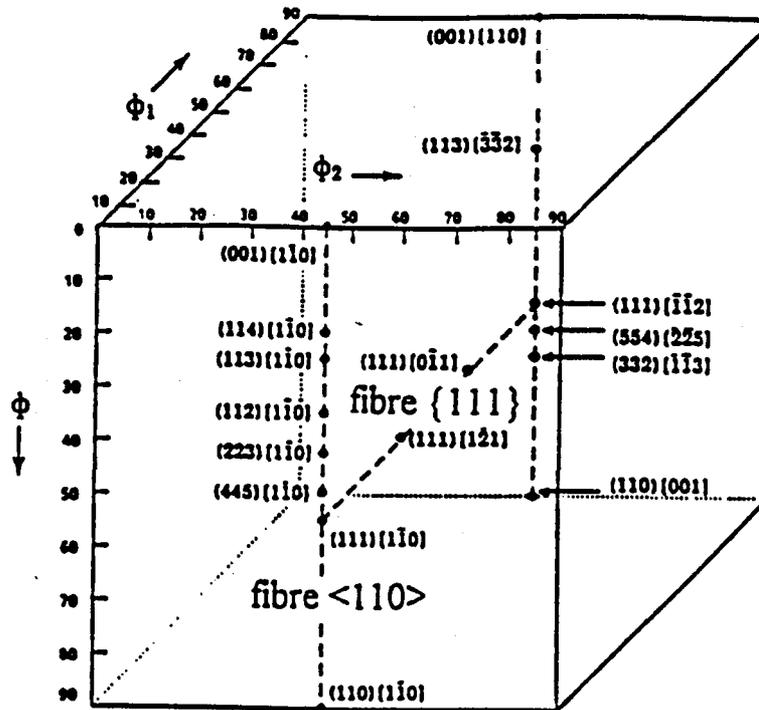


Figure II. 5 : Représentation des fibres α et γ dans l'espace d'Euler [TOT 90].

4.2. Texture globale : diffraction de rayons X.

4.2.1. Principe de la technique :

Nous avons mesuré la texture cristallographique globale par diffraction des rayons X. Pour un angle de diffraction donné, l'intensité diffractée est proportionnelle à la fraction volumique de cristallites en position de diffraction, i.e. en position de Bragg.

Le dispositif (cf. figure II.6). est basé sur la méthode en réflexion de Schulz.

L'échantillon est placé sur un goniomètre qui peut lui faire subir deux rotations indépendantes : une rotation polaire d'angle χ et une rotation azimutale d'angle α . Cela permet d'amener les différents plans cristallographiques $\{hkl\}$ en condition de diffraction ; pour chaque position, l'intensité diffractée est proportionnelle à l'intensité incidente et au volume de cristallites diffractants.

Les figures de pôles sont obtenues par projection stéréographique sur un plan donné (en général, le plan (DL, DT, DN)) de la normale (hkl) des plans diffractants [COU 75]. Elles se présentent généralement comme des courbes d'isodensité de pôles.

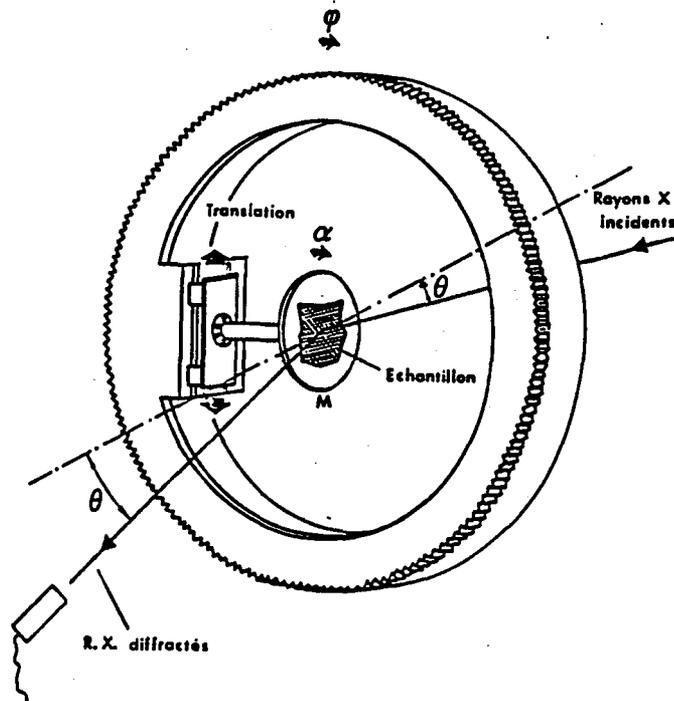


Figure II.6 : Goniomètre de texture [PAR 86b]

4.2.2. Corrections du signal :

Afin de pouvoir comparer à d'autres données, le signal expérimental doit être corrigé des erreurs liées au dispositif et aux conditions de réglage.

4.2.2.1. Correction de la défocalisation :

Lorsque l'inclinaison de l'échantillon par rapport au faisceau incident augmente, il se produit un élargissement du faisceau réfléchi qui peut se trouver en partie intercepté par les fentes du compteur. L'intensité mesurée est alors plus faible. On applique donc un facteur de correction à l'intensité diffractée qui est fonction de l'angle d'inclinaison. Il est calculé à partir d'une mesure réalisée sur un échantillon sans texture. Cependant, au-delà d'une certaine valeur de χ , l'intensité devient trop faible pour être corrigée (elle est nulle lorsque $\chi=90^\circ$, c'est-à-dire que le plan de l'échantillon est parallèle au faisceau). La méthode de Schulz ne permet donc pas une détermination expérimentale complète de la figure de pôles.

4.2.2.2. Correction du bruit de fond :

Le bruit de fond est dû au bruit d'origine électronique et de divers rayonnements parasites (comme le rayonnement issu de la source de rayons X, le rayonnement des raies caractéristiques insuffisamment filtré) éliminés par le filtrage ou diffusés par les fentes de collimation du faisceau. Il

est déterminé en se plaçant en dehors des conditions de Bragg et en effectuant un balayage en ϕ ; il est alors soustrait à l'intensité mesurée.

4.2.2.3. Normalisation :

La normalisation consiste à multiplier toutes les intensités expérimentales par un facteur de normalisation N de telle sorte que la somme des intensités sur la sphère des pôles soit égale à celle d'un échantillon sans texture (dans notre cas, de la poudre de fer). Comme nous l'avons vu précédemment, les figures de pôles expérimentales sont incomplètes ; par conséquent, on effectue une « pseudo-normalisation » en intégrant l'intensité diffractée sur le domaine de χ considéré.

4.2.3. Calcul de la FDO (Fonction de Distribution d'Orientations) :

La figure de pôles ne décrit pas complètement la texture d'un matériau : en effet, elle représente uniquement la répartition des familles de plans $\{hkl\}$ par rapport à la direction considérée. Pour représenter les orientations $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, on utilise la fonction de distribution d'orientations [RAN 92] ; elle représente la fraction volumique de cristallites ayant l'orientation $g = (\phi_1, \Phi, \phi_2)$ à dg près et est définie par : $F(g).dg = \frac{dV}{V}$.

Le calcul de la FDO est réalisé à partir de trois figures de pôles : $\{200\}$, $\{110\}$ et $\{112\}$; le logiciel Brüker, installé au LSG2M, utilise la méthode harmonique développée par Bunge, avec un développement à l'ordre $l=22$, ainsi qu'un calcul des parties paire et impaire, et une procédure pour assurer la positivité de la FDO. Les résultats sont présentés sous forme de courbes d'isodensité représentant des coupes dans l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$.

4.2.4. Conditions expérimentales :

Les échantillons pouvant présenter un gradient de texture dans l'épaisseur, nous avons effectué nos mesures à mi-épaisseur de la tôle. Après polissage, les échantillons sont polis chimiquement dans un mélange 95% H_2O_2 -5% HF afin d'éliminer l'écrouissage superficiel introduit par le polissage mécanique. La mesure des figures de pôles a été réalisée au LSG2M sur un goniomètre à 4 cercles, avec un rayonnement $Co K\alpha$ et une tension d'accélération de 37 kV. Le déplacement angulaire se fait par pas de 3° pour l'angle azimutal ϕ et pour l'angle d'inclinaison χ jusqu'à une inclinaison maximale de 78° . Pour le calcul de la FDO, on se limite aux orientations allant jusqu'à une inclinaison de 72° .

4.3. Texture locale : diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD).

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (ou EBSD : Electron Back-Scattered Diffraction) permet de déterminer l'orientation locale des grains avec une résolution spatiale de l'ordre du micron.

4.3.1. Dispositif expérimental :

Les mesures ont été réalisées à l'IRSID, sur un MEB JEOL JSM 6400. L'échantillon est incliné à 70° sous le faisceau (cf. figure II.7) afin de limiter la quantité d'électrons absorbés ; la tension de travail est de 20kV. Le cliché de diffraction se forme sur l'écran de phosphore et est enregistré par une caméra à bas niveau de lumière. Après amplification et traitement d'image (correction du bruit de fond, par exemple), le diagramme peut être analysé.

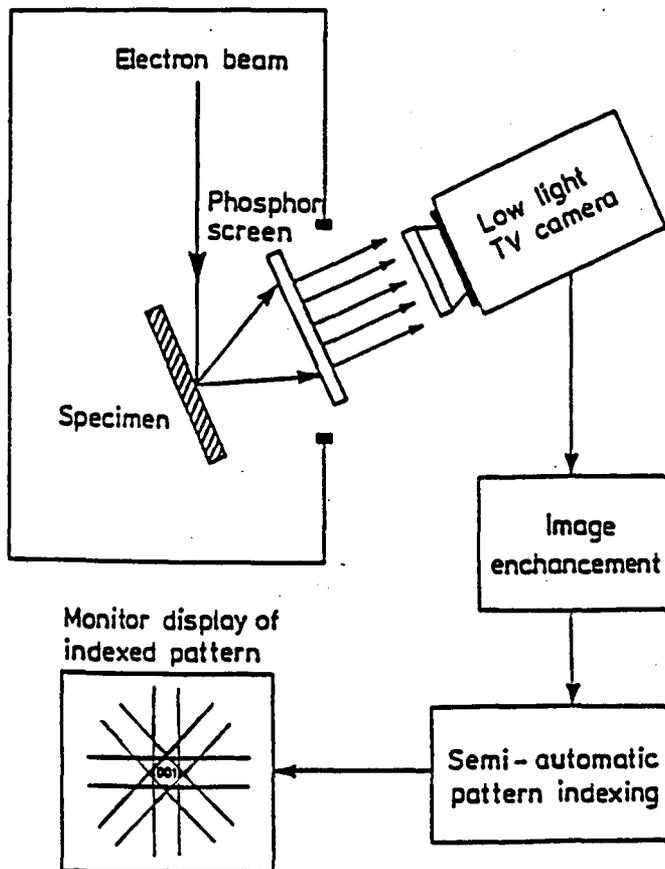


Figure II.7 : Dispositif expérimental utilisé en EBSD [SCH 91].

4.3.2. Principe de la technique :

Les électrons, produits dans le MEB, sont focalisés sur l'échantillon. Le principe de formation de la figure de diffraction est analogue à celui des figures de Kikuchi obtenues en microscopie électronique à transmission [RAN 92] : en contact avec le matériau, les électrons sont d'abord diffusés de façon inélastique sur un large domaine angulaire, comme s'ils divergeaient à partir d'une source ponctuelle située à proximité de la surface de l'échantillon. Les électrons sont alors diffractés par les plans cristallins en position de Bragg selon deux cônes de diffraction (chaque couple de cônes correspondant à une famille de plans) dont l'intersection avec une surface plane est une paire de lignes

parallèles ou bandes de Kikuchi. Connaissant la structure du matériau, la mesure des angles entre les bandes du cliché permet de déterminer l'orientation du grain analysé.

De plus, la qualité du diagramme dépend de l'état d'écroutissage du matériau, comme le montre la figure II.8 ; moins il est déformé, plus le diagramme est net.

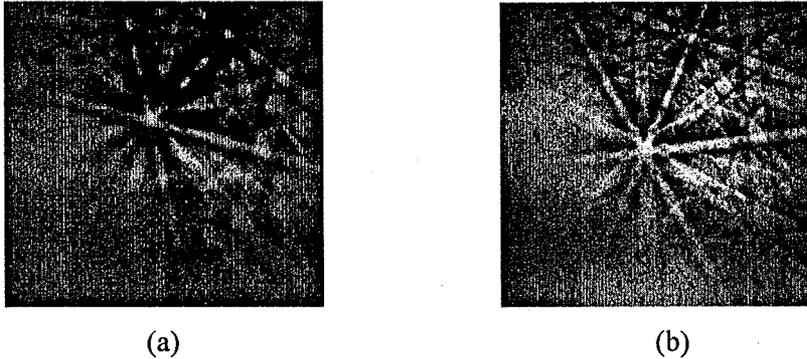


Figure II.8 : Diagrammes de Kikuchi d'un grain restauré (a) et d'un grain recristallisé (b)

4.3.3. Traitement des données :

L'indexation des clichés a été réalisée de façon automatique, avec le logiciel HKL installé à l'IRSID et qui utilise la méthode de la transformée de Hough.

Outre l'orientation cristallographique de la zone analysée, le logiciel mesure deux autres paramètres relatifs à la qualité du diagramme de diffraction :

- Le « Band Contrast » (BC) : il représente le contraste moyen entre le centre de la bande et le bruit de fond
- Le « Band Slope » (BS) : cette mesure est caractéristique de la netteté du bord des bandes.

Ainsi, une valeur de BC ou BS élevée correspond à une zone restaurée ou recristallisée, et une valeur de BC ou BS faible à une zone écroutie.

En balayant régulièrement la surface de l'échantillon, on peut ainsi obtenir une cartographie des orientations en différentes zones de l'échantillon dont un exemple est présenté figure II.9. Il est alors possible d'isoler les grains recristallisés en sélectionnant les grains ayant une valeur de BS élevée, ou en les pointant manuellement sur la cartographie ; cela permet d'obtenir uniquement l'orientation des zones recristallisées.

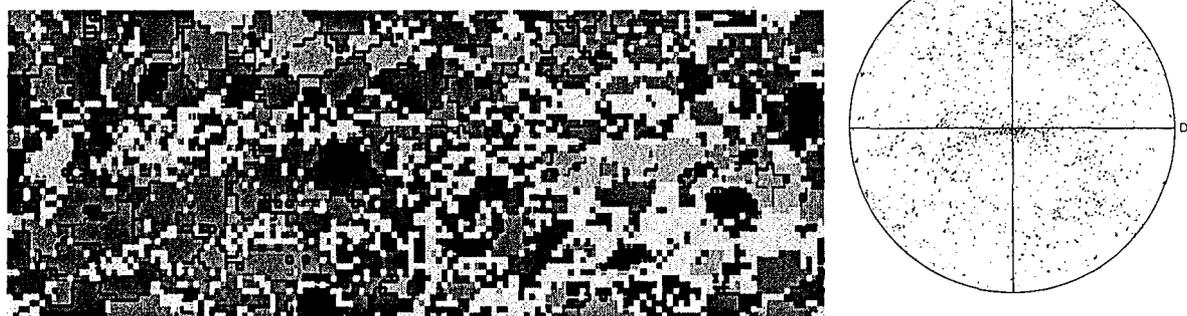


Figure II.9 : Cartographie et figure de pôles {200} associée d'un acier IF à 1% de cuivre, partiellement recristallisé ($X_v \approx 50\%$)

4.3.4. Calcul de la FDO :

La FDO est calculée avec la méthode de superposition des gaussiennes dont la largeur à mi-hauteur est de 5° ; une fois symétrisée, elle est développée en fonctions harmoniques sphériques d'ordre $l=22$. D'après Kiaei [KIA 96], il faut analyser 600 indexations pour obtenir une bonne représentation statistique de l'orientation des premiers grains recristallisés. L'acquisition des orientations en balayage régulier à la surface de l'échantillon permet d'obtenir une texture de même type que celle déterminée par rayons X, c'est à dire une FDO en volume, tandis qu'un pointé par grains conduit à une FDO en nombre. Dans notre étude, nous avons tracé des FDO en volume.

5. Caractérisation de la précipitation :

Les observations en MET ont permis une analyse qualitative de l'état de précipitation. L'analyse quantitative a nécessité l'utilisation d'autres techniques : d'une part, la diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) donne accès à la distribution de précipités (en terme de taille moyenne et de fraction volumique) ; d'autre part, la sonde atomique tomographique fournit des informations sur la composition chimique des précipités.

5.1. Diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA).

La diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) a été utilisée pour caractériser les distributions de précipités au cuivre, et leur évolution au cours des différents traitements thermiques. Dans les différentes nuances IF que nous avons étudiées, il existe également d'autres précipités (propres aux aciers IF) qui contribuent au signal de DNPA ; afin d'éliminer leur contribution, nous avons utilisé l'acier IF-Ti sans cuivre comme référence. Dans ce paragraphe, nous présentons brièvement la méthode expérimentale, ainsi que le traitement des données.

5.1.1. Préparation des échantillons :

La mesure en DNPA est réalisée en transmission ; par conséquent, l'épaisseur de l'échantillon doit être faible (inférieure à 0,7 mm) et les deux faces, parallèles. La géométrie du porte-échantillon du LLB nécessite de prélever, dans la tôle, des éprouvettes parallélépipédiques de dimension moyenne $10*10*0,7 \text{ mm}^3$.

5.1.2. Principe de la technique :

La DNPA permet une analyse non destructive de la matière et fournit des données quantitatives moyennées sur des volumes de matière de quelques mm^3 . On s'intéresse aux neutrons diffusés de manière quasi-élastique aux petits angles, c'est à dire proche du faisceau direct. L'échantillon est irradié par un faisceau d'intensité I_0 et l'on mesure le nombre de neutrons diffusés par la matière à un angle 2θ sur un élément de surface dS du détecteur. Le schéma suivant résume le principe physique de l'expérience.

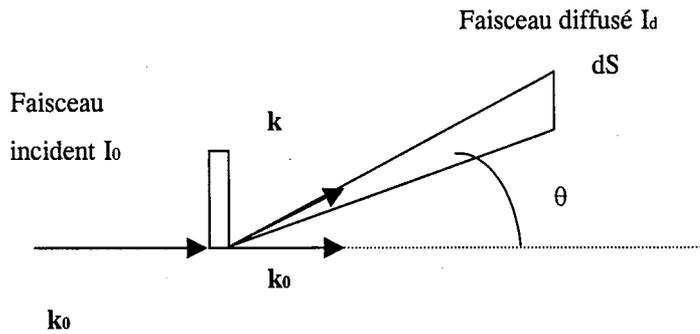


Figure II.10 : Principe de la mesure de diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA).

\vec{k}_0 et \vec{k} sont les vecteurs d'onde respectifs du rayonnement incident et du rayonnement diffusé dont les normes vérifient : $|\vec{k}_0| = |\vec{k}| = 2\pi/\lambda$.

\vec{q} , défini par $\vec{k} - \vec{k}_0$, est le vecteur de diffusion et, par conséquent : $|\vec{q}| = 4\pi \cdot \sin\theta/\lambda$.

La surface dS à la distance r du détecteur détermine un angle solide $d\Omega$; la donnée de sortie généralement utilisée est la variation de section efficace de diffusion différentielle ($\frac{d\Sigma}{d\Omega}$) en fonction du vecteur de diffusion \vec{q} , définie par :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \frac{I_d(\vec{q})}{I_0} r^2 \quad (\text{Eq. II.3})$$

Cette section efficace est égale au carré du module de l'amplitude diffusée $|A(\vec{q})|^2$ par tous les éléments diffusants. Or différentes populations d'espèces peuvent générer un signal DNPA similaire, donc les résultats obtenus sont délicats à interpréter. On ne détaillera pas ici toute la théorie d'analyse

des spectres DNPA mais nous donnerons simplement les relations utilisées pour le dépouillement des spectres et les hypothèses qui s'y rattachent.

5.1.3. Traitement des données :

5.1.3.1. Acquisition du spectre :

La matrice étant magnétique, il est nécessaire de travailler sous champ magnétique saturant ; les domaines magnétiques étant tous alignés, l'interprétation des spectres en est facilitée. On analysera les résultats le long de deux directions privilégiées : dans le sens parallèle au champ, l'intensité diffusée (notée I_{pa}) n'est due qu'à la partie magnétique de l'échantillon (i.e. le fer) ; dans le sens perpendiculaire au champ, l'intensité diffusée (notée I_{pe}) est la somme des deux contributions (magnétique et nucléaire).

Un exemple de spectre de diffusion est présenté en figure II.11. Il représente le nombre de neutrons captés par chaque cellule du détecteur : il est d'autant plus élevé que la couleur est sombre.

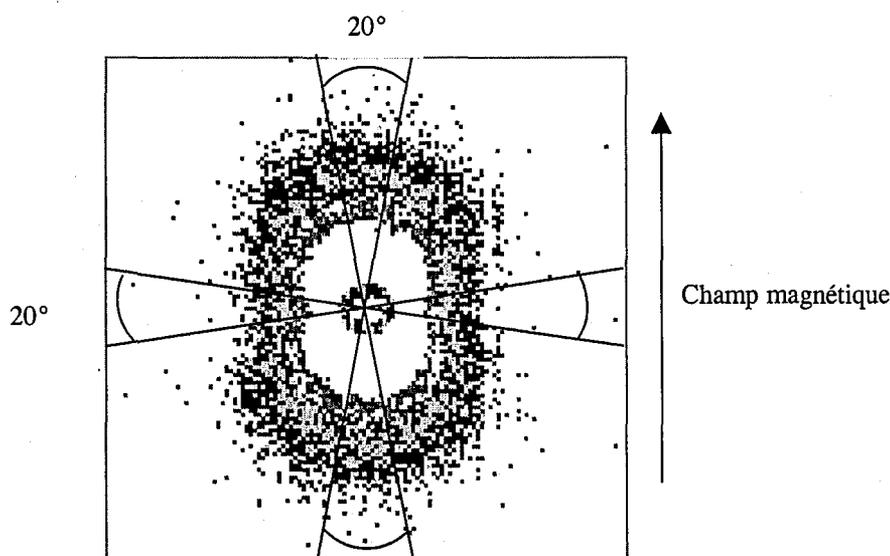


Figure II.11: Spectre « brut » d'acquisition DNPA, obtenu sur un acier IF à 1% de cuivre laminé à chaud

5.1.3.2. Regroupement des cellules

La première étape du traitement des données consiste à regrouper les cellules ; les spectres étant symétriques, les données sont regroupées en fonction de la norme du vecteur de diffusion q sur deux régions distinctes : l'une perpendiculaire au champ, et l'autre parallèle à celui-ci, définies toutes deux par un secteur angulaire de 20° . On obtient ainsi des courbes $I = f(q)$ pour les directions parallèles et perpendiculaires au champ.

5.1.3.3. Correction du signal :

L'intensité diffusée reçue par une cellule est donnée par la relation suivante :

$$I(q) = I_0 \cdot S \cdot \Delta t \cdot T_e \cdot e \cdot \varepsilon(\lambda) \cdot \frac{d\Sigma}{d\Omega}(\bar{q}) = F \cdot e \cdot T_e \cdot \frac{d\Sigma}{d\Omega}(\bar{q}) \quad (\text{Eq. II.4})$$

I_0 étant le flux de neutrons incidents, S la surface irradiée de l'échantillon, Δt le temps de mesure, T_e la transmission de l'échantillon, e l'épaisseur de l'échantillon, $\varepsilon(\lambda)$ l'efficacité d'une cellule et $\frac{d\Sigma}{d\Omega}$ la section efficace de diffusion différentielle du matériau. F est appelé le facteur de normalisation.

Parmi tous ces paramètres à déterminer, seuls l'épaisseur et le temps de mesure du spectre sont connus directement. Tous les autres doivent être mesurés.

5.1.3.3.1. Mesure de la transmission :

La transmission de l'échantillon caractérise l'atténuation du faisceau incident lorsqu'il traverse l'échantillon. Elle est calculée expérimentalement par mesure du faisceau direct ($\vartheta = 0$) avec et sans échantillon et est obtenue par la formule suivante:

$$T_e = I_c(0) / I_{p.e. \text{ vide}}(0) \quad (\text{Eq. II.5})$$

5.1.3.3.2. Normalisation :

La normalisation consiste à calculer le facteur F de manière à tracer tous les spectres sur une échelle absolue de section efficace de diffusion et à pouvoir les comparer.

1. Le terme $I_0 S$ est obtenu en faisant une mesure directe avec le porte-échantillon vide, le faisceau étant atténué pour ne pas endommager le détecteur. Le facteur d'atténuation R est déterminé à l'aide d'un échantillon très diffusant que l'on mesure avec et sans atténuateur ; dans le cas de nos expériences, nous avons utilisé du graphite. On a alors:

$$I_0 \cdot S = R \cdot I_{p.e. \text{ vide}} \quad (\text{Eq. II.6})$$

2. Efficacité des cellules $\varepsilon(\lambda)$:

L'efficacité est déterminée en mesurant la diffusion incohérente d'un échantillon de plexiglas. Après regroupement isotrope, on calcule $\langle I_{\text{plexi}} \rangle$ sur toutes les cellules.

3. L'angle solide d'une cellule est défini par: $\Delta\Omega = s/r^2$, où s est la section d'une cellule et r la distance entre l'échantillon et le détecteur.

Finalement, on calcule $\frac{d\Sigma}{d\Omega}(\bar{q}) = \frac{F}{e \cdot T_e} * I(q)$ que l'on notera I_{pe} et I_{pa} . Les intensités diffusées sont données en barn.cm⁻³; i.e. en cm⁻¹.

5.1.3.3.3. Soustraction du témoin :

Afin de s'affranchir de toutes les contributions autres que celles des précipités au cuivre, nous avons soustrait l'intensité diffusée par un échantillon témoin ; il s'agit d'un échantillon sans cuivre et de microstructure identique à l'échantillon étudié.

5.1.4. Interprétation des spectres après correction :

L'intensité de neutrons diffusée par un ensemble de N_p particules de volume V_p , homogènes en volume et répartis de façon aléatoire est donnée par :

$$\bullet \quad I_{pe} = \sum_{p=1}^{N_p} (\Delta\rho_n^2 + \Delta\rho_m^2) \cdot V_p^2 \cdot F_p^2(\vec{q}) \quad (\text{Eq. II.6})$$

dans le sens perpendiculaire au champ

$$\bullet \quad I_{pa} = \sum_{p=1}^{N_p} \Delta\rho_n^2 \cdot V_p^2 \cdot F_p^2(\vec{q}) \quad (\text{Eq. II.7})$$

dans le sens parallèle au champ.

$F_p(\vec{q})$ désigne le facteur de forme de la particule (défini en annexe A1) et $(\Delta\rho)$, le contraste de

$$\text{diffusion défini par : } \Delta\rho = \frac{b^p}{V_{at}^p} - \frac{b^m}{V_{at}^m} \quad (\text{Eq. II.8})$$

où b^p (ou b^m) est la longueur de diffusion moyenne et v_{at}^p (v_{at}^m) le volume atomique moyen d'une particule (respectivement de la matrice).

b^p est défini par : $b^p = \sum_i f_i b_i$, où i désigne l'ensemble des éléments qui composent le précipité et f_i

leur fraction atomique.

Les équations II.6 et II.7 montrent que, connaissant la forme des particules, on peut déterminer leur taille moyenne. Par contre, le calcul de leur nombre fait intervenir le contraste de diffusion qui est fonction de la composition chimique de la particule diffusante ; aussi, est-il nécessaire de connaître la composition exacte des précipités pour calculer leur fraction volumique.

5.1.4.1. *Calcul de la taille des particules :*

Dans le cas de particules sphériques, la fonction associée au facteur de forme $F_p(q)$ présente un minimum nul dont la position en q est inversement proportionnel à la taille de la particule : cela signifie que des objets de faible (respectivement de grande) taille diffusent aux grands (respectivement aux faibles) angles.

Si l'on note R le rayon de la particule, Guinier [GUI 55] a montré que, pour des valeurs de $q \cdot R < 1,2$, l'intensité diffusée peut s'écrire :

$$I = N_p \cdot V_p^2 \cdot (\Delta\rho)^2 \exp\left(-\frac{q^2 \cdot R_g^2}{3}\right) \quad (\text{Eq. II.9})$$

où V_p est le volume de la particule, R_g son rayon de giration et N_p est la densité d'objets diffusants. Le tracé de $\ln(I) = f(q^2)$ est une droite de pente $R_g^2/3$ et d'ordonnée à l'origine proportionnelle à la densité volumique des particules diffusantes. L'approximation de Guinier est valable pour les précipités de petite taille.

Aux faibles valeurs du vecteur de diffusion q et dans l'hypothèse d'un système dilué (c'est à dire où les particules sont suffisamment éloignées pour ne pas interagir), l'intensité diffusée peut être approchée par la loi de Porod [POR 82] :

$$I_{pe} = \frac{2\pi \cdot (\Delta\rho)^2 \cdot S_t}{q^4} \quad (\text{Eq. II.10})$$

où S_t est la surface totale par unité de volume de l'interface entre la matrice et les précipités.

Ces dépouillements conduisent à des valeurs moyennes. En fait, l'analyse des données de DNPA sont réalisées en considérant non pas une taille de précipités moyenne, mais plutôt une distribution de taille.

5.1.4.2. Cas d'une distribution de taille :

Les équations précédentes font intervenir une seule classe de précipités ; il est plus réaliste de considérer plutôt une distribution de tailles $h(R)$ des particules observées. Dans le cas de particules sphériques, l'extrapolation des équations II.7 et II.8 à une distribution de tailles conduit à l'expression de l'intensité diffusée suivante [MAT 95] :

$$I_{pa} = \Delta\rho_n^2 \cdot \int_0^{\infty} h(R) \cdot V^2(R) \cdot F^2(q, R) dR \quad (\text{Eq. II.11})$$

$$I_{pe} = (\Delta\rho_n^2 + \Delta\rho_m^2) \cdot \int_0^{\infty} h(R) \cdot V^2(R) \cdot F^2(q, R) dR \quad (\text{Eq. II.12})$$

Au vu des autres méthodes de caractérisation de la précipitation, nos résultats ont été analysés en considérant une distribution bimodale des tailles. L'ajustement des courbes a été réalisé avec le programme développé par Mathon [MAT 99] et qui utilise une distribution gaussienne pour chaque classe de taille. Il s'agit donc d'une distribution statistique et les solutions ne sont pas uniques.

5.1.4.3. Analyse de la composition chimique :

De nombreux auteurs [BEA 86, BUS 90 par exemple] obtiennent des renseignements sur la composition chimique des particules diffusantes par calcul du rapport A entre les intensités diffusées dans les deux directions et défini ci-dessous:

$$A = \frac{I_{pe}}{I_{pa}} = 1 + \frac{(\Delta\rho_m)^2}{(\Delta\rho_n)^2} \quad (\text{Eq. II.13})$$

où les indices m et n désignent respectivement les contributions magnétiques et nucléaires.

Les rapports théoriques pour les différents précipités rencontrés dans les aciers IF-Ti ont été calculés en utilisant les paramètres suivants :

- Longueur de diffusion magnétique du fer : $b = 0,598 \cdot 10^{-12}$ cm.
- Longueur de diffusion nucléaire (en 10^{-12} cm) [SEA 92] :
 - ◆ du fer : 0,945
 - ◆ du cuivre : 0,7718
 - ◆ du titane : -0,3438
 - ◆ du carbone : 0,6646
- Paramètre de maille du cuivre (C.C.) : $a = 0,289$ nm [MAU 94], soit un volume atomique de $12,1 \text{ \AA}^3$.
- Volume atomique du fer : $11,77 \text{ \AA}^3$
- Volume atomique de TiC : $17,78 \text{ \AA}^3$
- Volume atomique de $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$: $12,48 \text{ \AA}^3$

Les valeurs ainsi obtenues sont présentées dans le tableau II.3.

Précipité	TiC	$\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$	Cu	Fe/Cu
Rapport A	1,5	1,5	11	9

Tableau II.3 : Rapport A théorique pour différentes espèces diffusantes

Récemment, Mathon [MAT 95] a démontré que le rapport A est fortement dépendant de la composition chimique des particules mais également de la nature de l'interface selon qu'elle présente un caractère diffus ou non. Dans le cas du système fer/cuivre [MAT 95], un rapport A de l'ordre de 7 peut correspondre à un composé mixte fer/cuivre, ou à un précipité constitué d'un cœur de cuivre pur de 1 nm de rayon et d'une interface de 0,5 nm d'épaisseur. Ainsi l'utilisation de ce paramètre comme témoin de la composition chimique est relativement délicate.

5.1.5. Exemple d'application :

La figure II.12 présente la courbe $\ln(I_{pe})=f(\ln(q))$ dans le cas de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud.

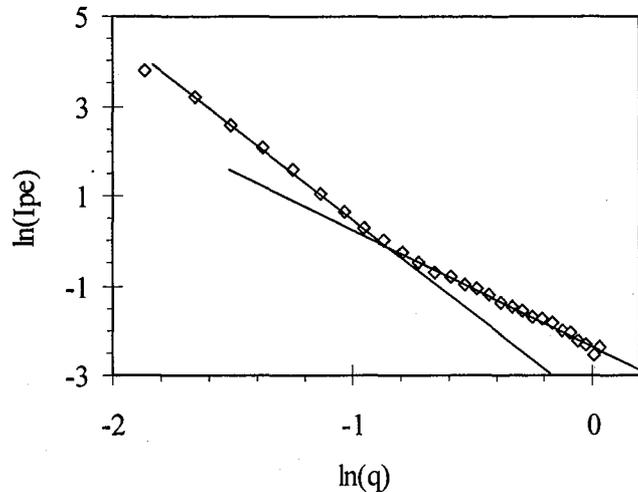


Figure II.12 : Intensité diffusée dans la direction perpendiculaire au champ magnétique par l'acier IF-Ti à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud.

La variation de $\ln(I_{pe})$ en fonction de $\ln(q)$ n'est pas linéaire sur tout le domaine exploré. Deux zones, caractérisées par des pentes différentes, sont visibles. Une pente égale à (-4) correspond à une vérification de la loi de Porod ; l'écart à cette loi pour des valeurs de $\ln(q)$ supérieures à (-1) indique qu'il y a deux populations de précipités : l'une correspondant aux faibles de valeurs de q (c'est à dire à un "grand" rayon de précipités), l'autre au domaine des faibles valeurs de q (i.e. aux petits rayons de précipités).

Comme nous l'avons mentionné au paragraphe 5.1.4, les courbes ont été analysées en considérant une distribution de taille gaussienne, bimodale.

L'ajustement des courbes est réalisée à partir des équations II.11 et II.12. Le facteur de forme considéré est celui d'une sphère. La figure III.13 montre que ces conditions permettent de bien reproduire l'ensemble de la courbe $\ln(I_{pe})=f(q^2)$.

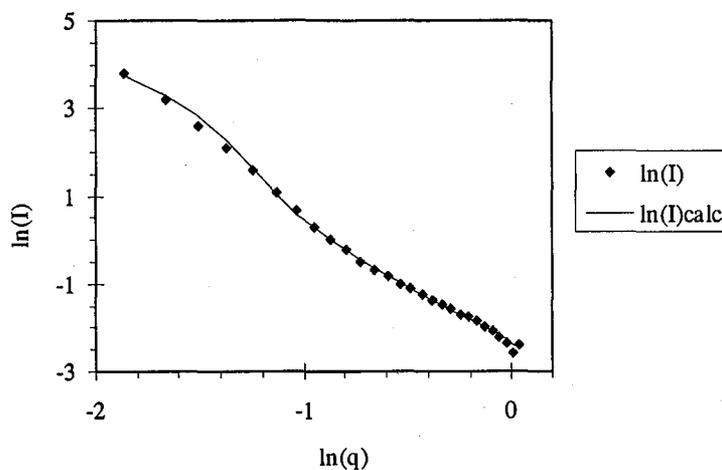


Figure II.13 : Ajustement de l'intensité diffusée dans le sens perpendiculaire au champ magnétique par l'acier IF-Ti à 1% de cuivre, à l'état laminé à chaud.

5.2. Sonde atomique tomographique : SAT.

La sonde atomique tomographique permet d'obtenir une image tri-dimensionnelle de la localisation des différentes espèces chimiques dans le matériau. Les expériences ont eu lieu au laboratoire Groupe de Physique des Matériaux (GPM) à l'université de Rouen.

5.2.1. Echantillons :

La SAT nécessite une préparation minutieuse des échantillons. Pour optimiser les effets du champ électrique appliqué lors de l'expérience (cf. paragraphe suivant), ceux-ci doivent avoir la forme de pointes dont le rayon de courbure est très faible (environ 50 nm). Pour cela, des éprouvettes parallélépipédiques de dimensions moyennes $0,3*0,3*15 \text{ mm}^3$ sont prélevées sur la tôle ; un amincissement électrolytique, réalisé au GPM, leur donne leur configuration finale.

5.2.2. Dispositif expérimental :

L'appareillage est constitué d'un microscope ionique qui permet d'obtenir une image de l'échantillon à l'échelle atomique, associé à un spectromètre à temps de vol.

Dans le microscope ionique, l'échantillon est porté à 50°K. L'application d'un potentiel électrique V à l'éprouvette crée un champ électrique \vec{E} au voisinage de la pointe de rayon de courbure R et dont la norme vaut : $E = \frac{V}{R}$. Typiquement, le potentiel appliqué est compris entre 2 et 20 kV, ce qui conduit à un champ électrique de quelques dizaines de Volts par nanomètre. Sous l'effet du champ électrique intense créé au voisinage de la pointe, les atomes de l'échantillon sont évaporés, puis accélérés vers le détecteur. On visualise alors une image des différents sites d'émission. Le microscope ionique utilisé seul fournit donc uniquement une information sur la localisation des atomes.

La sonde atomique allie le microscope ionique à un spectromètre de temps de vol sensible à une particule. Elle permet ainsi d'identifier la nature des atomes présents dans une zone de l'échantillon. Les atomes de la surface sont évaporés sous forme d'ions n fois chargés en superposant des impulsions haute tension au potentiel appliqué à l'échantillon. Une partie des ions ainsi formés est recueillie par un multi-détecteur à localisation spatiale (cf. figure II.14) : il permet de détecter des impacts multiples (plusieurs atomes sont ionisés par la même impulsion), qu'ils soient simultanés ou non (si les atomes ionisés ne sont pas de même nature). La position de chacune des espèces chimiques est calculée pour chaque couche atomique évaporée. La nature chimique de l'élément est déterminé à partir de son temps de vol de la pointe au détecteur situé à une distance L . L'énergie potentielle électrique initiale de

l'ion n fois chargé est entièrement transformée en énergie cinétique : $neV = \frac{1}{2}mv^2 = \frac{1}{2}m\left(\frac{L}{t}\right)^2$

où e est la charge de l'électron, m et v , la masse et la vitesse de l'ion, V le potentiel appliqué à la pointe et t le temps de vol de l'ion. La mesure du temps de vol permet de calculer le rapport m/n et donc d'identifier la nature chimique de l'espèce ionisée.

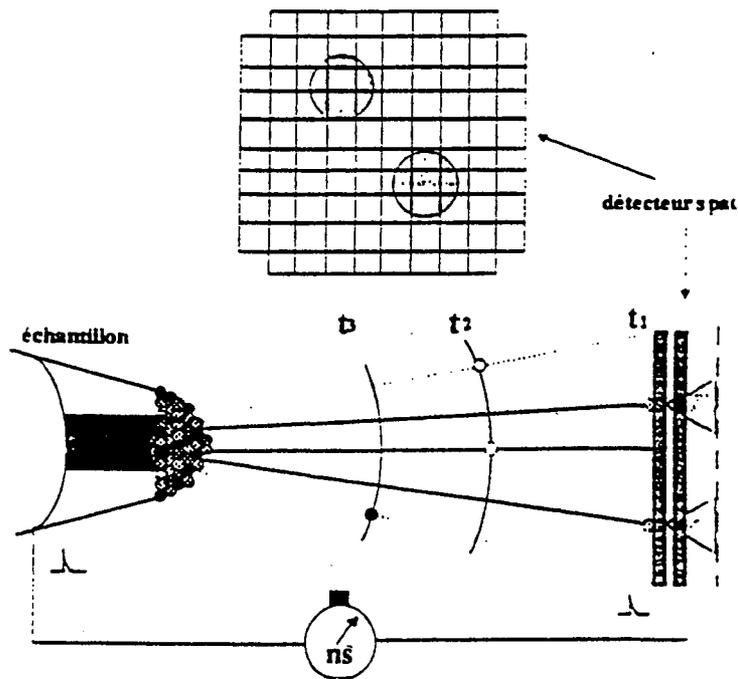


Figure II.14 : Schéma de principe de la sonde atomique tomographique.

En fin d'analyse, l'information récupérée est une image tri-dimensionnelle du matériau précisant la localisation des différentes espèces chimiques.

La profondeur d'analyse de cette technique est d'une centaine de nanomètres. Donc le volume analysé lors de chaque expérience est très faible (inférieur à 10000 nm^3). Aussi, cette technique ne sera utilisable que pour des densités de précipités élevées : la limite de détection est estimée à environ 10^{16} cm^{-3} [MIL 97].

CHAPITRE III : INFLUENCE DU CUIVRE SUR LA RECRISTALLISATION

L'étude bibliographique a montré que l'addition de cuivre est susceptible de modifier le comportement des aciers à bas taux de carbone tout au long du processus de mise en forme : au laminage à chaud, au bobinage, au laminage à froid et enfin, au recuit. C'est ce dernier traitement qui est prédominant pour le contrôle de l'emboutissabilité ; c'est au cours de cette étape que se forme la texture de recristallisation qui confère à l'acier ses propriétés mécaniques. Comme il est essentiel de connaître l'influence des conditions de traitement thermique sur les variations de l'anisotropie des propriétés mécaniques, nous nous sommes intéressés à la recristallisation au cours de différents types de recuit : le recuit base et le recuit continu. Pour chaque traitement, nous avons étudié la cinétique de recristallisation et la formation de la texture et ce, pour chaque nuance en cuivre.

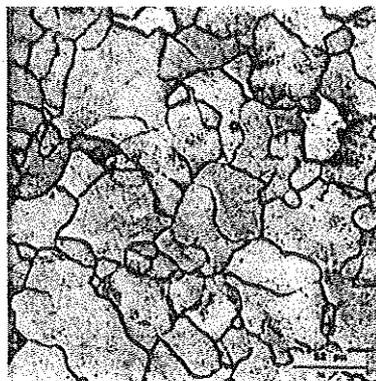
Aussi, dans ce chapitre, après avoir présenté la microstructure à l'état initial (état laminé à chaud) et ses évolutions au cours de la mise en forme à froid, nous exposerons les résultats concernant les effets du cuivre sur la recristallisation.

1. Etat laminé à chaud et bobiné :

1.1. Microstructure et texture :

Les premières caractérisations ont été faites sur les tôles à chaud, c'est à dire à l'issue du laminage à chaud et du bobinage : il s'agit d'une caractérisation de la microstructure et de la texture par diffraction X.

Les conditions de laminage à chaud sont telles que la recristallisation de l'austénite se produit avant sa transformation en ferrite ; ainsi, pour les trois nuances en cuivre, la microstructure des tôles à chaud est constituée de grains ferritiques équiaxes, non déformés dont un exemple est donné en figure III.1.



50 μm

Figure III.1 : Microstructure de l'acier à 1% de cuivre après laminage à chaud.

Les distributions de taille de grains ont été mesurées par la méthode des intercepts linéaires pour les trois nuances étudiées dans le plan de laminage. La figure III.2 présente l'histogramme de tailles en fonction de la teneur en cuivre, et les tailles moyennes obtenues.

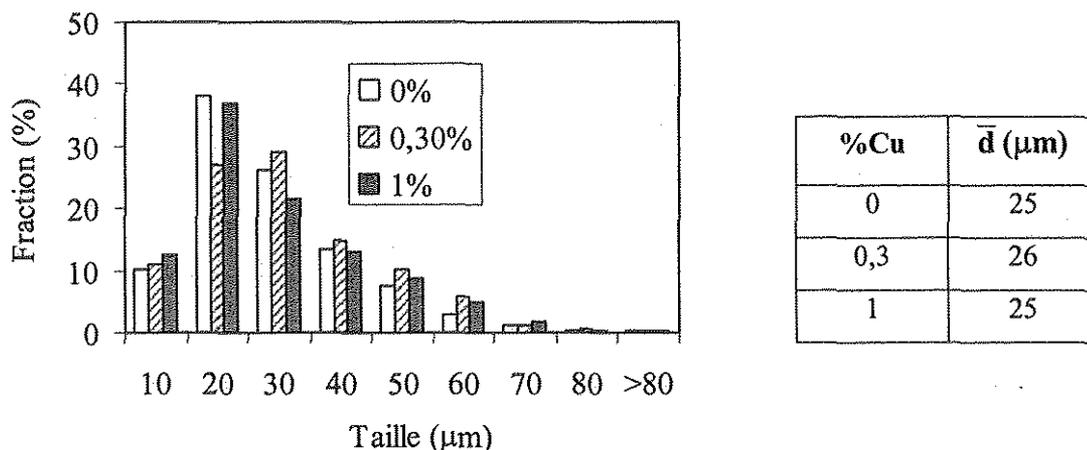


Figure III.2 : Histogramme et valeur moyenne des tailles de grain des tôles à chaud en fonction de la teneur en cuivre.

Ces résultats montrent que les tailles moyennes de grains ainsi que leur distribution ne varient pas de façon significative avec la teneur en cuivre : la taille moyenne est de l'ordre de 25 μm.

De même, le tracé des FDO n'a pas révélé de différences significatives entre les trois nuances : dans les trois cas, la texture est quasiment isotrope (cf. figure III.3). Ceci est caractéristique des aciers après laminage à chaud.

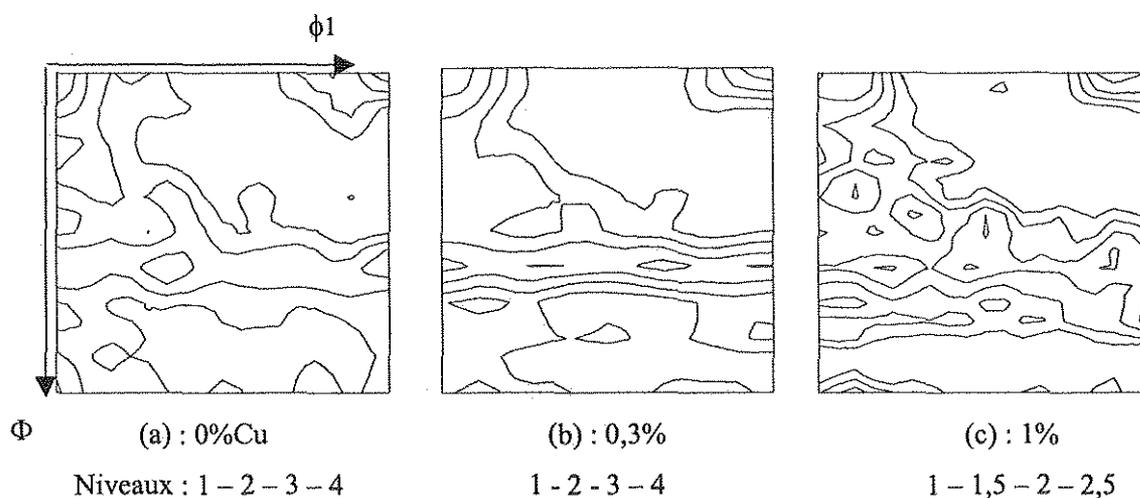


Figure III.3 : FDO (coupe à $\phi_2 = 45^\circ$) obtenue après laminage à chaud en fonction de la teneur en cuivre.

Ainsi, avant la déformation à froid, les trois nuances ne présentent pas à cette échelle de différences significatives de microstructure, ni de textures.

1.2. Dureté Vickers :

Des mesures de dureté Vickers ont été réalisées sur les tôles après laminage à chaud ; les valeurs obtenues sont représentées sur la figure III.4.

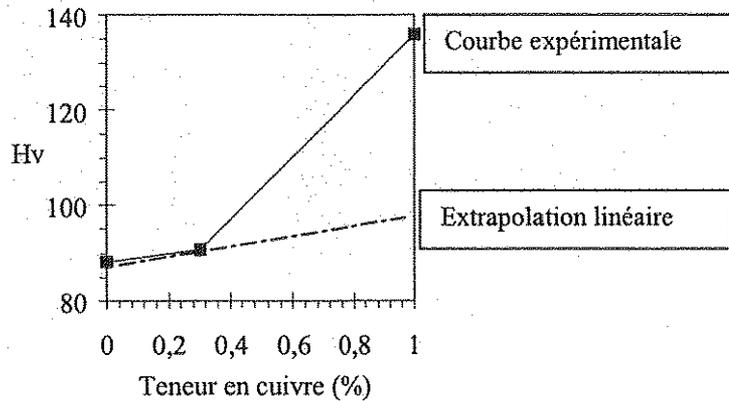


Figure III.4 : Dureté Vickers des tôles à chaud en fonction de la teneur en cuivre.

La dureté augmente avec la teneur en cuivre et cette augmentation n'est pas linéaire : le durcissement relatif est beaucoup plus élevé dans le cas de la nuance à 1%. Le cuivre peut se trouver sous deux formes différentes : en solution solide ou à l'état précipité. Pickering [PIC 78] a mesuré un durcissement de 50MPa par pour cent de cuivre en solution ; cela correspond en gros à une augmentation de dureté de 17HV [GRU 94].

Dans notre cas, l'augmentation est beaucoup plus importante. Cette différence peut être liée à une précipitation du cuivre, la limite de solubilité du cuivre dans la ferrite étant inférieure à 0,03% à la température ambiante. Il s'avère donc nécessaire de s'intéresser à l'état structural du cuivre. Cette étude fait l'objet du chapitre IV.

2. Caractérisation de l'état laminé à froid :

Après laminage à chaud et bobinage, les tôles ont été laminées à froid avec un taux de réduction de 75%. A ce stade, les microstructures et les textures ont également été caractérisées.

2.1. Etat microstructural :

Après laminage à froid, les grains sont allongés selon la direction de laminage. Pour mettre en évidence des différences de microstructure, il est nécessaire de réaliser des observations en MET. Dans l'acier sans cuivre, on retrouve les différentes morphologies évoquées par Every et Hatherly, et mentionnées au chapitre I (§ 221), c'est à dire : des cellules allongées et imbriquées (figure III.5a) dont

la largeur est inférieure à $1\ \mu\text{m}$, et des cellules plus ou moins équiaxes (figure III.5b) de dimension moyenne proche de $1\ \mu\text{m}$.

En présence de 0,3% de cuivre, la sous-structure est moins bien définie et est plus difficilement observable : les parois des cellules sont plus diffuses et les dislocations intragranulaires plus nombreuses (cf. figure III.6).

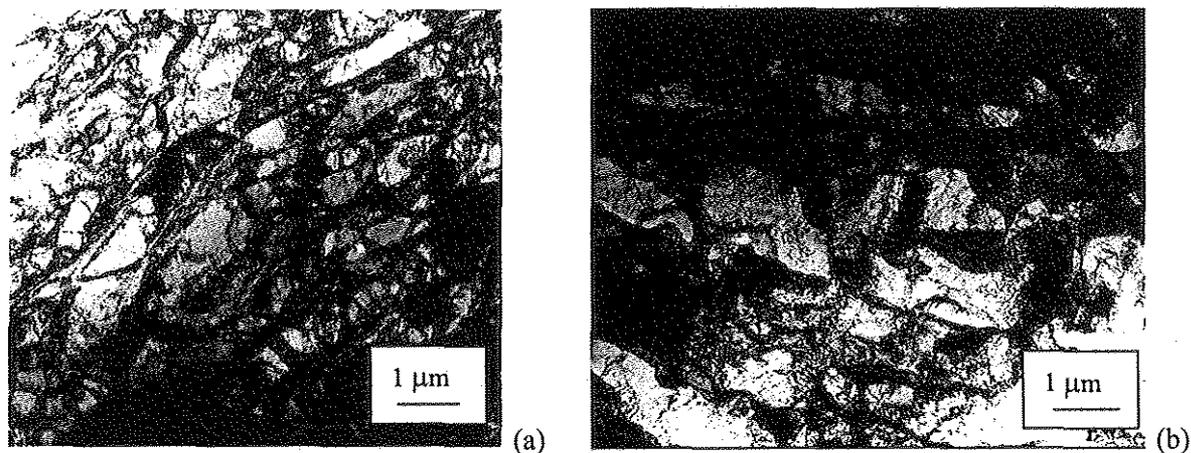


Figure III.5 : Micrographies MET de l'acier IF à 0% de cuivre après laminage à froid à 75% observée dans le plan de laminage (DL,DT). (a) : cellules allongées ; (b) : cellules équiaxes.

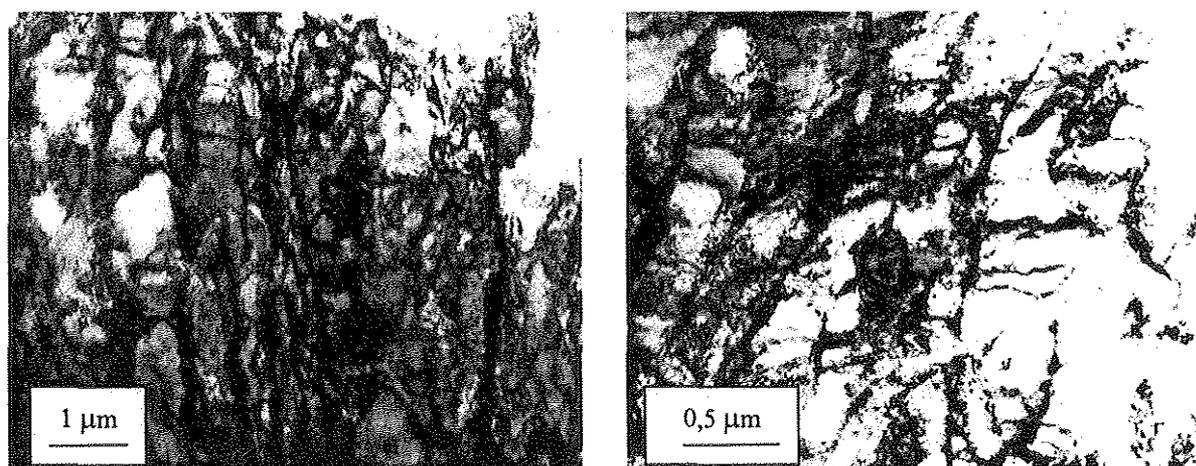


Figure III.6 : Micrographies MET de l'acier IF à 0,3% de cuivre après laminage à froid à 75% observée dans le plan de laminage (DL, DT).

Dans le cas de la nuance à 1% de cuivre, les observations dans le plan (DT, DN) offrent un meilleur contraste des parois. Les cellules observées dans le plan (DT, DN) sont allongées selon la direction transverse, la petite longueur étant inférieure à $150\ \text{nm}$, voire $50\ \text{nm}$ à certains endroits.

2.2. Texture de laminage à froid :

La figure III.7 présente les FDO après laminage à froid, le long des fibres α et γ .

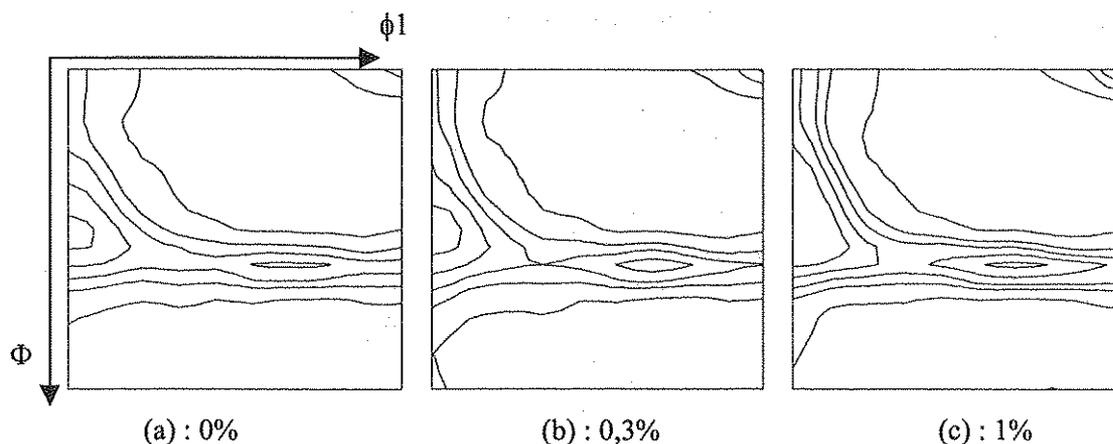


Figure III.7 : FDO en coupe à $\phi_2=45^\circ$ en fonction de la teneur en cuivre, après laminage à froid. (Niveaux : 2 - 4 - 5 - 6 - 7)

Pour les faibles teneurs en cuivre (0 et 0,3%), on observe la texture classique des aciers à bas carbone : une fibre α partielle (allant de $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\{111\}\langle 110\rangle$ et dont le maximum est proche de $\{111\}\langle 110\rangle$), et une fibre γ homogène. L'addition de 1% de cuivre entraîne une légère intensification de la texture, notamment entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$ mais ne modifie pas la position des maxima.

3. Influence du cuivre lors de la recristallisation en recuit continu :

Nous nous sommes intéressés à la recristallisation au cours du recuit continu, c'est à dire avec une vitesse de chauffage de $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. L'étude bibliographique a montré que le cuivre peut influencer la cinétique de recristallisation, ce qui a des conséquences sur la texture finale et son mécanisme de formation. Aussi, dans ce paragraphe, nous aborderons successivement ces différents aspects.

3.1. Cinétique de recristallisation :

Afin de quantifier l'évolution de la recristallisation au cours du recuit, nous avons réalisé différentes analyses : une étude globale par la mesure des variations de la dureté d'une part et de la fraction recristallisée d'autre part et une étude plus "locale" où nous nous sommes intéressés à la densité et à la taille de grains au cours de la recristallisation.

3.1.1. Cinétique globale :

La dureté Vickers a été mesurée sur des échantillons trempés à différentes températures au cours du chauffage dont les variations sont représentées en figure III.8.

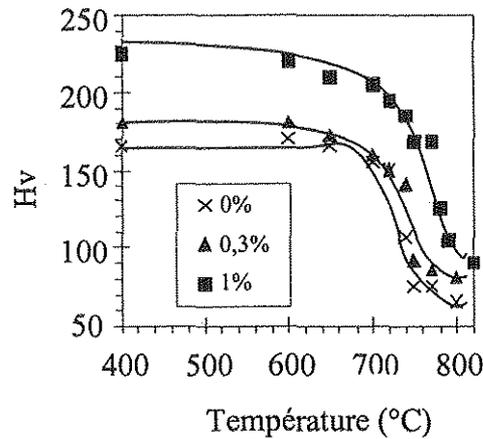


Figure III.8 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la température de trempage au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour les trois nuances en cuivre.

Dans le cas des nuances sans cuivre et à 0,3% de cuivre, la dureté est constante jusqu'à 650°C et jusqu'à 700°C dans le cas de l'acier à 1% de cuivre ; au-delà de cette température, elle diminue d'abord lentement puis chute fortement avant de se stabiliser. Ces variations de dureté peuvent être significatives des mécanismes de restauration et de recristallisation. De plus, comme nous le verrons au chapitre IV, une évolution de l'état de précipitation peut également se produire. La mesure de la fraction recristallisée obtenue par analyse quantitative des microstructures est portée figure III.9.

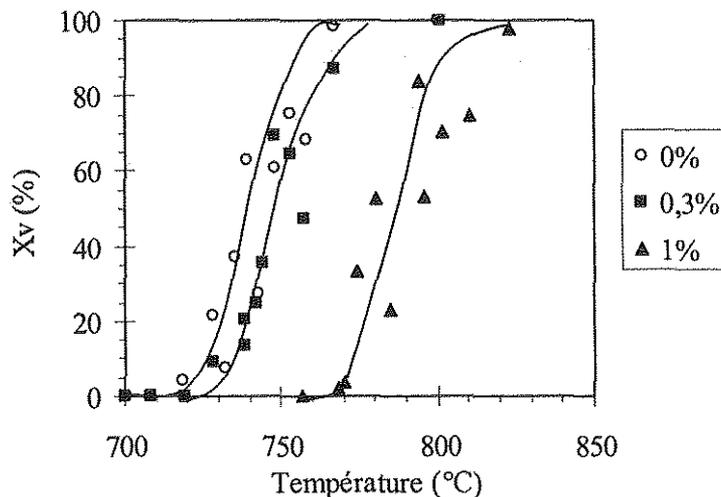


Figure III.9 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction de la température de trempage et de la teneur en cuivre au cours du recuit continu ($10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$).

Une allure sigmoïdale est obtenue pour les trois nuances. Dans les premiers instants de la recristallisation (valeur inférieure à 5%), la fraction recristallisée augmente lentement, puis elle évolue plus rapidement dans le domaine 10-70% avant d'aborder un ralentissement en fin de transformation.

Pour l'acier sans cuivre, la recristallisation a lieu entre 700°C et 770°C. Lorsqu'on ajoute du cuivre, les cinétiques sont décalées vers des températures plus élevées ; cet effet est d'autant plus marqué que la teneur en cuivre augmente. Le décalage des cinétiques est d'une dizaine de degrés dans le cas de la nuance à 0,3% de cuivre, et d'environ 50°C pour la nuance à 1% ; ainsi, dans ce dernier cas, aucun grain recristallisé n'est visible en dessous de 770°C. La recristallisation de l'acier à 1% de cuivre débute à 770°C, température à laquelle l'acier sans cuivre est totalement recristallisé.

Ainsi, à partir des mesures de variation de dureté et de fraction recristallisée, nous pouvons associer le premier stade d'adoucissement à la restauration et le second à la recristallisation. Les domaines de température respectif pour les trois aciers sont donnés dans le tableau III.1.

Teneur en cuivre (%)	0	0,3	1
Restauration	600-700	600-720	700-750
Recristallisation	700-760	720-780	770-820

Tableau III.1 : Domaine de température de la restauration et de la recristallisation, déterminés par mesure de dureté Vickers , en fonction de la teneur en cuivre.

Afin d'analyser plus avant le décalage de cinétique de recristallisation, nous avons étudié séparément les évolutions du nombre de grains recristallisés et de leur taille.

3.1.2. Analyse microstructurale de la recristallisation :

Les différentes nuances recristallisent dans des domaines de température différents ; afin de pouvoir les comparer, nous allons considérer comme paramètre de suivi non pas la température de trempe, mais la fraction recristallisée. Auparavant, nous présentons les différentes microstructures observées.

3.1.2.1. Microstructures :

Lors du recuit continu, les premiers grains recristallisés ont été observés en position intragranulaire et au voisinage des joints de grains (cf. figure III.10). Ils apparaissent dans des zones ayant des contrastes bien définis de type "mosaïque", ce qui traduit en contraste cristallin l'existence d'une sous-structure bien définie, avec des désorientations élevées. Pour les trois nuances, la recristallisation a lieu par bandes. La croissance des grains recristallisés est stoppée aux joints de grains déformés (figure III.11). Aussi, au cours de la recristallisation, on observe l'alternance de zones

recristallisées et de zones déformées, certains grains déformés recristallisant plus facilement que d'autres (cf. figure III.12).

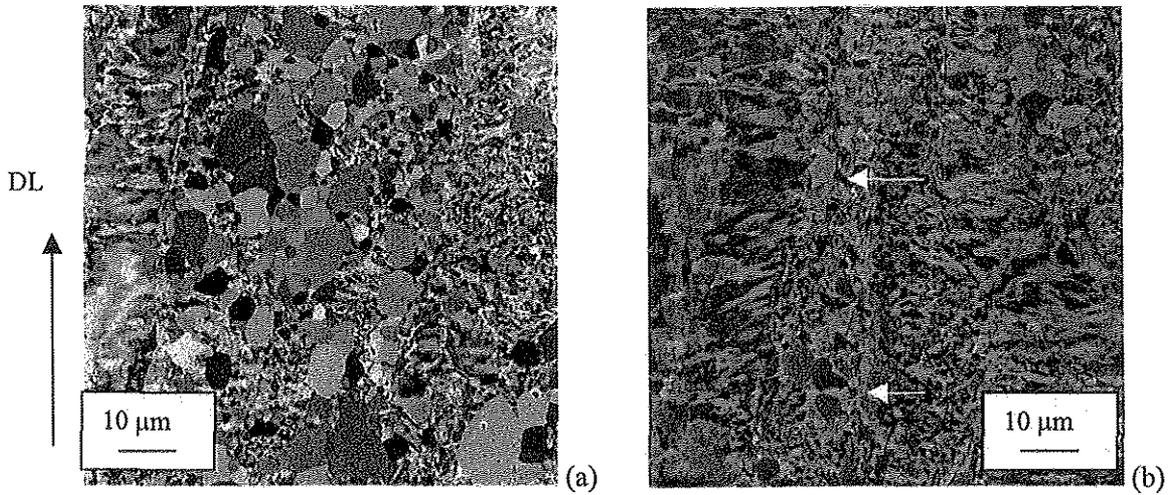


Figure III.10 : Micrographie MEB des aciers à 0% de cuivre (a) et 0,3% de cuivre (b) partiellement recristallisés

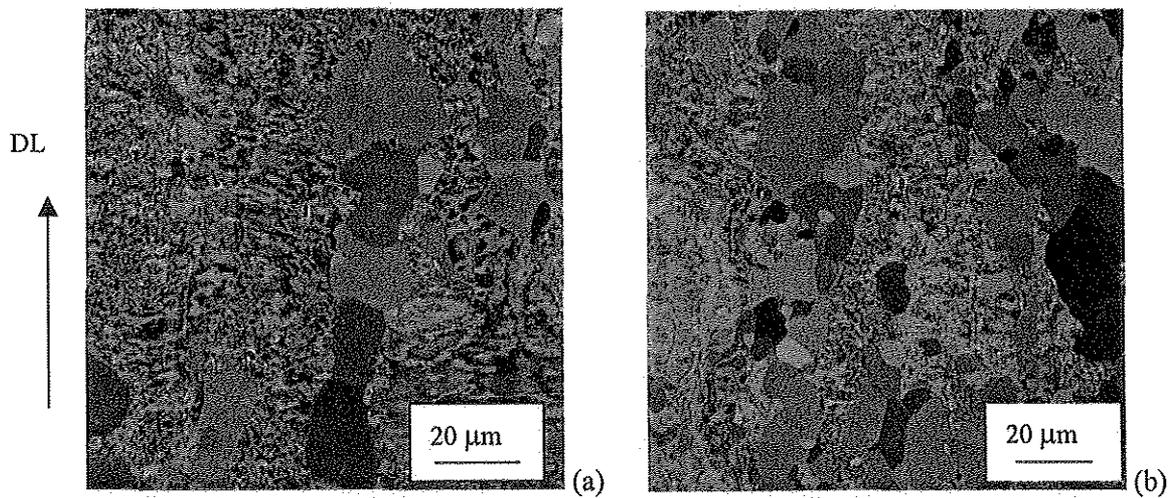


Figure III.11 : Micrographie MEB de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre partiellement recristallisé : laminé à froid à 75% et recuit à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à 776°C (a) et 795°C (b)).

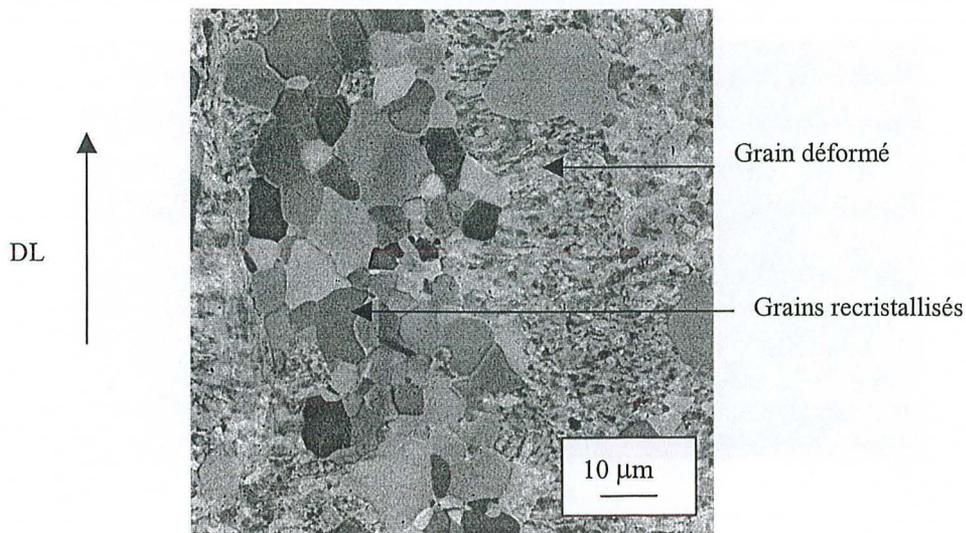


Figure III.12 : Micrographie MEB de l'acier IF-Ti à 0,3% de cuivre recuit à 755°C : recristallisation par bandes.

La figure III.13 présente une image MEB, la cartographie EBSD et les figures de pôles correspondantes pour l'acier IF à 1% de cuivre recuit à 776°C. A cette température, la fraction recristallisée est de l'ordre de 10%; sur la micrographie, elle est cependant plus élevée. La couleur des grains est fonction de leur orientation, comme on peut le voir sur la figure III.13(c) : ainsi les grains rouge-orangé ont une orientation appartenant à la fibre γ tandis que l'orientation des grains vert-bleu appartient à la fibre α . La cartographie montre que les premiers grains recristallisés (dont une partie est indiquée par des croix sur la figure III.13(b)) ont des orientations variables : elles appartiennent aussi bien à la fibre α qu'à la fibre γ . De plus, les zones écrouies visibles à gauche de la cartographie ont une orientation moyenne de type α ; elles présentent un gradient d'orientations continu lorsqu'on se déplace de l'intérieur du grain vers le joint de grains ; dans le bas droit de la cartographie, on distingue une zone écrouie ayant plutôt une orientation γ . Les différentes observations réalisées ne permettent pas de conclure quant à l'orientation du grain déformé dans lequel les grains recristallisés apparaissent en premier.

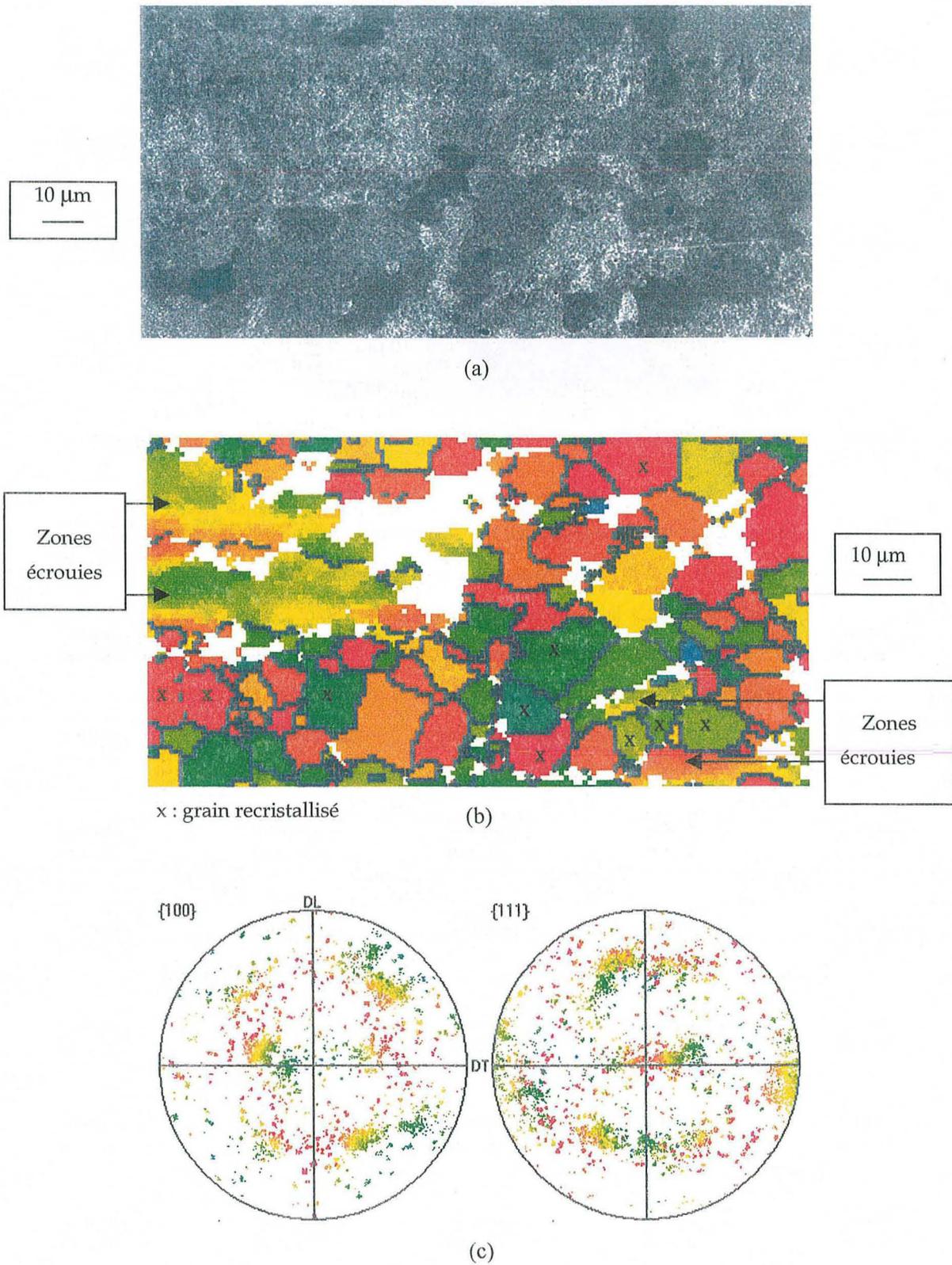


Figure III.13 : Cartographie EBSD et figures de pôles $\{100\}$ et $\{111\}$ de l'acier à 1% de cuivre après un recuit continu à 776°C

3.1.2.2. Densité de grains recristallisés :

La figure III.14 présente l'évolution de la densité de grains recristallisés (mesurée par unité de longueur d'intercepts) en fonction de la fraction recristallisée.

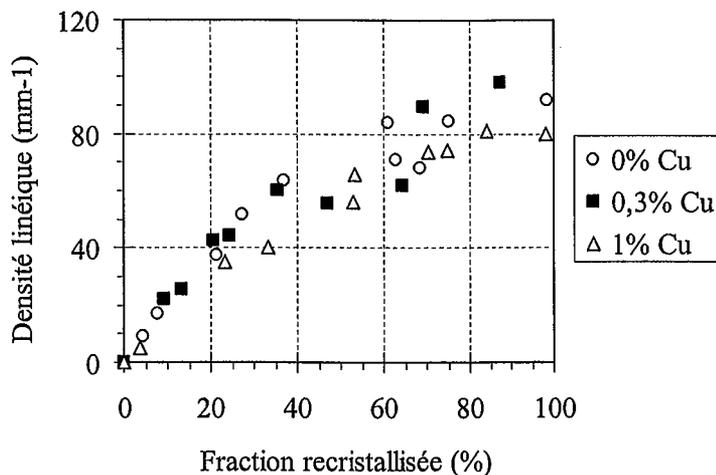


Figure III.14 : Evolution de la densité linéique de grains en fonction de la fraction recristallisée et de la teneur en cuivre.

Elle montre que la densité de grains augmente fortement dans les premiers instants de la recristallisation (entre 0 et 40%) puis se stabilise en fin de transformation.

On peut également étudier la densité de grains relative, c'est à dire pondérée par la fraction volumique recristallisée ; les variations obtenues sont présentées en figure III.15.

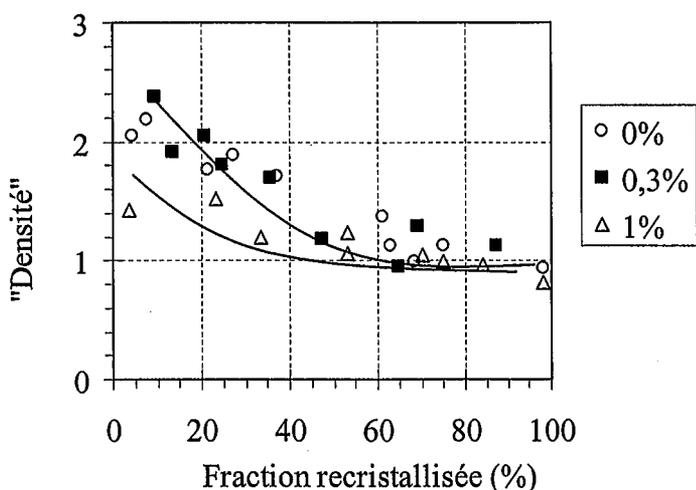


Figure III.15 : Evolution de la densité de grains pondérée par la fraction recristallisée en fonction de la teneur en cuivre, au cours du chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

La densité pondérée est maximale dans les tous premiers instants de la recristallisation, puis diminue jusqu'à ce que la fraction volumique recristallisée atteigne 50 à 60% ; au-delà, elle se

stabilise. Si l'on compare les différentes nuances en cuivre, on constate que les valeurs obtenues pour l'acier sans cuivre et avec 0,3% de cuivre sont comparables ; par contre, une addition de 1% de cuivre entraîne une baisse de la densité de grains notamment en début de recristallisation : à fraction recristallisée équivalente, les valeurs mesurées sont plus faibles en présence de 1% de cuivre.

La "vitesse de germination" est représentée par le paramètre $(dN/dX_v)/(1-X_v)$ où dN/dX_v est la variation de nombre de germes formés et X_v la fraction recristallisée. Ces valeurs sont caractéristiques du nombre de grains recristallisés qui se forment dans les zones écrouies restantes. Elle sont représentées figure III.16.

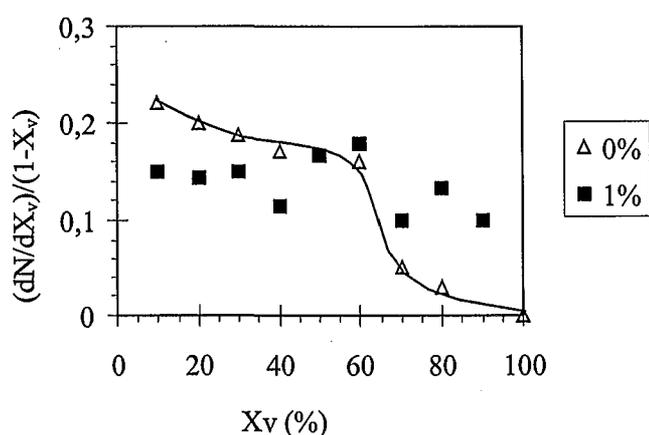


Figure III.16 : Représentation de la vitesse de germination en fonction de la fraction recristallisée pour les aciers à 0% et 1% de cuivre.

Pour l'acier sans cuivre, cette donnée est sensiblement constante tant que la fraction recristallisée est inférieure à 60%. Au-delà, elle chute fortement : elle est diminuée d'un facteur 10. Donc à partir de 60% de recristallisation, le nombre de nouveaux grains formés baisse : ceci indique que la recristallisation continue essentiellement par croissance des grains déjà existants. Dans le cas de l'acier à 1% de cuivre, la "vitesse de germination" est constante dans les premiers stades de la recristallisation et inférieure à celle calculée pour l'acier sans cuivre. Lorsque la recristallisation atteint 60%, la "vitesse de germination" diminue légèrement mais reste élevée : elle est supérieure à celle de l'acier sans cuivre qui est pratiquement nulle. Donc, en présence de cuivre, de nouveaux grains se forment tout au long de la recristallisation.

3.1.2.3. Evolution de la taille de grains :

L'autre paramètre local est la taille de grains moyenne dont l'évolution au cours de la recristallisation est présentée sur la figure III.17.

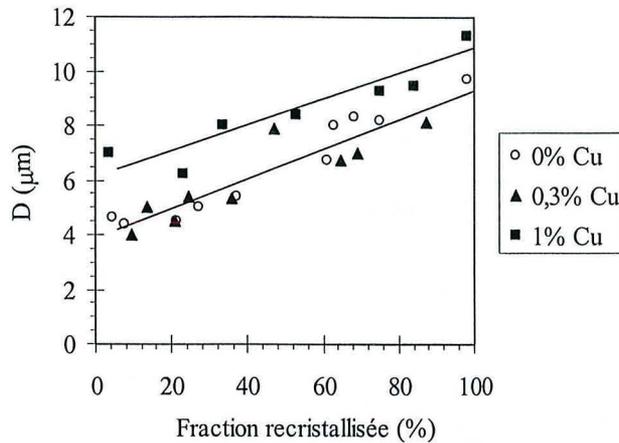
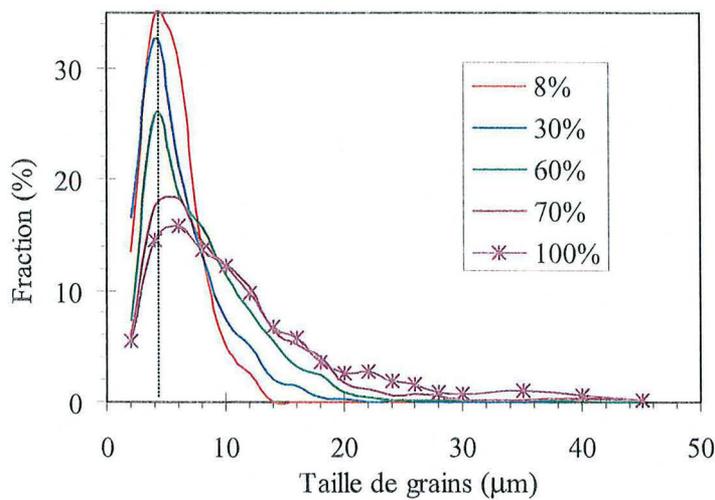


Figure III.17. Evolution de la taille de grains moyenne en fonction de la fraction recristallisée au cours du recuit continu.

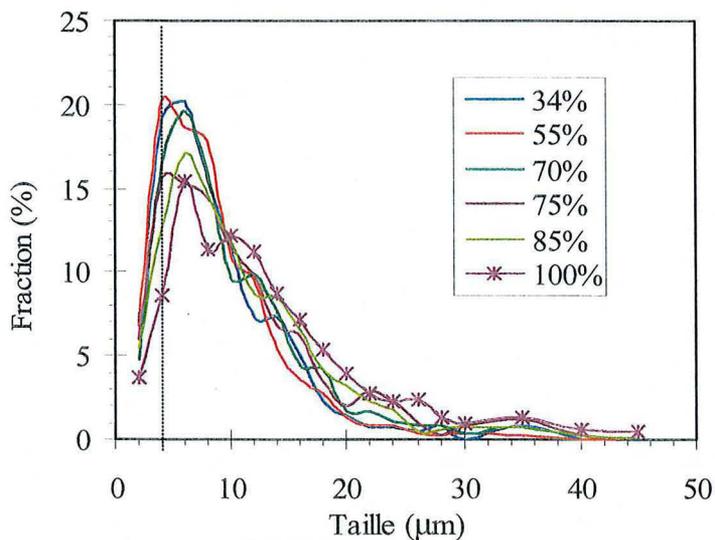
Pour les deux nuances à bas taux de cuivre, les comportements sont similaires ; à fraction recristallisée identique, les tailles de grains moyennes sont les mêmes : de l'ordre de 5 μm au début de la recristallisation et voisines de 10 μm en fin de transformation. Dans le cas de la nuance à 1%, les valeurs mesurées sont toutes plus élevées : les premiers grains recristallisés ont une taille moyenne supérieure à 6 μm et, en fin de recristallisation, on atteint plus de 12 μm . Donc, par rapport aux nuances à bas taux de cuivre, au cours de la recristallisation, on forme moins de grains mais ceux-ci ont une vitesse de croissance plus rapide. Pour analyser ces résultats, il faut garder à l'esprit le fait que les cinétiques de recristallisation sont décalées vers des températures plus élevées en présence de cuivre.

Nous pouvons également considérer l'évolution de la distribution des tailles de grains au cours de la recristallisation. Celles-ci sont présentées figure III.18 pour les nuances à 0% et 1% de cuivre.

Lorsque la fraction recristallisée est inférieure à 60%, l'acier IF-Ti sans cuivre présente un histogramme relativement étroit, dont le maximum se situe au voisinage de 4 μm . Lorsque la recristallisation progresse, la distribution s'étale vers les plus grandes tailles et on observe une baisse continue de la fraction volumique de petits grains : ainsi le pourcentage de grains recristallisés ayant une taille comprise entre 2 et 4 μm passe de 32 à 16, en fin de recristallisation. D'autre part, on note une diminution de la classe [0,5-2 μm] lorsque la fraction recristallisée excède 60% ; cette classe de tailles correspond aux grains nouvellement formés.



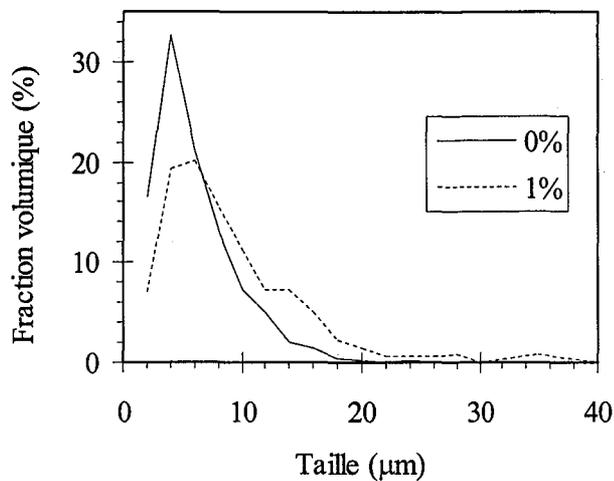
(a)



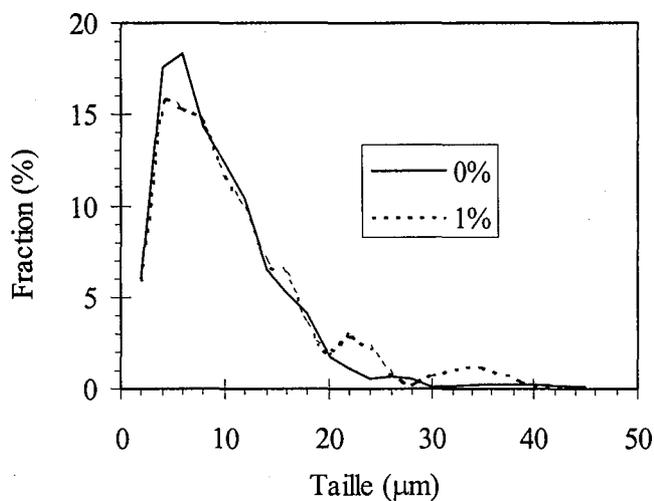
(b)

Figure III.18 : Evolution de la distribution de taille de grains au cours de la recristallisation en recuit continu de l'acier IF-Ti à 0% (a) et 1% (b) de cuivre.

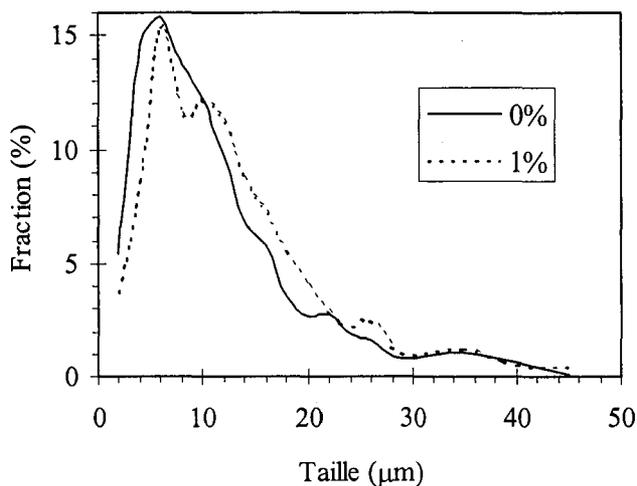
Dans le cas de la nuance à 1% cuivre, l'histogramme est beaucoup plus étalé : à 30% de recristallisation, il s'étend jusqu'à 30 µm (au lieu de 20 µm dans le cas de l'acier IF sans cuivre) ; de plus, le maximum de la distribution est plus élevé et moins localisé que sur la nuance précédente : le "pic" s'étale entre 4 et 8 µm lorsque la recristallisation n'est pas complète. Le poids de cette population reste constant pour des fractions recristallisées supérieures à 70% et diminue au-delà, au profit des plus grandes tailles. Seule la classe [0,5-2 µm] voit sa fraction rester constante jusqu'à des taux de recristallisation supérieurs à 85%. Cela signifie que de nouveaux grains apparaissent pour des fractions recristallisées supérieures à 60%, contrairement à ce qui a lieu dans l'acier IF-Ti sans cuivre ; ces mesures confirment celles obtenues sur la vitesse de germination. En fin de recristallisation, l'histogramme de tailles s'étend de 2 à plus de 35 µm. La figure III.19 permet de comparer les distributions de taille des deux nuances pour trois taux de recristallisation différents : 30, 70 et 100%.



(a) : $X_v \approx 30\%$



(b) : $X_v \approx 70\%$



(c) : $X_v \approx 100\%$

Figure III.19 : Comparaison des distributions de tailles de grains pour les aciers à 0% et à 1% de cuivre pour différents taux de recristallisation (30, 70 et 100%)

Dans les premiers instants de la recristallisation, la taille des grains nouvellement formés est plus grande en présence de cuivre : l'histogramme est décalé vers des tailles plus élevées. Ceci confirme les résultats obtenus par le calcul de la taille de grains moyenne. Lorsque la recristallisation progresse, la distribution de tailles de l'acier à 1% de cuivre reste décalé par rapport à celui de l'acier sans cuivre, notamment pour les tailles de grains supérieurs à 10 μm .

3.1.3. Conclusion :

L'étude cinétique en recuit continu a montré que l'acier sans cuivre recristallise entre 700°C et 770°C. La vitesse de germination est sensiblement constante pour des fractions recristallisées inférieures à 60% puis elle est quasiment nulle. Cela conduit à une densité de grains recristallisés qui augmente dans les premiers stades de la recristallisation puis se stabilise : au-delà de 60% de fraction recristallisée, il ne se forme plus de nouveaux grains et la recristallisation continue par croissance des grains déjà formés dans les grains écrouis. Cette croissance se traduit par un élargissement de l'histogramme de taille.

En présence de cuivre, la cinétique de recristallisation est décalée vers les plus hautes températures : d'une dizaine de degrés pour la nuance à 0,3% de cuivre et de plus de 50°C pour la nuance à 1% de cuivre. Les observations microstructurales ont montré que c'est la germination qui est retardée. Quand la fraction recristallisée est inférieure à 60%, la vitesse de germination est plus faible que pour l'acier sans cuivre ; au-delà, alors qu'elle chute pour la nuance sans cuivre, elle reste élevée en présence de cuivre. Les cinétiques de croissance sont également différentes ; la taille des premiers grains recristallisés est plus élevée sur la nuance à 1% de cuivre. De même, à fraction recristallisée équivalente, les grains sont plus gros en présence de cuivre que sur l'acier sans cuivre. Cette croissance plus rapide sur les nuances enrichies en cuivre est à lier en partie aux températures plus élevées auxquelles se produit la recristallisation. L'étude des histogrammes de taille a montré que, jusqu'à des valeurs de fraction recristallisée voisine de 85%, il y a de nombreux petits grains (de taille inférieure à 2 μm) : ce point confirme les résultats obtenus sur la mesure de la vitesse de germination.

3.2. Texture de recristallisation :

La modification des cinétiques de recristallisation influence la formation des textures au cours du recuit ; afin de comprendre les différences engendrées, nous avons étudié d'une part la texture globale par diffraction X et, d'autre part, les orientations locales par EBSD.

3.2.1. Texture globale :

La texture a été mesurée après un cycle de recuit continu complet, c'est à dire un chauffage à 10°C.s⁻¹ jusqu'à 800°C avec maintien de 40s à cette température, suivi d'une trempe. La figure III.20

présente la FDO en coupe à $\phi_2=45^\circ$ obtenue après recuit continu pour les trois nuances. Après ce traitement thermique, les trois aciers sont totalement recristallisés.

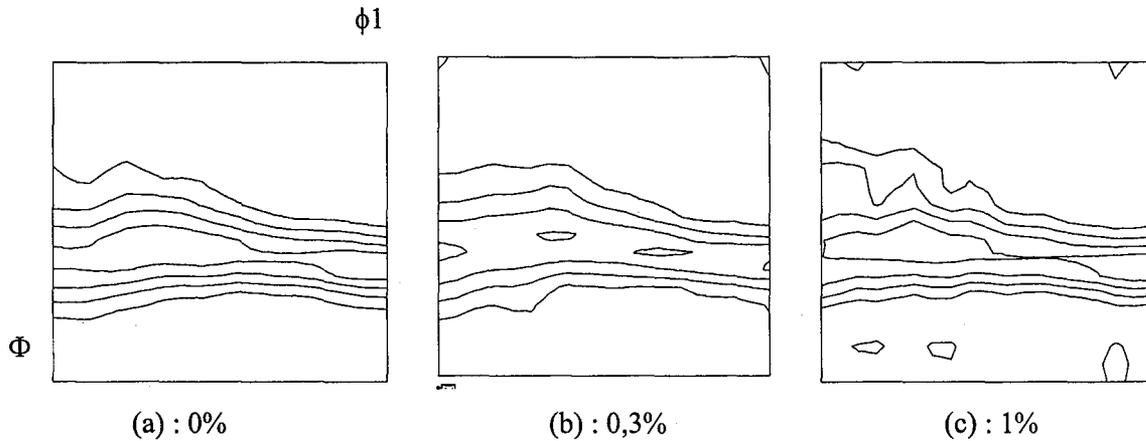


Figure III.20 : FDO après recuit continu en fonction de la teneur en cuivre, coupe à $\phi_2=45^\circ$. (Niveaux : 2 - 4 - 6 - 8)

Sans cuivre, la texture se compose essentiellement de la fibre γ avec un léger maximum entre $\{111\}\langle 112\rangle$ et $\{554\}\langle 225\rangle$; les orientations le long de la fibre α se réduisent à la composante $\{111\}\langle 110\rangle$ qui est commune aux deux fibres. Ces résultats sont caractéristiques des aciers IF après recuit. Une addition de 0,3% de cuivre modifie peu la texture de recristallisation : les intensités sont légèrement plus faibles mais les maxima sont localisés aux mêmes positions que l'acier sans cuivre. La nuance à 1% de cuivre présente des différences plus marquées : la fibre γ est moins intense mais le maximum est toujours proche de $\{111\}\langle 112\rangle$; de plus, on observe une fibre α résiduelle : le maximum est plus diffus que dans le cas de l'acier sans cuivre et l'intensité des composantes comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ est plus élevée.

3.2.2. Texture locale : mesures EBSD.

Afin d'identifier l'origine des différences de texture, nous avons déterminé l'orientation des premiers grains recristallisés. La mesure sur un grand nombre de grains (de l'ordre de 600) permet de tracer une FDO ; les résultats sont présentés en figure III.21.

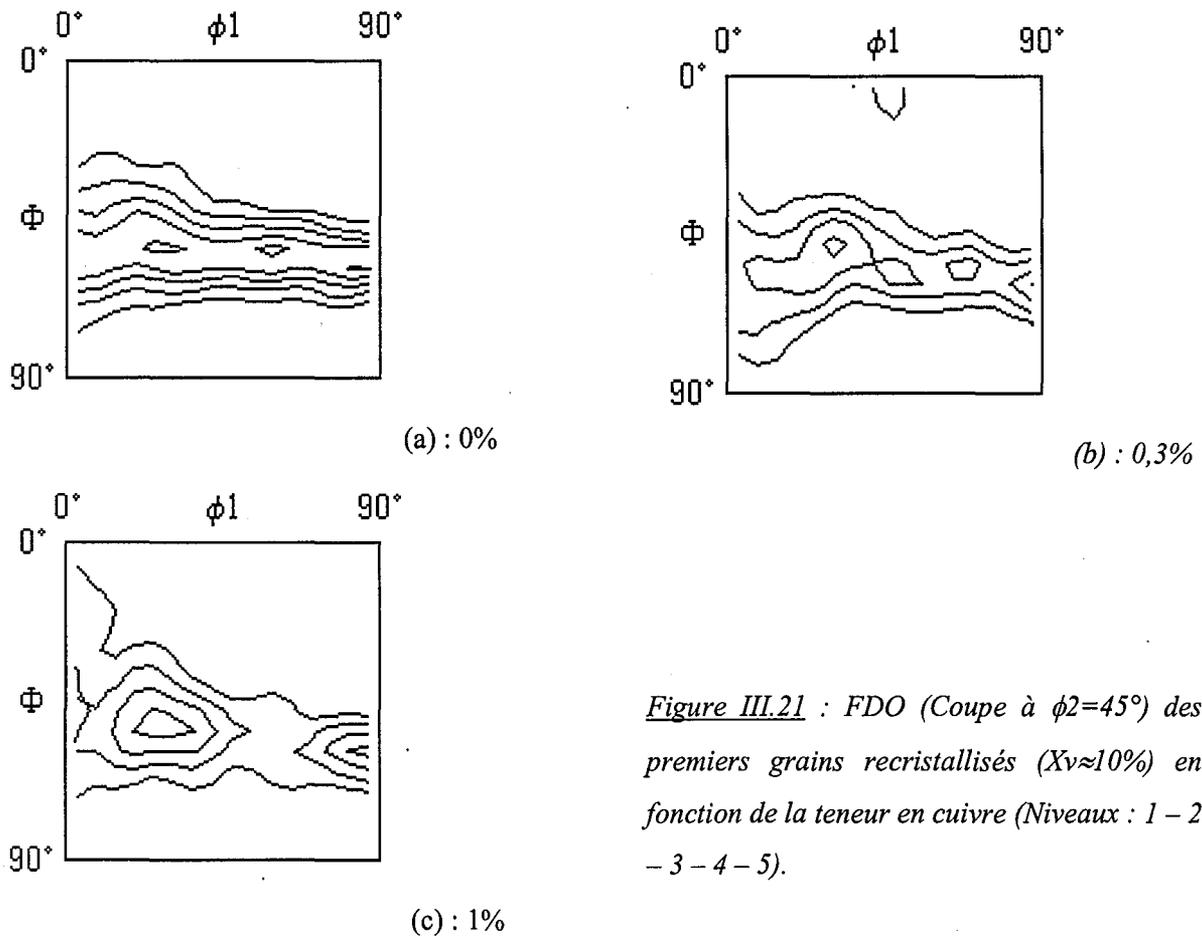


Figure III.21 : FDO (Coupe à $\phi_2=45^\circ$) des premiers grains recristallisés ($X_v \approx 10\%$) en fonction de la teneur en cuivre (Niveaux : 1 - 2 - 3 - 4 - 5).

La texture des nuances à bas taux de cuivre est composée essentiellement d'une fibre γ : **les premiers grains recristallisés ont l'orientation $\{111\}$** . La FDO obtenue après 10% de recristallisation est comparable à la texture finale.

Dans le cas de la nuance à 1% de cuivre, la texture des premiers grains recristallisés se compose d'une fibre γ avec un maximum en $\{111\}\langle 112 \rangle$, et également d'une fibre α diffuse s'étendant de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{111\}\langle 110 \rangle$. **Ainsi, dès les premiers instants de la recristallisation, apparaissent des orientations autres que la fibre $\{111\}$** . De plus, la FDO des premiers grains est similaire à celle obtenue en fin de recristallisation. Des mesures d'orientation des grains recristallisés ont également été effectuées après 60% et 100% de recristallisation ; elles sont représentées en figure III.22.

Lorsque la recristallisation progresse, les orientations des grains recristallisés sont toujours réparties le long des fibres α et γ ; cependant, on constate que l'intensité de la composante $\{111\}\langle 112 \rangle$ par rapport à celle des autres orientations n'est plus aussi élevée qu'elle ne l'était dans les tout premiers instants de la recristallisation. Cela traduit le fait que les grains $\{111\}\langle 112 \rangle$ sont ceux qui germent majoritairement les premiers ; la germination des autres orientations est plus lente. De

plus, la texture obtenue sur l'état totalement recristallisé est en accord avec la texture globale mesurée par diffraction X.

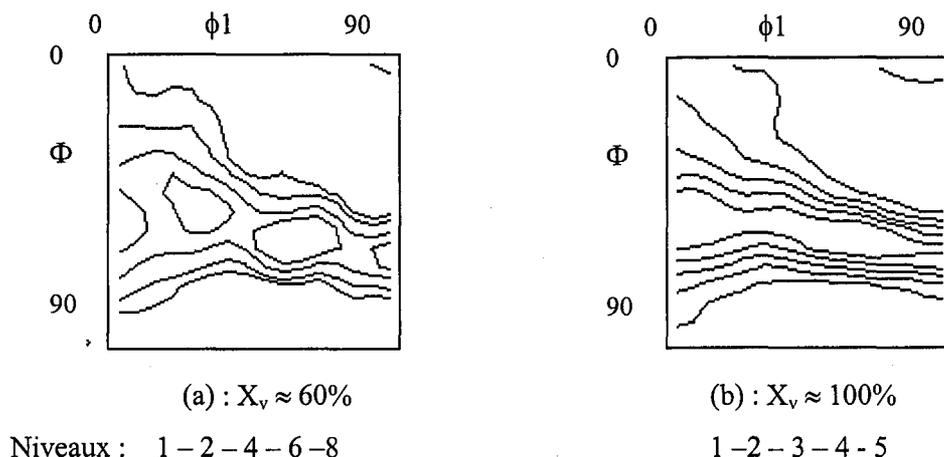


Figure III.22 : FDO des grains recristallisés de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre recristallisé à 60% (a) et à 100% (b) en coupe à $\phi_2=45^\circ$

3.2.3. Récapitulatif :

L'étude des textures a montré qu'une addition de 0,3% de cuivre modifie peu la texture de recristallisation : elle est composée essentiellement d'une fibre γ ; l'orientation des premiers grains recristallisés appartient également à la fibre γ . En présence de 1% de cuivre, la texture de recristallisation est composée de la fibre γ et d'une fibre α résiduelle ; les orientations des premiers grains recristallisés se répartissent le long de ces deux fibres si bien que la texture mesurée à différents taux de recristallisation correspond à la texture finale.

4. Influence des conditions de recuit :

4.1. Sur la cinétique de recristallisation :

Pour suivre l'influence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de recristallisation, nous nous sommes limités à la mesure de la dureté Vickers, l'adoucissement du matériau étant en grande partie lié à la recristallisation. De plus nous avons caractérisé les variations de microstructure en certains points.

Les variations de la dureté sont présentées en figure III.23 en fonction de la température de trempe pour les trois nuances étudiées et pour les différentes vitesses de chauffage ($1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Nous avons également étudié la cinétique de recristallisation dans le cas du recuit base, c'est à dire

un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ jusqu'à 700°C avec maintien de 10 heures à cette température. Pour ce traitement de recuit, les cinétiques d'adoucissement sont représentées en fonction du temps de traitement (cf. figure III.24) ; nous avons également représenté, sur la même échelle, la température correspondante.

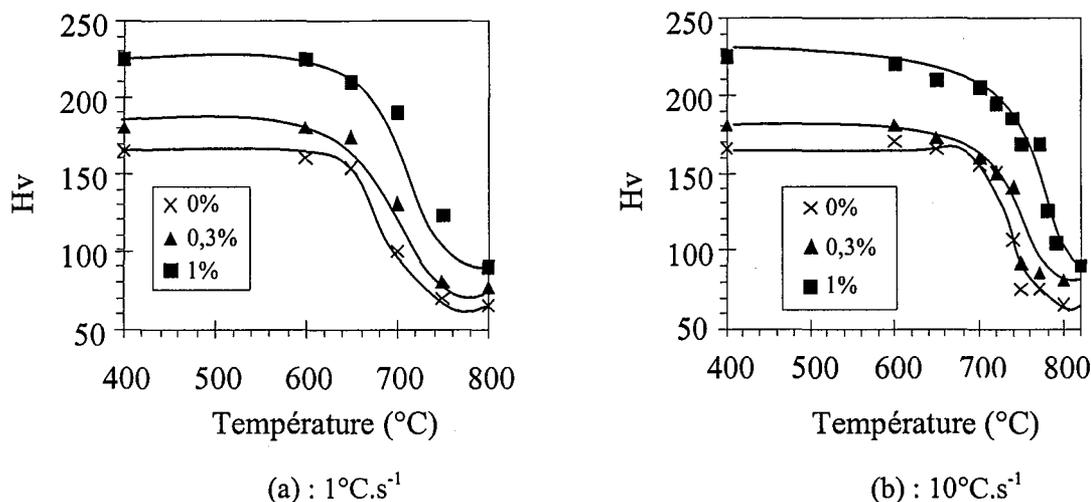


Figure III.23 : Evolution de la dureté Vickers au cours d'un chauffage à $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (a) et à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (b).

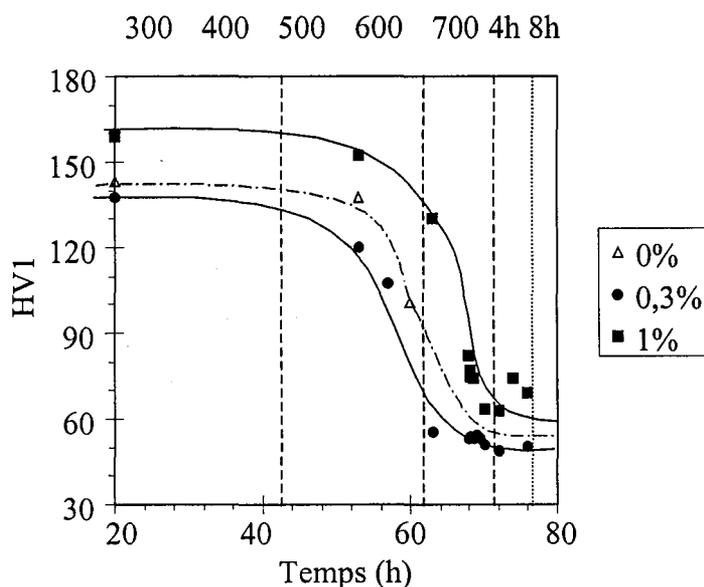


Figure III.24 : Evolution de la dureté Vickers au cours du recuit base en fonction de la teneur en cuivre.

Quelle que soit la teneur en cuivre et les conditions de traitement thermique, on note un fort adoucissement au cours du chauffage traduisant la recristallisation. La présence de cuivre décale les cinétiques vers des températures plus élevées. Pour les conditions de chauffage rapide (1 et $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), les décalages en température sont sensiblement les mêmes ; ils augmentent fortement lorsqu'on diminue la vitesse à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$.

Afin de mettre en évidence l'influence de la vitesse de chauffage, nous avons tracé les courbes d'évolution de dureté relative pour chacun des trois aciers en figure III.25. La variation relative de la dureté est définie par :

$$\frac{\Delta H_v}{H_v} = \frac{H_v - H_{v_{\text{recristallisé}}}}{H_{v_{\text{initial}}} - H_{v_{\text{recristallisé}}}}$$

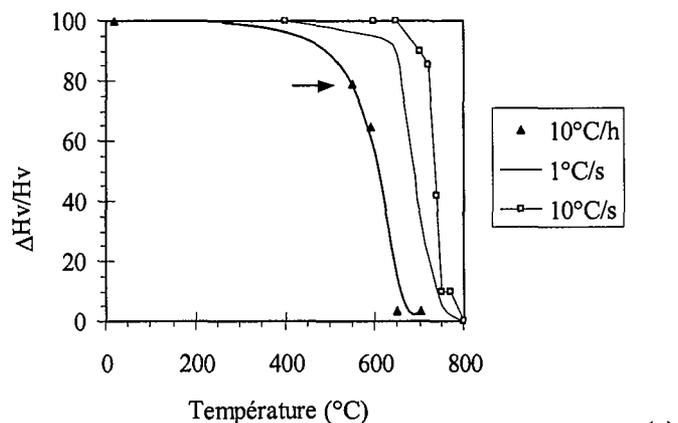
où $H_{v_{\text{initial}}}$ est la dureté mesurée sur l'échantillon déformé à froid et non recuit, et $H_{v_{\text{recristallisé}}}$ est la dureté de l'échantillon totalement recristallisé.

Plus la vitesse de chauffage est élevée, plus la température de début de recristallisation est élevée. Pour l'acier sans cuivre, la recristallisation démarre à 700°C lors d'un chauffage à 10°C.s⁻¹ et à 680°C à 1°C.s⁻¹ ; pour ces deux conditions, la restauration conduit à une faible chute de dureté peu avant le début de la recristallisation.

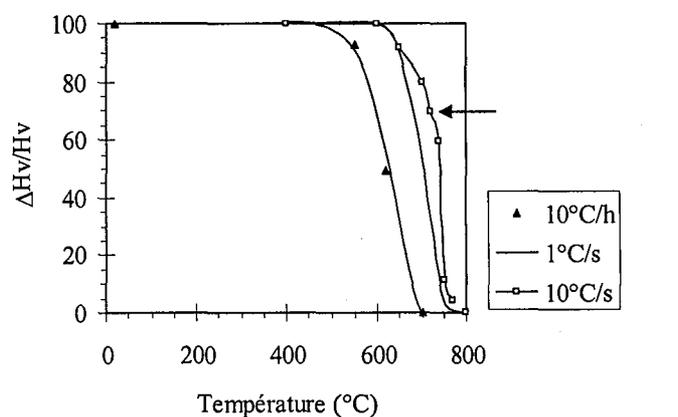
Lors d'un chauffage à 10°C.h⁻¹, elle a déjà chuté lorsque la recristallisation démarre (à 550°C) : la baisse à 550°C représente 20% de la diminution totale lors du recuit. Ce premier stade d'adoucissement est lié à la restauration du matériau : le chauffage étant plus lent, celle-ci est plus importante.

En présence de cuivre, on observe les mêmes variations en fonction de la vitesse de chauffage mais décalées en température. Une diminution de la vitesse de chauffage de 10 à 1°C.s⁻¹ décale les cinétiques d'une dizaine de degrés vers les plus basses températures et ce, pour les deux nuances enrichies en cuivre. A 10°C.h⁻¹, l'écart par rapport à la cinétique obtenue à 10°C.s⁻¹ est de l'ordre de 120°C. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles mesurées sur l'acier sans cuivre. Lorsque la recristallisation démarre, la baisse de dureté représente quasiment 40% de la baisse totale, alors qu'elle n'est que de 20% dans le cas de l'acier sans cuivre.

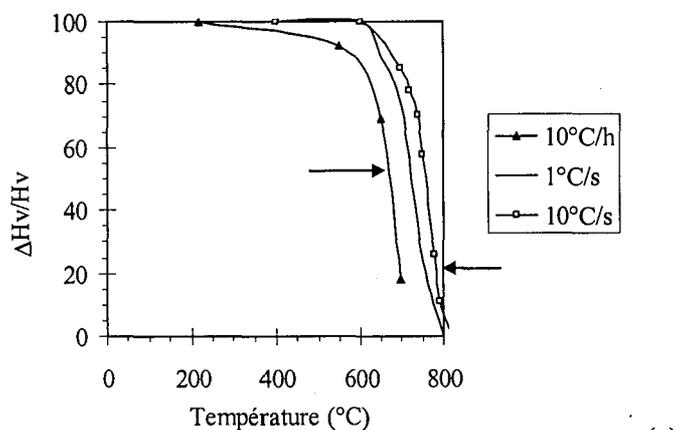
Dans le cas de l'acier à 1% de cuivre recuit à 10°C.h⁻¹, la recristallisation démarre entre 650°C et 680°C ; la cinétique est d'abord très rapide puisqu'à 700°C, la fraction recristallisée atteint 70%, puis elle se ralentit : à la fin du maintien de 10 heures à 700°C, l'acier est à peine totalement recristallisé : il reste quelques zones non recristallisées qui représente environ 1% du volume.



(a)



(b)



(c)

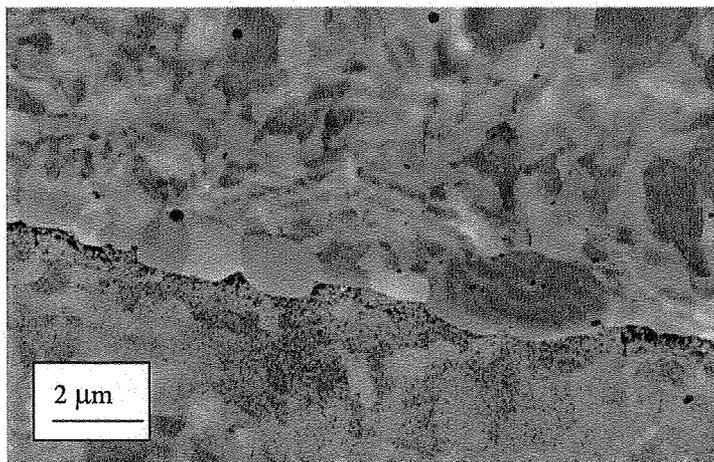
Figure III.25 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la température et de la vitesse de chauffage pour les aciers à 0% (a), 0,3% (b) et 1% (c) de cuivre. (Les flèches indiquent la température de début de recristallisation)

4.2. Evolution de la microstructure :

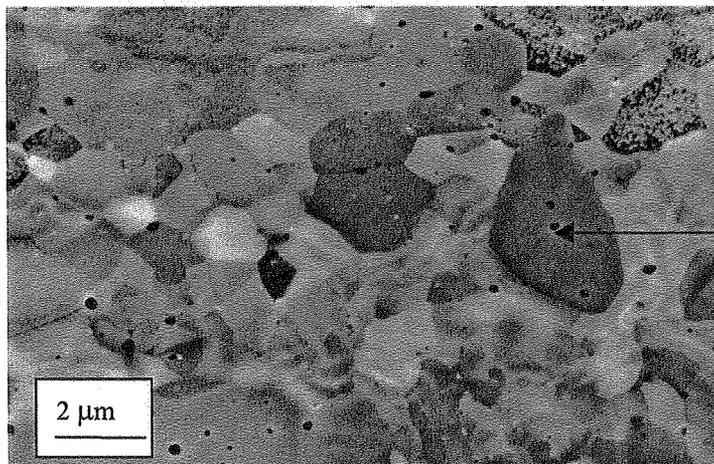
Dans le cas d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$, les observations microstructurales ont montré que le cuivre agit en retardant la germination ; les premiers germes se forment au voisinage des joints de

grains et en position intragranulaire, comme le montre la figure III.26. De plus, ils apparaissent dans des zones où la sous-structure est bien définie, donc dans des zones où il y a eu réarrangement des cellules. Cela est favorable à l'hypothèse de la germination à partir de germes préformés et conforte le rôle joué par les joints lors de la recristallisation (cf. Chapitre I).

De plus, le ralentissement de cinétique observé au cours du maintien à 700°C s'accompagne de la formation de petits grains rassemblés en "paquets" dans l'acier : la taille moyenne de grains dans ces zones est de quelques microns. Un exemple de cette "mosaïque" est illustré figure III.27.



(a) : grains recristallisés au joint de grains



(b) : Sous-grains intragranulaires

Figure III.26 : Microstructure de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre recuit à 10°C.h⁻¹ jusqu'à 650°C et trempé : présence de grains recristallisés au joint de grains (Micrographie MEB).

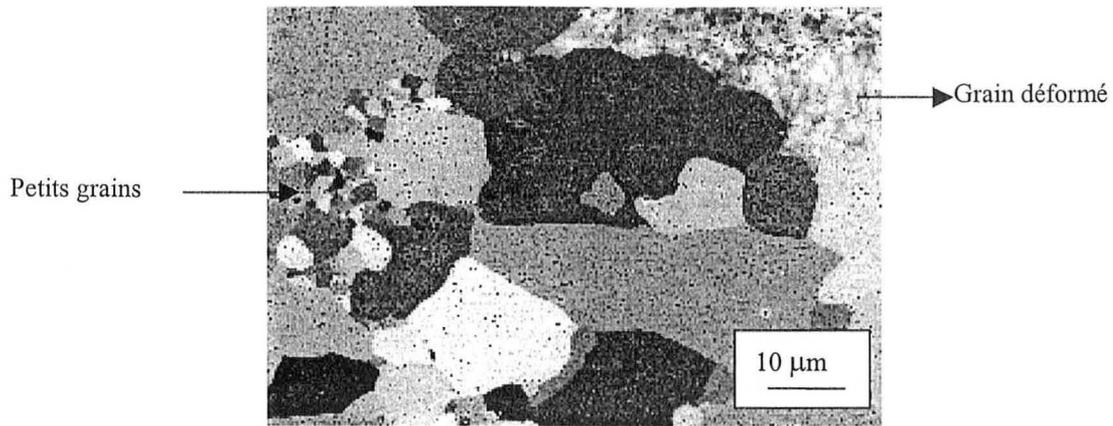


Figure III.27 : Microstructure de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre recuit à $10^{\circ}\text{C.h}^{-1}$ jusqu'à 700°C et maintenu 10 minutes, puis trempé (Micrographie MEB).

Localement, dans ces zones, il y a donc eu croissance simultanée d'un grand nombre de grains; cela correspond à une vitesse de germination locale élevée : de nombreux germes potentiels ont été activés simultanément. Compte tenu de la morphologie de ces amas, on peut penser que ce sont les sous-grains qui sont à l'origine de ces nouveaux grains : la germination obéit au modèle des germes préformés. Donc, contrairement à ce que l'on observe dans l'acier sans cuivre, il y a encore de la germination pour des fractions recristallisées supérieures à 60%. Ces observations confirment que le cuivre modifie les cinétiques de germination.

Si l'on compare les tailles de grains moyennes après les deux types de recuit (recuit continu ou recuit base), on constate sur la figure III.28 que, pour les nuances à faible teneur en cuivre, elle est plus élevée dans le cas du recuit base. En effet, lors de ce dernier traitement, les grains recristallisés ont le temps de croître : la taille de grains moyenne augmente entre la fin de la recristallisation (FR) et la fin du cycle thermique, passant de 14 à 20 μm dans le cas de la nuance sans cuivre ; ceci n'est pas le cas lorsqu'on effectue un recuit continu, la taille restant constante.

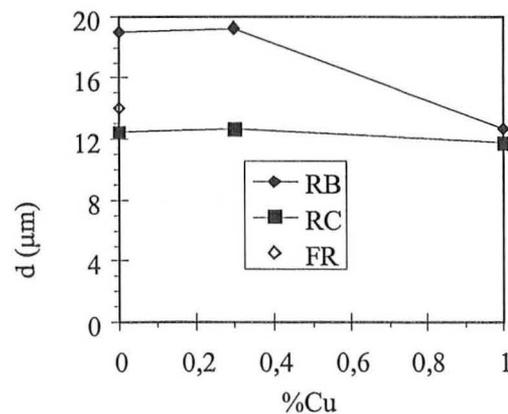


Figure III.28 : Taille de grains moyenne obtenue en fin de recristallisation au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C.h}^{-1}$ (FR), après recuit continu (RC) et recuit base (RB) en fonction de la teneur en cuivre.

Dans le cas de la nuance à 1% de cuivre, on constate que la taille moyenne varie peu en fonction du traitement thermique : elle est légèrement supérieure après recuit base et est voisine de 12-13 μm en fin de recuit. Les différences de valeur moyenne observées entre les deux types de traitement ne sont pas dues à une augmentation de l'ensemble de la population mais à la présence de gros grains en quantité plus importante après recuit base qu'après recuit continu. La figure III.29 présente l'histogramme de tailles de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre à l'issue du recuit continu et du recuit base.

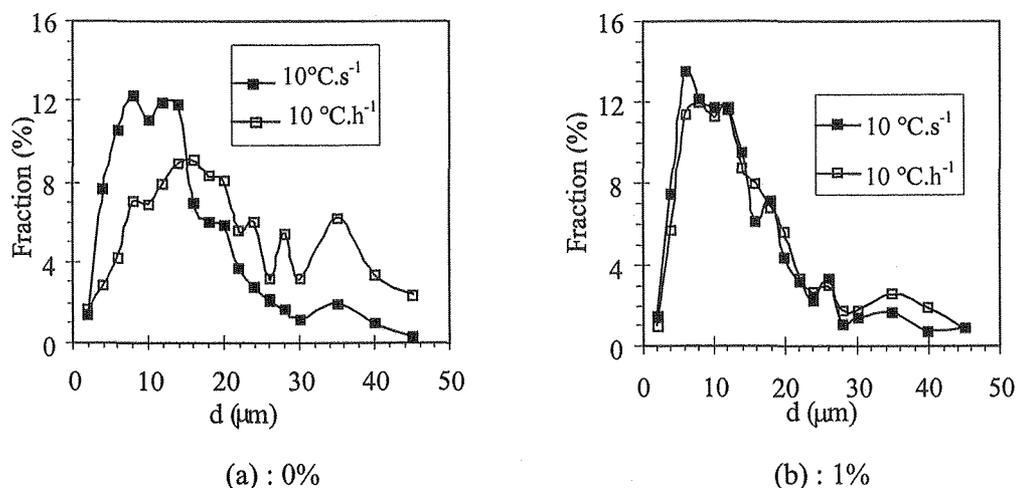


Figure III.29 : Histogramme des tailles de grains de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre après recuit continu (RC) ou recuit base (RB).

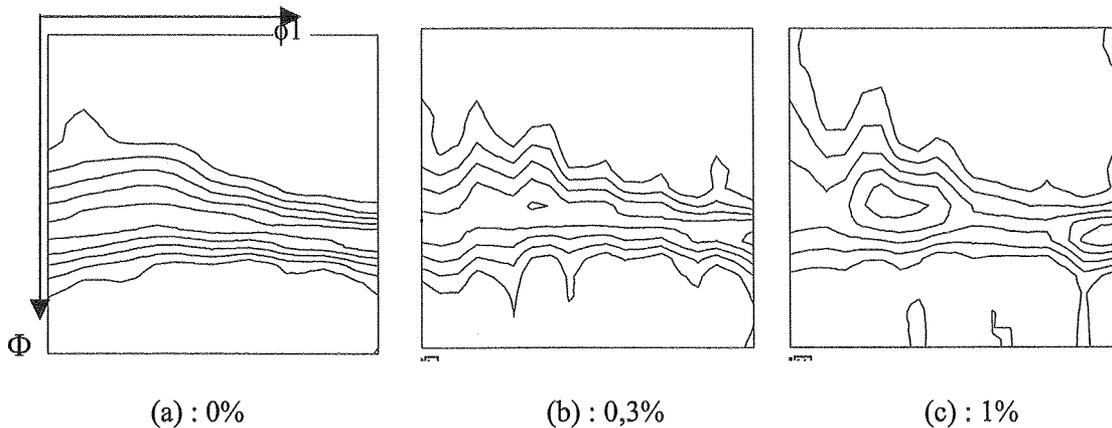
Sans cuivre, la figure III.29a montre que la différence de taille de grains moyenne est due à un déplacement de tout l'histogramme de tailles vers des valeurs plus élevées : la population des grains ayant une taille inférieure à 15 μm a fortement diminué. Dans le cas de la nuance à 1% de cuivre, les distributions de tailles sont sensiblement identiques dans le domaine des faibles tailles ; même en recuit base, on conserve une fraction de petits grains importante. Cela est dû à la formation continue, au cours de la recristallisation, de "paquets" de grains fins, comme nous l'avons montré au paragraphe précédent. La différence d'histogramme entre les deux traitements réside dans la fin de la distribution : en recuit base, la fraction de grains recristallisés ayant une taille supérieure à 30 μm est plus élevée d'un facteur 1,5 par rapport au recuit continu.

4.3. Texture de recristallisation :

4.3.1. Texture globale :

Nous avons mesuré la texture de recristallisation des différents aciers IF après un cycle de recuit base complet, c'est à dire un chauffage à $10^{\circ}\text{C.h}^{-1}$ jusqu'à 700°C , un maintien de 10 heures à cette température suivi d'une trempe. Elles sont représentées figure III.30.

Sans cuivre, les orientations sont essentiellement concentrées le long de la fibre γ avec un léger maximum au voisinage de $\{111\}\langle 112\rangle$. Comparée à la texture obtenue après recuit continu, les intensités sont plus élevées : le maximum passe de 9,5 à 11,5. Ce renforcement est lié à la phase de croissance qui a lieu après la recristallisation primaire, au cours du recuit ; ces résultats sont en accord avec les observations de Lanteri et al. [LAN 98].



*Figure III.30 : FDO obtenue après recuit base en fonction de la teneur en cuivre (Coupe à $\phi_2=45^\circ$).
Niveaux : 2 - 4 - 6 - 8*

La nuance à 0,3% de cuivre présente sensiblement la même distribution d'orientations, le maximum le long de la fibre γ étant aussi au voisinage de $\{111\}\langle 112\rangle$; les intensités sont un peu plus faibles que celles de l'acier sans cuivre. Une addition de 1% de cuivre modifie fortement la texture de recristallisation : en effet, elle est composée d'une fibre γ avec un fort maximum en $\{111\}\langle 112\rangle$: l'intensité de cette composante est proche de 12 alors qu'elle est, en moyenne, inférieure à 8 le long de la fibre. D'autre part, la fibre α présente un profil diffus : le maximum n'est plus localisé en $\{111\}\langle 110\rangle$, comme c'est le cas pour les nuances à faible teneur en cuivre ; les orientations s'étendent de $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\{111\}\langle 110\rangle$ et le maximum est étalé de $\{112\}\langle 110\rangle$ à $\{111\}\langle 110\rangle$. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à cette nuance pour l'étude de la formation de la texture au cours du recuit base.

La figure III.31 présente l'évolution de la texture mesurée par RX au cours de la recristallisation, en fonction de la température (au cours du chauffage) ou du temps (au cours du maintien). Elle montre qu'au cours du chauffage, la texture globale évolue peu ; elle est la même à 650°C qu'à l'état initial. Donc, avant que la recristallisation ne démarre, la FDO n'est pas modifiée. Au bout de 10 minutes de maintien à 700°C (ce qui correspond à une fraction recristallisée de 70%), on note un léger renforcement de la texture le long de la fibre α , notamment entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ et le long de la fibre γ , l'intensité de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$ est plus élevée. Puis, lorsque le temps de maintien augmente, la fibre γ se renforce autour de $\{111\}\langle 112\rangle$ tandis que

l'intensité de la fibre α décroît ; en fin de traitement, l'acier présente un fort maximum au voisinage de $\{111\}\langle 112 \rangle$ ainsi qu'une fibre α résiduelle dont les orientations s'étendent de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{112\}\langle 110 \rangle$.

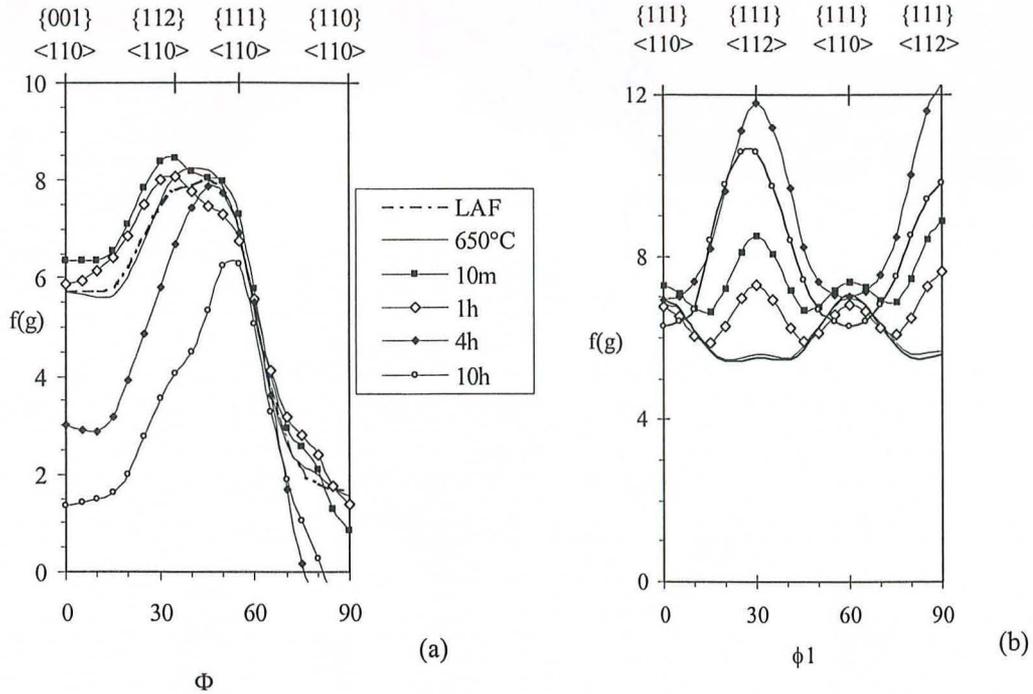


Figure III.31 : Densité d'orientations le long des fibres α (a) et γ (b) de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre en fonction de la température (au cours du chauffage) ou du temps (au cours du maintien), lors d'un cycle de recuit base.

4.3.2. Analyse EBSD :

Les observations microstructurales ont montré la formation de zones de petits grains au cours du recuit base. Nous avons réalisé des analyses EBSD pour identifier l'orientation de ces grains. La figure III.32 présente une cartographie EBSD et les figures de pôles associées obtenues sur l'acier à 1% de cuivre après un maintien de 10 minutes à 700°C ; le pas d'indexation est de 0,1 μm . Les orientations de couleur bleu-vert appartiennent à la fibre α , tandis que les tons rouge-orangé correspondent à la fibre γ .

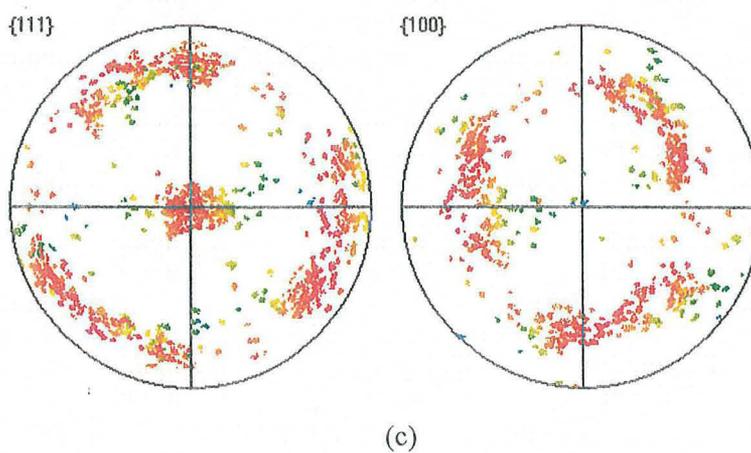
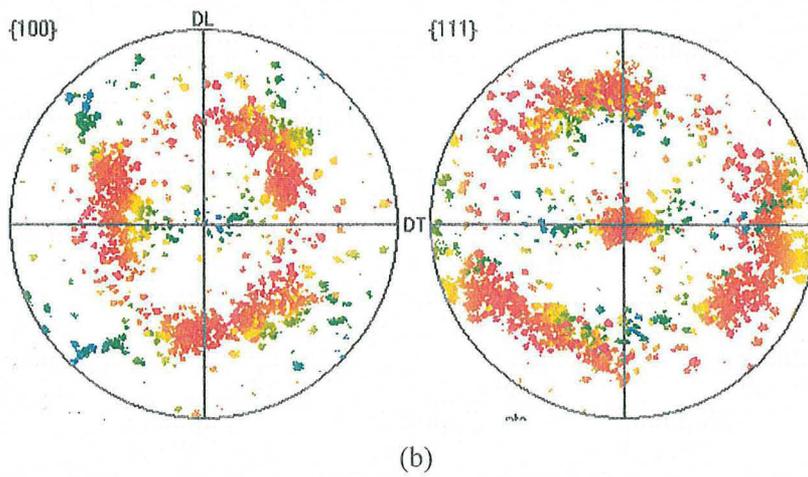
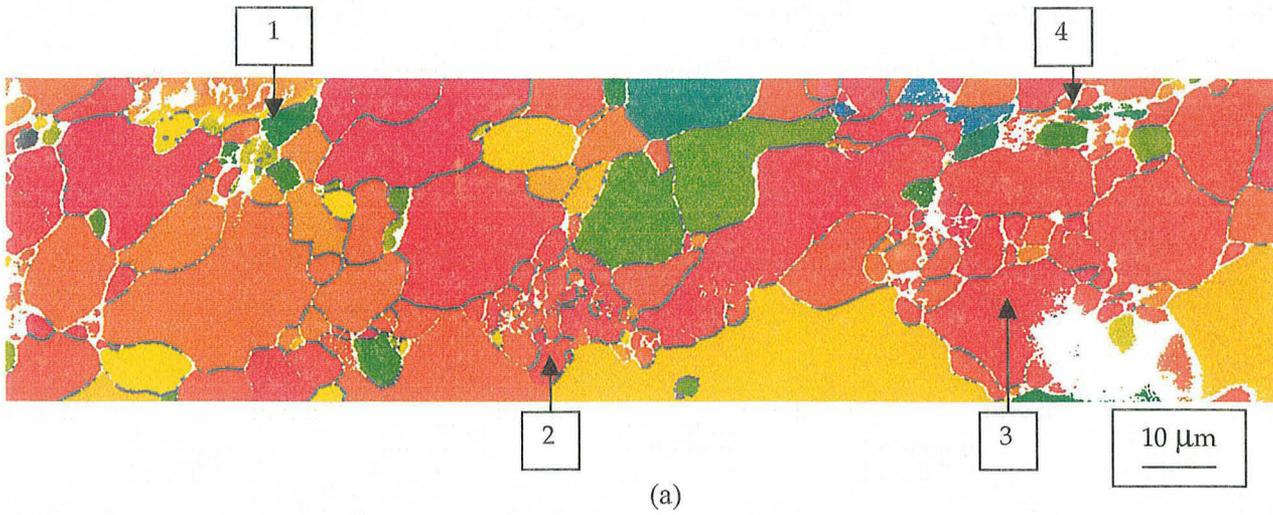


Figure III.32 : Cartographie EBSD (a) de l'acier à 1% de cuivre après recuit base de 10 minutes à 700°C et figures de pôles $\{100\}$ et $\{111\}$ associée à la cartographie complète (b) et aux grains de taille inférieure à 5 μm (c).

La distribution de tailles est hétérogène, la taille des grains variant de quelques microns à plus de 20 μm ; les plus gros grains appartiennent à la fibre γ . De plus, elle confirme l'existence de grains recristallisés appartenant à la fibre α (grains verts et bleus) dont les orientations varient entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$; les plus gros mesurent une dizaine de microns. Trois zones à petits grains sont visibles. Les désorientations entre ces grains sont élevées : dans les zones 1 et 2 (cf. figure III.32(a)), les désorientations entre grains sont comprises entre 15 et 45° ; dans la zone 3, elles sont d'une dizaine de degrés. Leurs orientations sont très dispersées : comme le montre la figure III.32(c), elles appartiennent aussi bien à la fibre α qu'à la fibre γ . Il est difficile de déterminer l'orientation du grain déformé dans lequel ces petits grains se sont formés. Dans les zones 1 et 4, des grains appartenant à la fibre α se sont formés ; les zones déformées avoisinantes ont une orientation proche de $\{111\}\langle 110\rangle$. Toutefois, il est difficile de conclure sur une relation entre la nature du grain recristallisé et son voisinage car le grain déformé visible peut aussi bien correspondre au grain d'origine qu'au grain déformé voisin.

5. Discussion :

Dans ce paragraphe, nous discutons de la pertinence des résultats obtenus sur l'acier sans cuivre vis-à-vis des données de la littérature. Ceux concernant les aciers enrichis au cuivre font l'objet du chapitre VI.

5.1. Etat laminé à froid :

A l'issue du laminage à froid à un taux de réduction de 75%, la sous-structure observée correspond à celle décrite par Smith et Dillamore [SMI 72] sur du fer pur laminé à 70%, et par Every et Hatherly [EVE 74] sur un acier Al-K. Du point de vue de la texture, la formation des deux fibres α et γ au cours du laminage à froid est un résultat classique des aciers extra-doux ; les textures expérimentales obtenus sont en accord avec celles données dans la littérature [SCH 86, URA 94].

5.2. Evolution au cours du recuit :

5.2.1. Etude cinétique :

Au cours du recuit continu, la recristallisation démarre à 700°C. Les premiers grains apparaissent au voisinage des joints de grains et en position intragranulaire ; leur orientation appartient à la fibre γ . Ce résultat renforce ceux obtenus par de nombreux auteurs, comme par exemple Parnière [PAR 81], Vanderschueren et al. [VAN 94] ou Kiaei [KIA 96]. L'étude de la vitesse de germination a mis en évidence deux stades lors de la recristallisation : pour les fractions recristallisées inférieures à 60%, la germination a lieu à "vitesse" sensiblement constante ; au-delà de cette valeur, la "vitesse de

germination" est quasiment nulle. Ceci indique un changement dans le déroulement de la recristallisation : à partir de 60% de recristallisation, il ne se forme pratiquement plus de nouveaux grains. La recristallisation progresse par croissance des grains recristallisés pré-existants ; cette observation a été confirmée par l'analyse des histogrammes de taille : au-delà de 60%, le pourcentage de grains ayant une taille inférieure à 4 μm diminue. Ces résultats complètent ceux déjà connus dans la littérature (Chapitre I §2.3.2) : la diminution de la vitesse de germination coïncide avec la fin de la germination rapide des grains $\{111\}$, la plus favorable d'après Hutchinson [HUT 84]. Ceci est également en accord avec les résultats de Samajdar et al. [SAM 97] et Hutchinson [HUT 95] qui notent un ralentissement de la cinétique de recristallisation pour des fractions recristallisées supérieures à 70%, ralentissement qui s'accroît au-delà de 90%. Ce phénomène est associé à la disparition de la fibre α par croissance des grains γ recristallisés dans celle-ci.

5.2.2. Formation de la texture :

La texture des premiers grains recristallisés mesurée par EBSD se compose essentiellement d'une fibre γ homogène. En fin de recuit continu, la texture obtenue est similaire : les orientations sont concentrées le long de la fibre γ avec un léger maximum proche de $\{111\}\langle 112\rangle$. La texture finale correspond à la texture initiale ; ceci montre qu'elle se forme par un mécanisme de germination orientée : l'orientation des germes contrôle la texture finale. Nos résultats viennent donc renforcer la théorie de la germination orientée déjà avancée par de nombreux auteurs (cf. chapitre I). La théorie avancée par Inagaki [INA 87] prévoit que l'intensité de la texture de recristallisation est maximale en $\{111\}\langle 110\rangle$; cela ne correspond pas à ce que nous observons. Le mécanisme proposé par Hutchinson [HUT 89] peut s'appliquer en partie dans notre cas : l'intensité des composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ s'inverse au cours de la recristallisation par rapport à la texture de laminage à froid. Cependant, il ne permet pas d'expliquer que le maximum n'est pas exactement en $\{111\}\langle 112\rangle$ mais dévié de cette position vers $\{554\}\langle 225\rangle$. Pour déterminer l'origine de cette déviation, il faudrait réaliser une étude des orientations locales tout au long de la restauration afin d'identifier les sites de germination de cette composante.

Après un cycle de recuit base, la texture de recristallisation est plus intense qu'après recuit continu et on note un renforcement de la composante proche de $\{111\}\langle 112\rangle$. En parallèle, la taille de grains est plus élevée (20 μm à l'issue du cycle). Comme l'avaient montré Lanteri et al. [LAN 98], la phase de croissance permet un renforcement de $\{111\}\langle 112\rangle$. Ces grains possèdent un avantage de taille par rapport aux autres orientations lié au fait que ce sont les premiers grains qui apparaissent, ce qui leur confère une plus grande stabilité.

6. Récapitulatif :

Ces premiers résultats expérimentaux ont permis de caractériser quantitativement les effets du cuivre sur la recristallisation en terme de cinétique et de texture. Ils ont montré que le cuivre décale la recristallisation en retardant et en modifiant la germination : le nombre de germes est plus faible que dans le cas de l'acier sans cuivre ; la vitesse d'apparition des germes est non nulle pour des fractions recristallisées supérieures à 60%.

Le cuivre agit également sur les textures : à l'issue du laminage à froid, l'intensité des composantes augmente avec la teneur en cuivre. Après recristallisation, la texture se compose d'une fibre γ , comme dans le cas de l'acier sans cuivre, et d'une fibre α résiduelle dont les orientations sont comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$, l'intensité de ces dernières est plus élevée lorsque la recristallisation a lieu en recuit base.

Afin d'interpréter ces observations expérimentales, nous nous sommes intéressés à l'état structural du cuivre. Cette étude fait l'objet du chapitre IV.

CHAPITRE IV : ETUDE DE LA PRECIPITATION

L'étude bibliographique et l'analyse des traitements thermomécaniques ont montré que le cuivre est susceptible de précipiter au cours du processus de mise en forme et plus particulièrement pendant l'étape simulant le bobinage. De plus, les premiers résultats expérimentaux ont mis en évidence un effet non négligeable du cuivre sur la cinétique de recristallisation et les textures associées. Afin d'analyser plus avant ces phénomènes, une analyse qualitative (par MET) et quantitative (par DNPA) de la précipitation a été effectuée. La solubilité du cuivre dans la ferrite étant fonction de la température, l'état de précipitation est susceptible d'évoluer au cours du recuit : la fraction volumique et la taille moyenne des précipités peuvent varier. Aussi, la caractérisation des précipités a eu lieu sur l'état initial du matériau, c'est à dire après laminage à chaud et refroidissement à la température ambiante (que nous désignerons par la suite par "état laminé à chaud"), et également au cours des différents types de recuit réalisés. La plupart des analyses a été réalisée sur l'état non déformé.

1. Observation en MET :

Des lames minces ont été prélevées dans le plan (DL, DT) sur des échantillons de tôle en fin de laminage à chaud et refroidissement. Dans ce cas, on est en présence de peu de dislocations, contrairement à ce que l'on peut observer sur les tôles laminées à froid. Cette première étude a mis en évidence deux grandes "classes" de précipités : d'une part, les précipités propres aux aciers IF-Ti, et d'autre part les précipités contenant du cuivre. Ces deux points seront détaillés dans la suite de ce paragraphe.

1.1. Précipités au titane :

Compte tenu des traitements subis par le matériau et d'après la bibliographie [COP 95], les différents précipités que l'on peut trouver sont les suivants :

- * des carbosulfures de titane ($Ti_4C_2S_2$)
- * des sulfures de titane (TiS)
- * des carbures de titane (TiC), qui piègent tout le carbone restant en solution solide après la formation des carbosulfures de titane
- * des nitrures de titane.

1.1.1. Acier sans cuivre :

Sur la nuance de référence sans cuivre, différents types de précipités ont été observés. Sur la figure IV.1, nous montrons des précipités de forme sphérique ou en plaquettes dont les dimensions moyennes sont de l'ordre de plusieurs centaines de nanomètres.

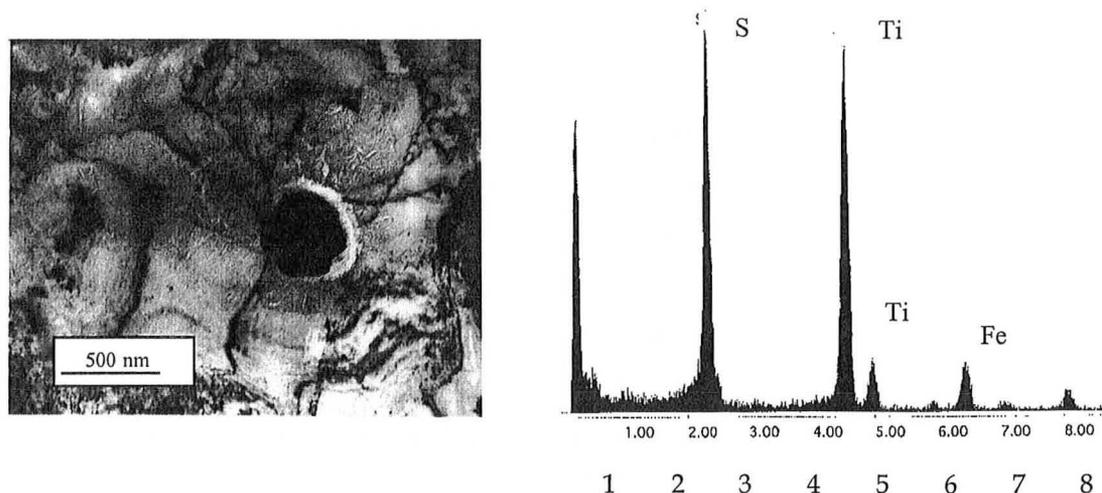


Figure IV.1 : micrographie MET (champ clair) et spectre EDX d'un précipité observé sur la nuance à 0% de cuivre (observation sur lames minces)

Le spectre EDX de cette particule révèle différents pics d'énergie associés au soufre, au titane et au fer. Le pic associé au fer peut être considéré comme représentatif de la contribution de la matrice au spectre d'énergie. L'analyse de la matrice environnante n'a pas permis de détecter de titane et de soufre en solution solide dans la matrice. Pour ce précipité, on est en présence soit d'un sulfure, soit d'un carbosulfure de titane, le carbone n'étant pas détecté par EDX. Pour conclure sur la nature exacte du précipité, il faudrait calibrer avec grande précision l'analyseur : le rapport entre les hauteurs de pics du soufre et du titane serait alors proportionnel au rapport en teneur atomique.

Une deuxième population de précipités, de taille nettement inférieure à la première catégorie (cf. figure IV.2) est également observée pour cette nuance. Elle est de forme sphérique ; le diamètre moyen est de l'ordre de 10 nm, avec des valeurs allant jusqu'à plus de 20 nm. L'analyse EDX révèle la présence de titane et l'absence de soufre ou tout autre élément : nous pouvons ainsi considérer qu'il s'agit de carbures de titane.

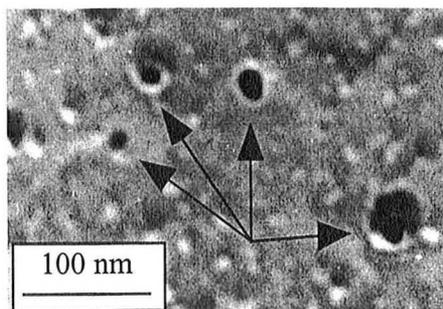


Figure IV.2 : Précipités (Carbures de titane) observés sur la nuance à 0% de cuivre (Micrographie MET sur répliques)

1.1.2. Acier à 0,3% et 1% de cuivre :

Sur les nuances enrichies en cuivre, on retrouve le même type de précipités, à savoir :

- des précipités dont les dimensions moyennes sont de plusieurs centaines de nanomètres et dont le spectre EDX se compose d'un pic associé au titane et d'un pic associé au soufre (cf. figure IV.3).
- de petits précipités dont le diamètre moyen est inférieur à 50 nm, et dont l'analyse EDX ne révèle que la présence de titane (cf. figure IV.4). Il s'agit donc là de carbures de titane.

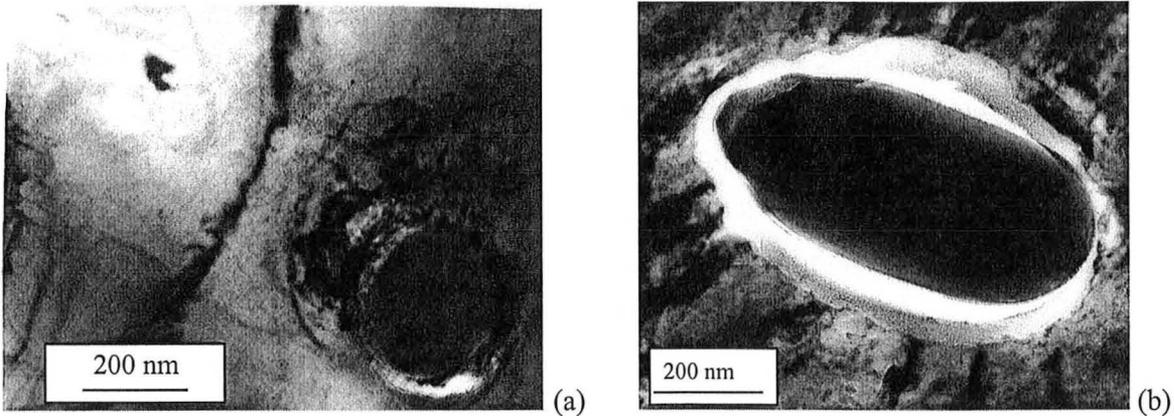


Figure IV.3 : Précipités mixtes Ti/S observés sur l'acier IF-Ti à 0,3% de cuivre (a) et sur l'acier à 1% de cuivre (b) à l'état laminé à chaud (Micrographies MET sur lames minces)

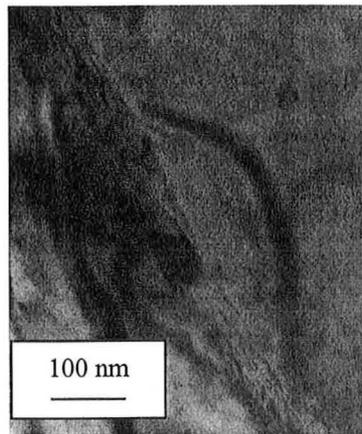


Figure IV.4 : Carbure de titane observé sur l'acier à 0,3% de cuivre à l'état laminé à chaud (Micrographie MET sur lame mince)

Dans tous ces précipités "propres" aux aciers Ti-IF, nous n'avons pas décelé la présence de cuivre : il ne semble pas qu'il y ait eu formation de composés mixtes avec les carbosulfures de titane, contrairement à ce qui a été observé par Morita après un maintien d'une heure à 750°C [MOR 94]. Cependant, les lames minces réalisées sur les nuances à 0,3% et 1% de cuivre ont montré la présence d'autres précipités que nous allons maintenant présenter.

1.2. Précipités au cuivre :

1.2.1. Nuance à 1% de cuivre.

Sur la figure IV.5a, on observe une fine population de précipités, de forme sphérique et de diamètre moyen aux environs de 30 nm. La majorité d'entre eux ne présente pas de localisation particulière sur les défauts, notamment les dislocations, comme le montre la figure IV.5b. A plus fort grossissement (cf. figure IV.5c), on distingue encore d'autres précipités qui apparaissent grisés (indiqués par les flèches) et dont la taille moyenne apparente est de l'ordre de la dizaine de nanomètres. On a donc une population, voire une double population de précipités dont la distribution de tailles varie de quelques nanomètres à une cinquantaine de nanomètres ; la répartition dans la matrice est dense et relativement homogène.

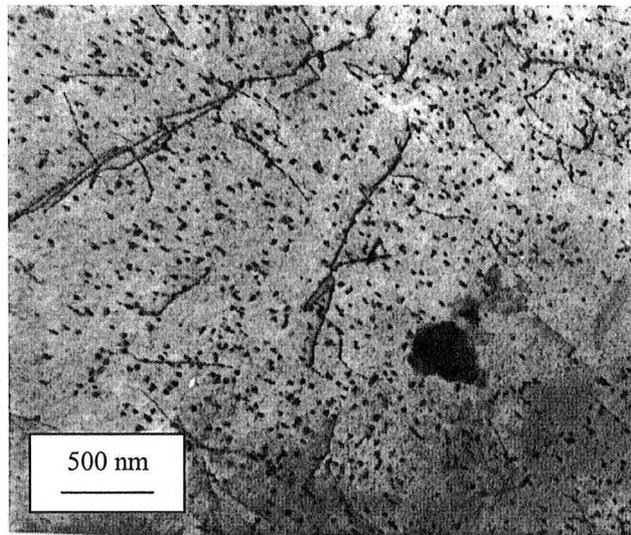
Les spectres EDX réalisés sur ces différents précipités sont tous identiques ; ils sont composés de 2 pics : celui du fer et celui du cuivre. Dans chaque cas, l'analyse de la matrice environnante n'a pas révélé la présence de cuivre en solution solide. On peut donc considérer que le cuivre est essentiellement localisé dans le précipité. Le signal du fer est dû à la matrice, mais il peut également comporter une contribution du précipité. En effet il ressort, de l'étude bibliographique, une incertitude quant à la composition chimique des précipités de taille inférieure à 3 nm qui peuvent être des composés mixtes fer/cuivre. L'analyse EDX pratiquée ici sur lames minces montre qu'il existe des précipités au cuivre mais leur composition chimique ne peut être clairement déterminée.

Ainsi, les premières observations réalisées sur l'état laminé à chaud de la nuance à 1% de cuivre ont montré la présence de nombreux précipités qui sont soit sous forme de cuivre pur, soit de composés mixtes fer/cuivre. La précipitation est fine et dense et les dimensions moyennes varient globalement de 10 (voire moins) à une cinquantaine de nanomètres.

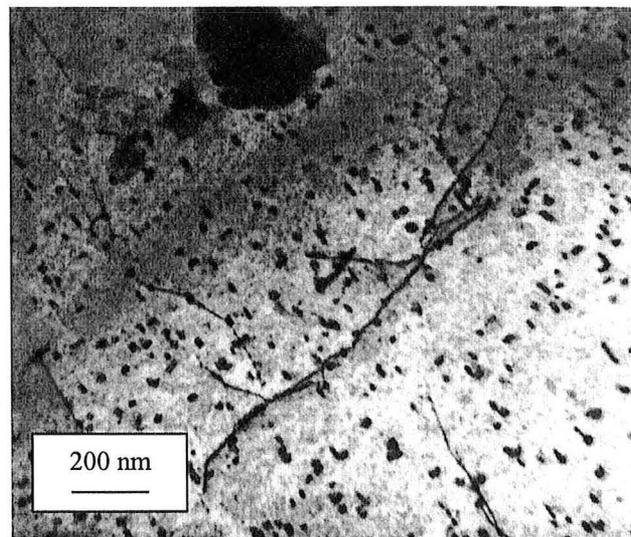
1.2.2. Nuance à 0,3% de cuivre.

Le même type d'observations a été fait sur l'état laminé à chaud contenant 0,3% de cuivre. Là encore, outre les précipités généralement rencontrés dans les aciers IF-Ti, il existe une deuxième population de précipités. Ces précipités sont indiqués par des flèches (figure IV.6(a)) ; leur densité est élevée. Comparativement à la nuance à 1% de cuivre, la distribution des tailles de particules semble plus étroite : en effet, la taille moyenne est de l'ordre de 10 à 20 nm et on n'observe pas de précipités de diamètre moyen voisin de 50 nm, alors qu'ils étaient nombreux dans le cas précédent.

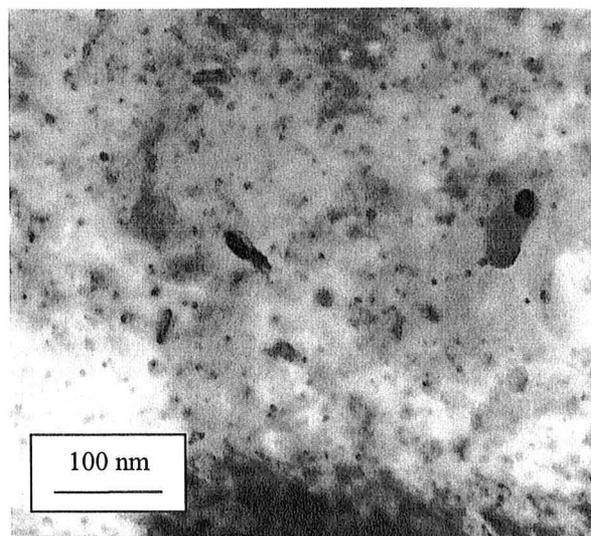
Une analyse EDX a été réalisée sur de nombreux précipités ; tous les spectres obtenus, dont un exemple est présenté en figure IV.6(b), sont comparables. Ils sont composés de deux pics d'énergie, associés au fer et au cuivre ; on est donc en présence de précipités de même type que ceux observés sur la nuance à 1% de cuivre : il s'agit soit de précipités de cuivre pur, soit de composés mixtes fer/cuivre.



(a)

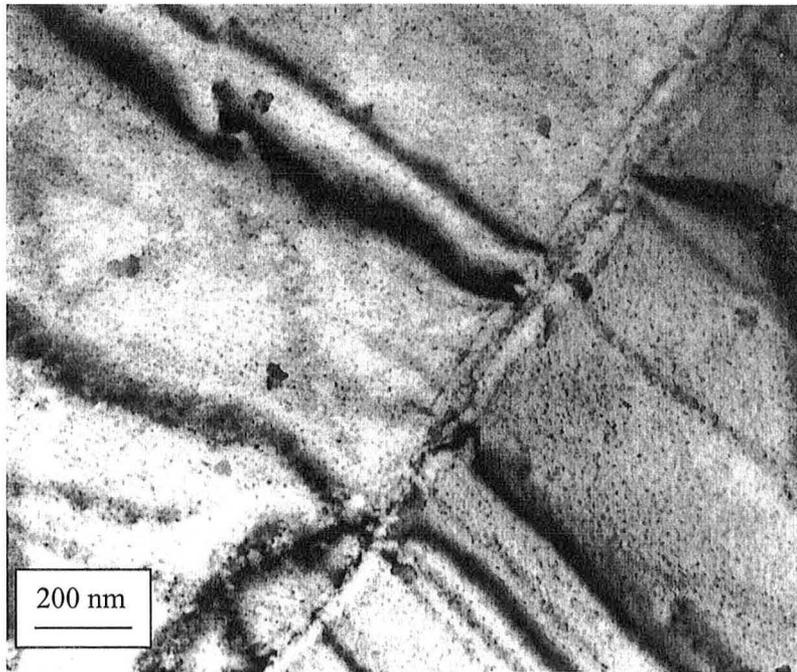


(b)

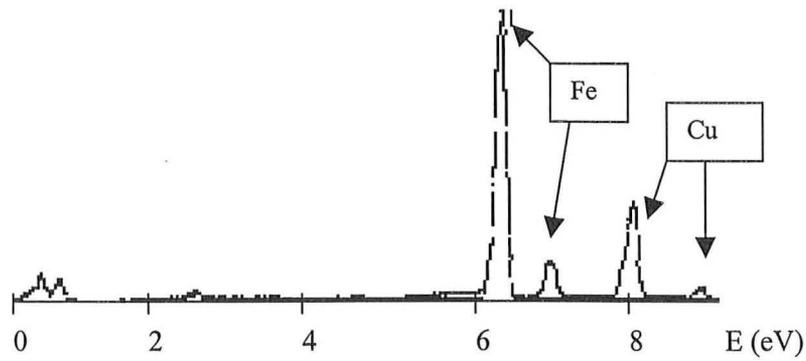


(c)

Figure IV.5 : Précipités au cuivre observés sur la nuance à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud (micrographies MET)



(a)



(b)

Figure IV.6 : Précipités au cuivre observés sur l'acier à 0,3% de cuivre à l'état laminé à chaud.

(a) : micrographie MET ; (b) : spectre EDX.

1.3. Récapitulatif :

L'analyse qualitative a montré qu'après laminage à chaud et bobinage, il existait deux catégories de précipités : d'une part, les précipités au titane classiquement formés dans les aciers IF-Ti et, d'autre part, des précipités au cuivre. Dans le cas de la nuance à 1% de cuivre, ils se répartissent en deux populations : l'une de diamètre moyen de l'ordre de la vingtaine de nanomètres et l'autre de diamètre moyen inférieur à 10 nm. Ces valeurs ne sont que des ordres de grandeur : en effet, pour les particules de petite taille, cohérentes avec la matrice, le contraste est très faible ; il est donc difficile d'en déterminer avec précision les dimensions. L'analyse EDX a montré que le cuivre ne formait pas de précipités mixtes avec les précipités au titane, et pour les précipités au cuivre, il s'agit soit de cuivre pur, soit de composés mixtes fer/cuivre.

La présence de ces précipités va influencer la cinétique de recristallisation. La force de freinage qui leur est associée est fonction de leur taille et de leur fraction volumique. Ces deux paramètres sont donc à quantifier.

Par ailleurs, ces précipités sont susceptibles de se remettre en solution au cours du chauffage lors du recuit ultérieur : en effet, l'étude bibliographique a montré que la solubilité du cuivre augmente avec la température et dépasse 1% pour des températures supérieures à 760°C. Il est donc nécessaire d'étudier l'évolution des précipités au cours du chauffage ; cela a été réalisé par DNPA.

2. Evolution des précipités au cours du chauffage :

Comme nous l'avons mentionné dans le chapitre II, l'étude par DNPA a été effectuée au laboratoire Léon Brillouin (LLB, CEA-CNRS) en collaboration avec M.H. Mathon. L'objectif était de quantifier l'état de précipitation du cuivre à l'état laminé à chaud mais également son évolution au cours des différents traitements thermiques utilisés (recuit continu et recuit base). Nous présentons successivement les résultats obtenus dans le cas d'un chauffage rapide ($10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) et d'un maintien isotherme entre 400°C et 800°C.

2.1. Procédure expérimentale :

Nous avons effectué deux grandes séries d'expériences (cf. figure IV.7) :

- la première vise à caractériser l'évolution des précipités au cours d'un chauffage rapide similaire à celui effectué en recuit continu, c'est à dire avec une vitesse de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ interrompu par trempe à différentes températures (comprises entre 20 et 800°C), ceci afin de corréler les cinétiques de modification de la précipitation et les cinétiques de recristallisation. On admet qu'aucune évolution structurale ne se produit au cours de la trempe rapide.

- La seconde série concerne des échantillons ayant subi un maintien isotherme de 24 heures à différentes températures, ceci afin de se rapprocher des conditions de chauffage lent utilisé en recuit base.

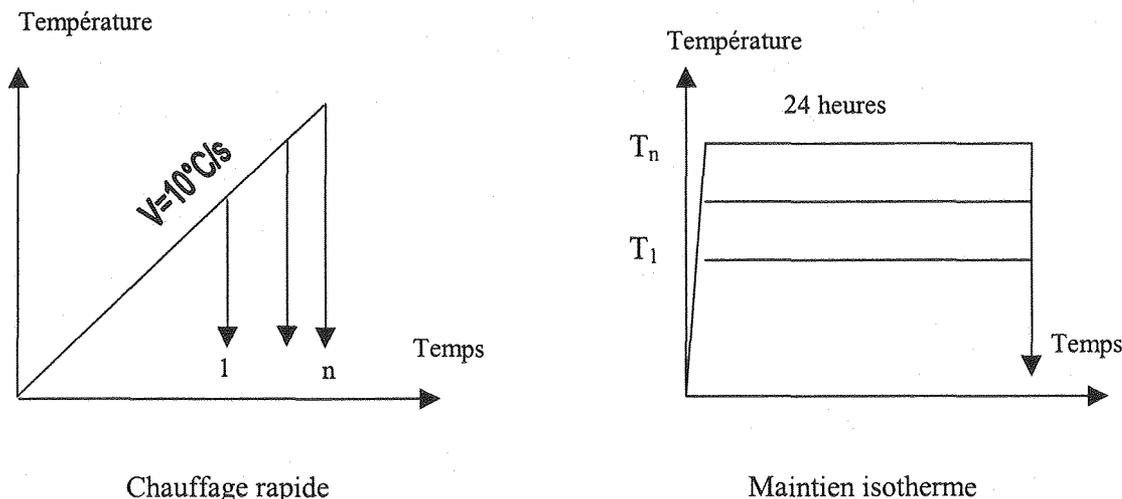


Figure IV.7 : Schéma du programme d'essais de DNPA.

Pour tous ces essais, l'état initial correspond à l'état laminé à chaud afin de s'affranchir des changements de microstructure liés à la recristallisation. Le témoin est constitué d'un échantillon à 0% de cuivre pris également à l'état laminé à chaud. Toutefois, afin de définir l'influence d'une pré-déformation sur les cinétiques d'évolution des précipités, quelques échantillons laminés à froid ont également été étudiés ; nous verrons dans ce paragraphe les difficultés liées à l'analyse de cette série d'échantillons.

Une mesure de dureté Vickers a été effectuée sur chaque échantillon et les résultats sont consignés figure IV.8. Ils permettent une première évaluation de l'amplitude des modifications structurales.

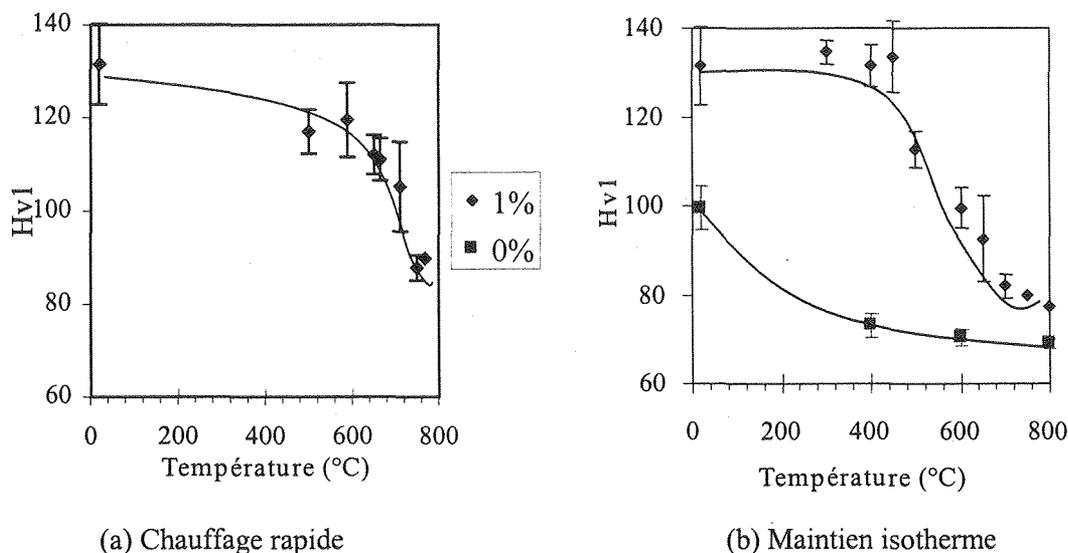


Figure IV. 8 : Evolution de la dureté Vickers au cours du chauffage rapide et du maintien isotherme

En maintien isotherme, la dureté de l'échantillon sans cuivre présente une chute de dureté de 25% entre la température ambiante et un recuit à 400°C. Pour des températures variant entre 400°C et 800°C, elle évolue peu. La dureté de l'acier à 1% de cuivre évolue pour des températures supérieures à 400°C ; sur ce domaine, la dureté étant sensiblement constante, on peut considérer que l'état de précipitation de l'acier IF sans cuivre est constant. Par conséquent, on prendra comme référence le spectre de l'échantillon sans cuivre. A fortiori, il est raisonnable de considérer également que l'acier sans cuivre n'est pas affecté lors du recuit continu et l'état non recuit constitue un état de référence pour cette série d'essais. Dans le cas de l'acier IF à 1% de cuivre, que ce soit en chauffage rapide ou en maintien isotherme, la dureté chute au-delà d'une certaine température :

- 600°C en chauffage rapide
- 450°C en maintien isotherme

Compte tenu du fait que la dureté de l'échantillon sans cuivre ne varie presque pas, on peut donc attribuer les variations de dureté à l'évolution structurale du cuivre. Une chute de dureté peut être liée à la coalescence ou à la dissolution de précipités.

2.2. Résultats : acier à 0% de cuivre, laminé à chaud.

Afin de confirmer que l'état des précipités pour l'acier sans cuivre n'évoluait pas, trois échantillons d'acier sans cuivre ont été analysés par DNPA ; il s'agit de l'état non recuit et de deux états ayant subi un maintien isotherme de 24 heures à 600°C et 800°C. Les courbes donnant l'intensité diffusée en fonction du vecteur de diffusion, q , sont présentées figure IV.9. Dans le domaine de q exploré, on ne détecte que les précipités de taille inférieure à 100nm. Donc il n'y aura pas de contribution des nitrures de titane, ni des carbosulfures ou sulfures de titane dont les tailles dépassent la centaine de nanomètres : par conséquent, la seule espèce susceptible de produire un signal de diffusion est les carbures de titane (détectés en MET).

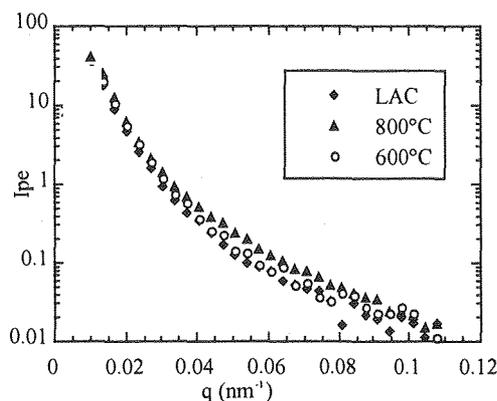


Figure IV.9 : Evolution de l'intensité perpendiculaire diffusée par un acier IF sans cuivre avant recuit et après maintien isotherme de 24 heures à 600°C et 800°C.

La figure IV.9 montre que l'évolution de l'intensité diffusée, qui est une fonction décroissante du vecteur de diffusion est semblable pour les états avant recuit et après un maintien à 600°C sont

semblables. Il n'y a pas de modification sensible de l'état de précipitation entre ces deux états. Par contre à 800°C, on note une légère augmentation du signal. Il semblerait donc qu'à cette température, les précipités évoluent.

Ainsi, dans le cas des échantillons ayant subi un maintien isotherme de 24 heures à des températures inférieures à 600°C, on pourra prendre comme échantillon de référence l'acier sans cuivre non recuit. Pour des températures plus élevées, l'interprétation des signaux sera plus complexe (bien que le signal soit tout de même peu modifié). Par ailleurs, compte tenu de la faible amplitude des changements observés en recuit isotherme et de la vitesse de chauffage beaucoup plus élevée en recuit continu, on peut considérer que l'état de précipitation de l'acier sans cuivre ne sera pas modifié au cours du chauffage, même au-delà de 800°C. Aussi, pour l'analyse des résultats en chauffage rapide, nous prendrons la courbe de l'échantillon sans cuivre non recuit comme courbe témoin.

2.3. Résultats pour l'acier à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud :

Nous présentons successivement les deux séries d'essais réalisés suivant le traitement thermique : en chauffage rapide et en maintien isotherme de 24 heures.

2.3.1. Chauffage rapide :

2.3.1.1. Intensité diffusée :

La figure IV.10 présente les variations de l'intensité diffusée dans le sens perpendiculaire et le sens parallèle à la direction du champ magnétique dans le cas de l'acier à 1% de cuivre laminé à chaud. Les barres représentent l'erreur statistique.

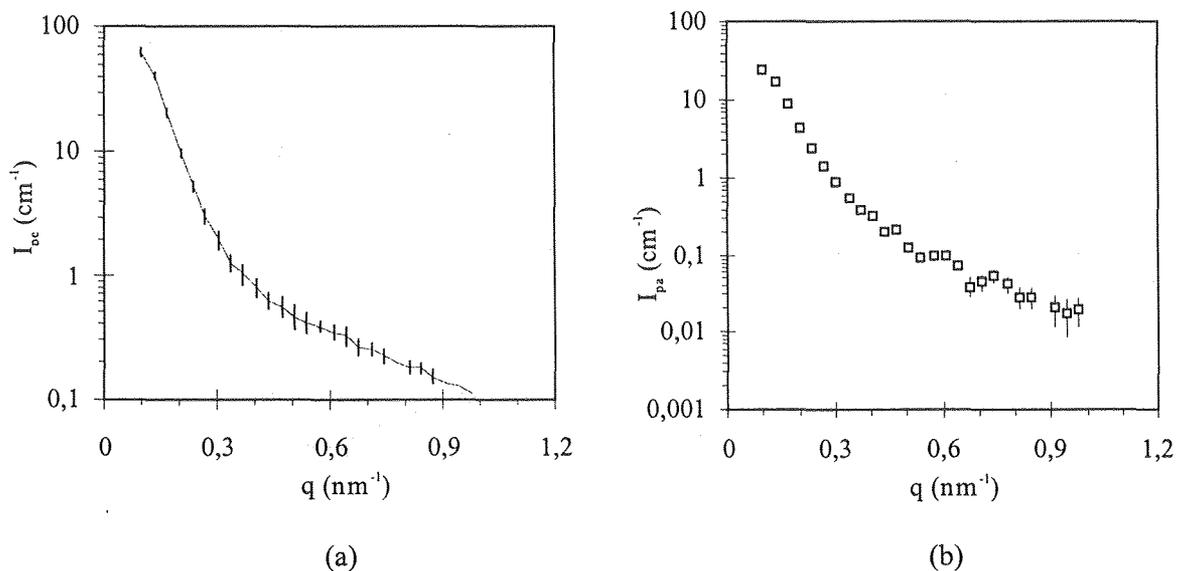


Figure IV.10 : Intensité diffusée dans les directions perpendiculaire (I_{\perp}) : a) et parallèle (I_{\parallel}) : b) au champ magnétique dans le cas de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud.

L'erreur statistique est plus élevée sur l'intensité diffusée dans le sens parallèle au champ, nous utiliserons principalement les variations de l'intensité diffusée dans le sens perpendiculaire à la direction du champ magnétique pour avoir la meilleure précision possible sur l'interprétation des courbes.

La figure IV.11 présente l'évolution de la courbe $I_{pe}=f(q)$ en fonction de la température de traitement, après soustraction de la courbe témoin.

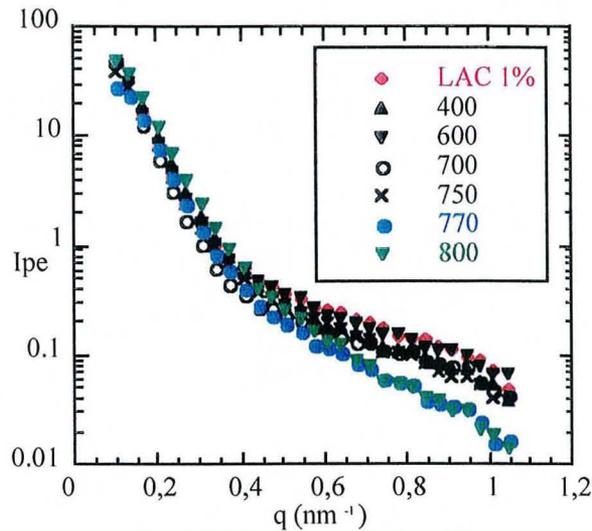


Figure IV.11 : Evolution de l'intensité perpendiculaire en fonction du vecteur de diffusion au cours du chauffage rapide après soustraction du témoin.

Le vecteur de diffusion étant inversement proportionnel à la taille des particules diffusantes, le domaine de petit (respectivement de grand) q correspond à de grande (respectivement de faible) taille de précipités, les « grandes » tailles correspondant à des rayons de quelques dizaines de nanomètres et les « petits » précipités, de l'ordre de quelques nanomètres. Dans le domaine des « petits » précipités, le nombre de coups enregistrés est faible ; donc, lors de l'analyse, on aura une mauvaise statistique sur ces points et une plus grande barre d'erreur sur les valeurs déduites.

Suivant la température de traitement, les résultats se divisent en deux groupes :

- A l'état initial (courbe rouge) et pour des échantillons ayant été chauffés à des températures inférieures à 750°C, les courbes sont globalement confondues : cela correspond à un état de précipitation peu différent.
- Pour les températures de recuit de 770 et 800°C, le signal enregistré aux faibles valeurs de q est sensiblement confondu avec celui des courbes précédentes. Donc la population des gros précipités de cuivre évolue peu au cours du recuit. Par contre, on remarque que, pour les valeurs de q élevées, l'intensité diffusée est plus faible que précédemment. Ceci traduit une évolution de l'état de précipitation, comme le laissaient prévoir les mesures de dureté Vickers.

2.3.1.2. Rayon moyen des précipités :

A partir de ces résultats, nous avons calculé le rayon moyen des précipités. Le calcul ne nécessite pas de connaître la composition chimique des précipités (contrairement à la fraction volumique). Celui-ci est calculé à partir d'un programme d'ajustement des courbes $I_{pe}=f(q)$ (cf. chapitre II) : chaque population est décrite par une gaussienne. L'ajustement est réalisé à partir des courbes $\ln(I_{pe})=f(q)$ de manière à "amplifier" les variations d'intensité diffusée obtenues aux valeurs élevées de q . La figure IV.12 compare les courbes $\ln(I_{pe})=f(q)$ expérimentale et calculée dans le cas de l'acier à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud. Elle montre qu'il y a un très bon accord entre la courbe calculée et les mesures expérimentales.

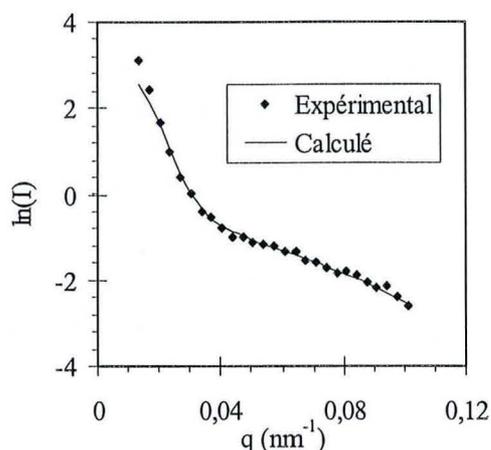


Figure IV.12 : Comparaison des courbes $\ln(I_{pe})=f(q)$ expérimentale et calculée dans le cas de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre à l'état initial.

Dans la figure IV.13, sont portées les variations des distributions de rayon des deux familles de précipités.

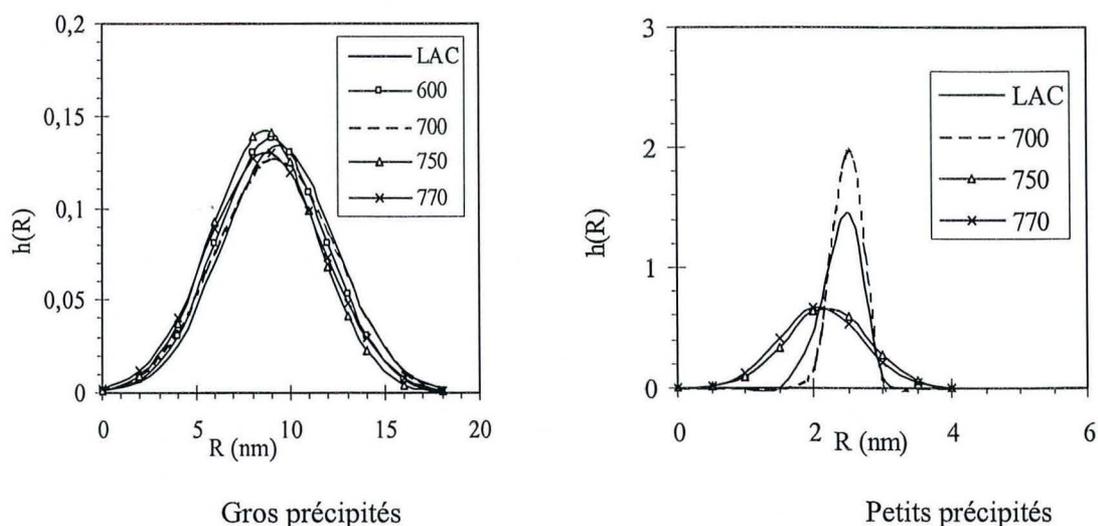


Figure IV.13 : Représentation de la distribution de tailles pour les deux populations de précipités, en fonction de la température de chauffage.

A la température ambiante (c'est à dire à l'état laminé à chaud), on obtient à nouveau deux familles de précipités :

- L'une de rayon moyen voisin de 9 nm et de largeur à mi-hauteur 3,6 nm
- L'autre de rayon moyen voisin de 2 nm ; la largeur à mi-hauteur est de 0,3 nm.

Ces données sont en bon accord avec les observations MET.

Au cours du chauffage, le rayon moyen et la distribution des gros précipités n'évoluent pas de manière significative : ils restent sensiblement égaux à leur valeur initiale. Il n'y a donc pas de coalescence des précipités pour cette vitesse de chauffage. De même, le rayon moyen des petits précipités évolue peu ; par contre, la distribution de taille s'élargit notamment pour les températures supérieures à 700°C.

2.3.1.3. Rapport A :

Le rapport A peut fournir des renseignements sur la composition chimique des précipités. Tous les échantillons traités en chauffage rapide présentent des distributions de rapport A analogues. La figure IV.14 présente l'évolution du rapport des intensités en fonction du vecteur de diffusion pour l'échantillon chauffé jusqu'à 770°C.

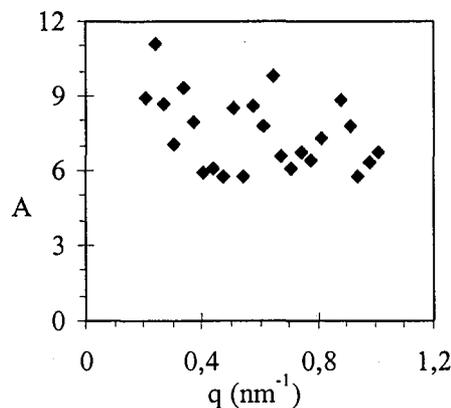


Figure IV.14 : Evolution du rapport A en fonction du vecteur de diffusion q, mesuré sur l'échantillon à 1% de cuivre chauffé jusqu'à 770°C.

Elle montre que, sur tout le domaine de q considéré, le rapport A varie entre 6 et 9, c'est à dire en dessous des valeurs prévues par le calcul théorique (cf. chapitre II) : 11 pour du cuivre pur, et 9 pour des composés fer/cuivre.

L'évolution du rapport A au cours du chauffage rapide est présentée figure IV.15 pour les deux familles de précipités (c'est à dire pour le domaine de q considéré).

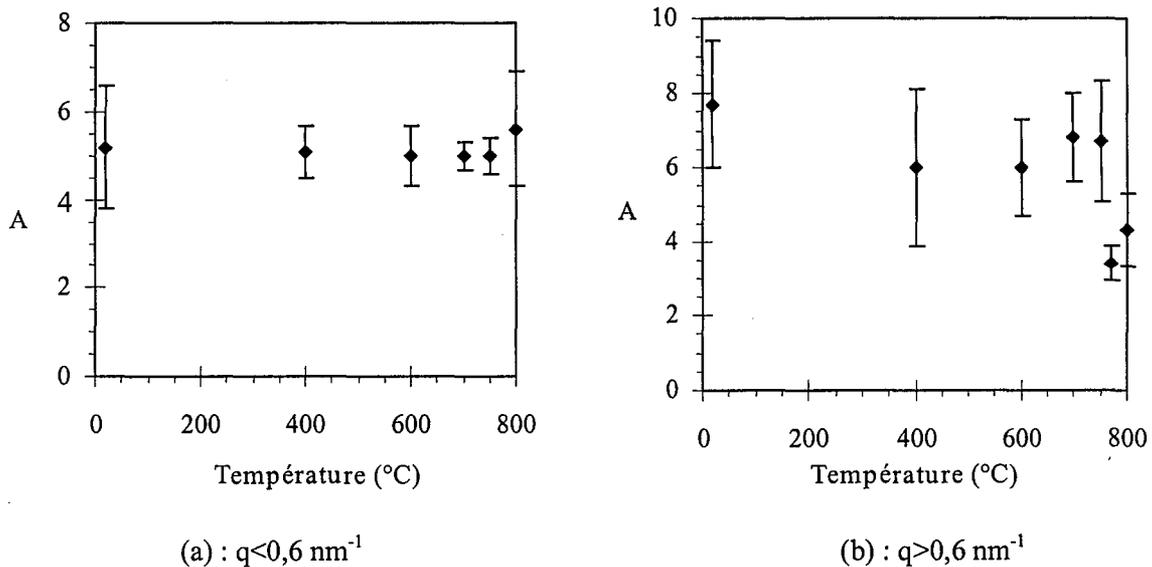


Figure IV.15 : Evolution du rapport A au cours du chauffage rapide en fonction du vecteur de diffusion q

Dans le domaine des gros précipités ($q < 0,6 \text{ nm}^{-1}$), le rapport A est constant au cours du chauffage et la valeur moyenne est voisine de 5. Donc on peut supposer que la composition chimique des gros précipités n'évolue pas en chauffage rapide. En ce qui concerne les petits précipités ($q > 0,6 \text{ nm}^{-1}$), le rapport A ne varie pas pour des températures inférieures à 750°C ; par contre, à 770°C et 800°C, on note une diminution significative de celui-ci.

2.3.1.4. Constante d'ajustement et fraction volumique :

Le programme d'ajustement donne, outre la valeur du rayon moyen, un facteur C qui vaut : $C = f_p * (\Delta\rho)^2$ où f_p est la fraction volumique de précipités et $(\Delta\rho)^2$, le contraste de diffusion défini au chapitre II. Si l'on suppose qu'il n'y a pas de modification de la composition chimique des précipités au cours du recuit, alors en première approximation, le facteur C est proportionnel à f_p . On peut donc utiliser ce paramètre pour représenter les variations de f_p . La figure IV.16 résume ces variations pour les deux familles de précipités : les « gros » qui correspondent à un rayon moyen de 9 nm et les « petits » qui ont un rayon moyen de 2 nm.

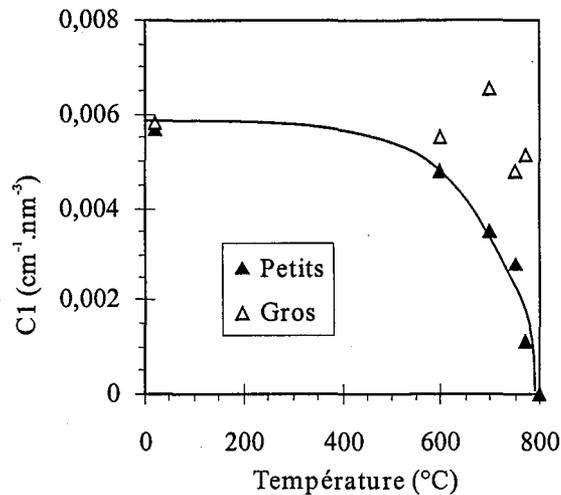


Figure IV.16 : Evolution du paramètre $C=f_p(\Delta\rho)^2$ en fonction de la température de chauffage pour les deux familles de précipités au cuivre.*

Examinons tout d'abord le cas des gros précipités. Sur le domaine de température exploré, le paramètre C reste constant : la fraction volumique des gros précipités reste constante. Le rayon moyen étant également constant dans le même intervalle de température, cela montre que la distribution des gros précipités ne varie pas. Si l'on s'intéresse aux petits précipités, le facteur C est quasiment constant jusqu'à 600°C et chute pour des températures supérieures pour devenir très faible à 770°C et 800°C : à 770°C, il est divisé par un facteur 6 par rapport à l'état initial ; à 800°C, il n'a pas été possible de détecter de petits précipités.

Pour calculer la fraction volumique de précipités, il est nécessaire de connaître leur composition chimique. Nous reprendrons cette analyse dans le paragraphe discutant de l'ensemble des résultats de ce chapitre.

Cette première analyse a mis en évidence les résultats suivants :

- *Gros précipités* : le rayon moyen, la composition chimique et la fraction volumique sont constants au cours du chauffage rapide.
- *Fins précipités* : le rayon moyen est sensiblement constant mais la fraction volumique diminue pour devenir pratiquement nulle à 800°C. Il peut être étonnant de ne pas détecter de variation du rayon moyen. Si l'on considère uniquement un rayon moyen et non une distribution de tailles, une diminution d'un rapport 4 de la fraction volumique correspond en fait à une variation de rayon moyen de 0,7 nm, ce qui correspond à la largeur de la distribution gaussienne.

2.3.2. Maintien isotherme :

Nous avons effectué des analyses similaires à celles présentées auparavant, pour les échantillons maintenus 24 heures à différentes températures.

2.3.2.1. Intensité diffusée :

Nous présentons ici les intensités diffusées dans le sens perpendiculaire au champ, pour chaque échantillon, telles qu'elles ont été enregistrées, c'est à dire avant toute soustraction du signal témoin, ainsi que la courbe obtenue pour l'acier IF sans cuivre. Les variations des signaux étant relativement complexes, nous analyserons successivement tous les spectres, les maintiens aux températures de 750°C et 800°C étant étudiés séparément.

- *Températures de maintien inférieures à 500°C :*

La figure IV.17 présente ces évolutions pour les températures de maintien inférieures à 500°C.

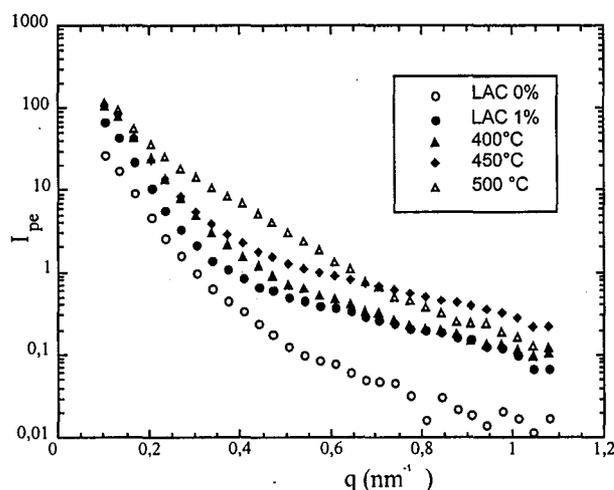


Figure IV.17 : Intensité diffusée dans le sens perpendiculaire par un acier IF à 1% de cuivre après un maintien isotherme de 24 heures à des températures comprises entre 20 et 500°C.

Pour tous les échantillons recuits à des températures inférieures ou égales à 500°C, les courbes $I_{pe}=f(q)$ sont au-dessus de l'échantillon « témoin » sans cuivre. On est donc bien en présence d'un nouveau type d'espèces diffusantes.

Pour la température de 400°C, les valeurs aux faibles q sont légèrement supérieures à celles obtenues pour l'échantillon à l'état initial ; aux plus grandes valeurs de q , les résultats sont semblables. Pour la température de 450°C, les intensités diffusées sont plus élevées que pour l'échantillon à l'état initial et les courbes sont parallèles ; cela indique que le rayon moyen des précipités est le même mais que leur fraction volumique a augmenté (sous condition que leur composition chimique n'ait pas varié). Après 24 heures à 500°C, le profil des intensités en fonction de q est modifié. En effet, pour les valeurs de q inférieures à $0,6 \text{ nm}^{-1}$, l'intensité diffusée est plus élevée que pour l'échantillon maintenu à 450°C et pour les valeurs de q supérieures à $0,6 \text{ nm}^{-1}$, elle est plus faible.

Par comparaison à l'échantillon traité à 450°C, cela correspond à une augmentation du nombre de précipités de grande taille conjointement à une disparition des petits précipités.

- *Températures de maintien comprises entre 500°C et 700°C :*

Pour les maintiens à des températures entre 600 et 700°C (cf. figure IV.18), on peut distinguer deux zones sur la courbe :

- Pour $q < 0,6 \text{ nm}^{-1}$ (approximativement), le signal est supérieur à celui de l'échantillon non recuit.
- Pour $q > 0,6 \text{ nm}^{-1}$, le signal est inférieur à celui de l'échantillon non recuit.

Cela indique qu'il y a une augmentation de la fraction volumique des gros précipités et que la fraction volumique de petits précipités diminue. Donc il semble qu'il y ait croissance ou coalescence des petits précipités d'autant plus importante que la température de maintien augmente.

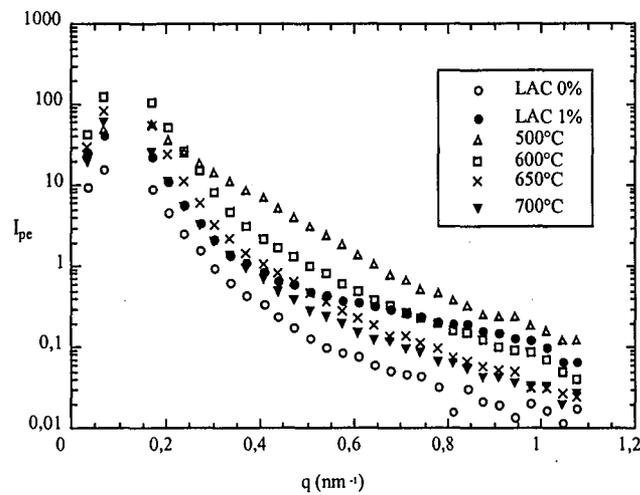


Figure IV.18 : Intensité perpendiculaire diffusée par un acier IF à 1% de cuivre après un maintien isotherme de 24 heures à des températures comprises entre 500°C et 700°C.

- *Cas des maintiens isothermes à 750°C et 800°C :*

La figure IV.19 représente l'intensité perpendiculaire en fonction du vecteur de diffusion pour un acier IF à 1% de cuivre maintenu 24 heures à 750°C et 800°C.

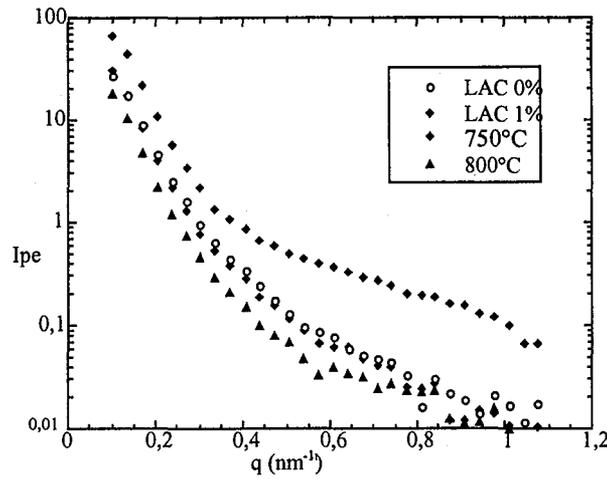


Figure IV.19 : Courbe $I_{pe}=f(q)$ après un maintien isotherme à 750°C et 800°C d'un acier IF à 1% de cuivre (la courbe de l'acier sans cuivre est également représentée à titre de comparaison).

Elle montre que, dans les deux cas et sur tout le domaine de q , l'intensité a fortement chuté et la courbe $I_{pe}=f(q)$ est en dessous de celle de l'échantillon à 1% de cuivre non recuit : donc on a dissous tous les précipités de cuivre. De plus, l'intensité diffusée est également plus faible que l'échantillon témoin (acier sans cuivre). Enfin, sur ces deux échantillons, le rapport A mesuré est de l'ordre de 1,5 (contre 6-8 pour les autres températures de traitement).

Comme dans le cas du chauffage rapide, on peut calculer l'évolution du rayon moyen, et de la constante en se limitant aux températures inférieures à 700°C.

2.3.2.2. Rayon moyen des précipités :

Le figure IV.20 présente les distributions de taille des deux populations de précipités en fonction de la température de maintien.

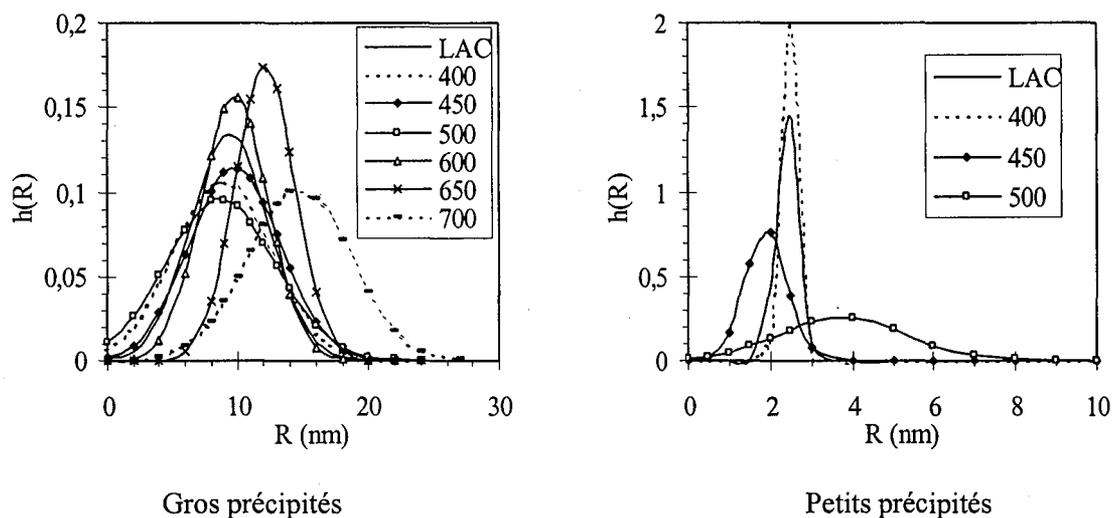


Figure IV.20 : Distribution de taille des deux populations de précipités en fonction de la température de maintien

Pour des températures inférieures à 500°C, on note toujours la présence de deux familles de précipités distinctes dont les rayons moyens sont respectivement : $R_1=9$ nm et $R_2=2$ nm. A partir de 500°C, la distribution en taille des petits précipités est modifiée de façon significative. Un décalage de la taille moyenne (de 2,3 nm à 3,8 nm) et un étalement de cette distribution sont obtenus. Cet étalement est tel que les distributions de taille des deux populations se recouvrent. Pour des températures plus élevée, 600-700°C, on ne peut plus représenter les résultats par une double population. Il y a une seule distribution continue des rayons moyens des précipités. Un déplacement du rayon moyen pour des températures plus élevées est ainsi obtenu, pouvant traduire un grossissement ou de la coalescence des précipités.

2.3.2.3. Evolution du rapport A :

Comme le montre la figure IV.21, le rapport A correspondant à la famille des gros précipités ($q < 0,6 \text{ nm}^{-1}$) est sensiblement constant sur toute la gamme de température explorée et voisin de 5-6. Il n'existe qu'une singularité pour la température de 650°C : la valeur de A et sa variabilité sont plus élevées. Dans le cas des petits précipités ($q > 0,6 \text{ nm}^{-1}$), le rapport A diminue entre l'état initial et 400°C ; entre 400 et 500°C, il augmente à nouveau, sa valeur moyenne passant de 5 à 7. Il faut toutefois noter que pour toutes les valeurs de A déterminées, la variabilité est grande.

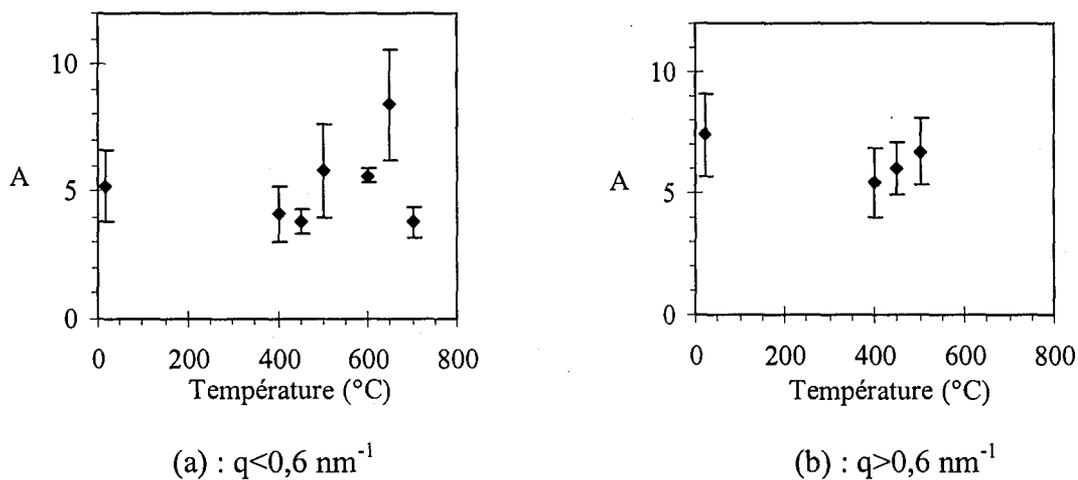


Figure IV.21 : Evolution du rapport A avec la température de maintien pour les deux familles de précipités.

2.3.2.4. Constante d'ajustement :

La figure IV.22 présente les variations de la constante d'ajustement en fonction de la température de maintien pour les deux familles de précipités.

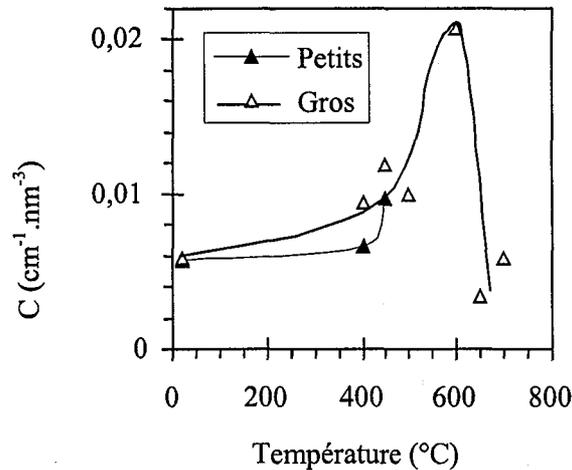


Figure IV.22 : Evolution du paramètre $C=f_p(\Delta\rho)^2$ en fonction de la température de maintien pour les deux familles de précipités.*

Dans le cas des petits précipités, on observe une très faible évolution du facteur C entre 20 et 450 $^{\circ}\text{C}$. Néanmoins, cette grandeur augmente légèrement. Les résultats obtenus à 500 $^{\circ}\text{C}$ conduisent à une valeur très élevée qui n'est pas portée sur cette figure : la constante C est de 0,03 $\text{cm}^{-1} \cdot \text{nm}^{-3}$.

Si nous considérons la famille des gros précipités, le facteur C augmente entre les températures de 20 et 500 $^{\circ}\text{C}$ d'un facteur 1,5. Considérant la composition chimique des précipités comme constante, cela traduit donc une augmentation de la fraction volumique des gros précipités. A 600 $^{\circ}\text{C}$, ce facteur augmente encore pour être multiplié par un facteur 4. A 650-700 $^{\circ}\text{C}$, sa valeur diminue à nouveau.

2.3.2.5. Récapitulatif :

Les expériences de DNPA en maintien isotherme ont mis en évidence les points suivants :

A 450 $^{\circ}\text{C}$, le rayon moyen des petits précipités n'évolue pas. Cependant, une légère augmentation du rapport C est observée par rapport à l'état initial. Il peut donc y avoir formation de nouveaux précipités au cours de ce maintien, ou une légère croissance des précipités existants, considérant que leur composition chimique reste constante. Pour les gros précipités, leur taille n'augmente pas de façon significative ; par contre, le rapport C est multiplié par 2. Ceci traduirait une croissance des gros précipités. Une augmentation d'un facteur 2 de la fraction volumique conduirait à une augmentation du rayon moyen d'un facteur 1,26. Une telle variation reste difficile à mettre nettement en évidence.

A 500 $^{\circ}\text{C}$, la distribution de taille des petits précipités traduit clairement une augmentation de leur taille moyenne et un étalement de leur distribution. Deux mécanismes peuvent être à l'origine d'une telle variation, un grossissement des précipités (car il reste du cuivre en solution solide dans la matrice, comme nous le verrons par la suite) et leur coalescence. Le coefficient C calculé nous semble

délicat à considérer pour une distinction entre ces deux mécanismes (En effet, pour une composition chimique du précipité de $\text{Fe}_{50}\text{Cu}_{50}$, la teneur en cuivre de l'acier serait supérieure à 1%).

A 600°C , la population des petits précipités a quasiment disparu. La distribution en taille des gros précipités évolue peu ; par contre la constante C augmente fortement. Cela peut traduire une coalescence des précipités si la fraction volumique totale reste constante.

Enfin, à 700°C , la distribution de taille des précipités est décalée vers des valeurs plus élevées alors que la constante C baisse. Cette diminution traduit une diminution de leur fraction volumique, donc une dissolution partielle. Par contre l'augmentation du rayon moyen traduit une coalescence simultanée favorisée par des températures plus élevées.

Les analyses faites à 750°C et 800°C traduisent probablement une modification de la composition chimique des précipités.

2.4. Acier à 0,3% de cuivre à l'état laminé à chaud :

Seule une analyse de l'état initial de l'acier à 0,3% de cuivre laminé a été réalisée. La courbe donnant l'intensité diffusée en fonction du vecteur de diffusion q est présentée figure IV.23 ; nous donnons également le résultat pour l'acier à 0% de cuivre à titre de comparaison.

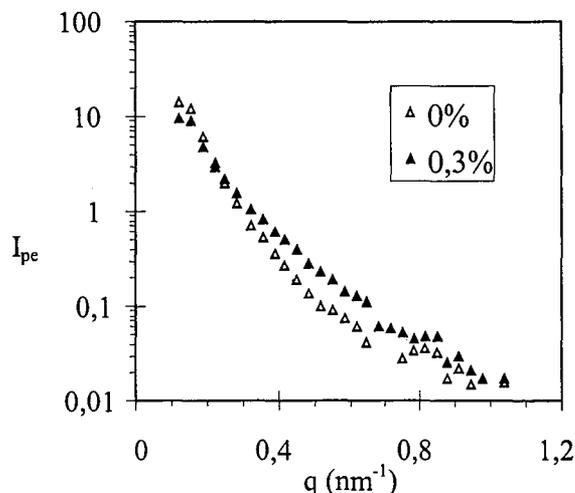


Figure IV.23 : Intensité diffusée dans la direction perpendiculaire au champ dans le cas des aciers à 0% de cuivre et à 0,3% de cuivre à l'état laminé à chaud.

Aux faibles valeurs de q (inférieures à $0,3 \text{ nm}^{-1}$), l'intensité diffusée par l'acier sans cuivre et celui à 0,3% de cuivre sont comparables. Dans le domaine des valeurs élevées du vecteur de diffusion, l'intensité diffusée par l'acier à 0,3% est supérieure à celle diffusée par l'échantillon témoin sans cuivre. Donc il y a une contribution supplémentaire au signal diffusé. Ce décalage de courbes met en évidence la présence de précipités et confirme les observations MET : ces dernières ont montré la présence de fins précipités distribués de façon homogène dans la matrice (cf. §.121). Le rayon moyen

déterminé par l'ajustement de la courbe est de 3,5 nm et la largeur de la distribution à mi-hauteur est de 1,6 nm. Ces résultats sont en accord avec les observations MET.

La constante d'ajustement est : $C=7,8 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{nm}^{-3}$. Par rapport à l'acier à 1% de cuivre, elle est quasiment 10 fois plus faible. Le rapport A est faible : il est voisin de 2. La baisse du paramètre C entre les deux nuances peut provenir soit d'une diminution de la fraction volumique de précipités, soit d'une différence de composition chimique des précipités, ou de ces deux facteurs conjointement.

2.5. Cas des aciers laminés à froid :

Nous avons étudié trois états laminés à froid afin d'observer l'influence d'une pré-déformation sur l'évolution des précipités au cours du chauffage :

- Le premier est l'état brut de laminage à froid et avant tout traitement thermique. Toutefois, l'interprétation des spectres n'a pu être réalisée car ces derniers étaient fortement anisotropes. Aussi, le regroupement des cellules n'a pu être effectué.
- Les autres cas étudiés correspondent aux échantillons à 1% de cuivre laminé à froid et chauffés jusqu'à 770°C et 800°C à une vitesse de $10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$. Ce sont des états partiellement recristallisés.

2.5.1. Acier à 1% de cuivre chauffé à 770°C :

Afin de comparer avec l'état laminé à chaud, nous avons étudié un échantillon d'acier à 1% de cuivre, laminé à froid et recuit jusqu'à 770°C ; à cette température, la fraction recristallisée est de l'ordre de 5%. Pour interpréter les résultats, il faut éliminer les effets liés à la microstructure ; il faut donc utiliser comme témoin un acier sans cuivre et avec une microstructure identique. En première approximation, nous avons donc utilisé un échantillon d'acier IF à 0% de cuivre recristallisé à 5%, ce qui correspond à une température de recuit plus basse que dans le cas de l'acier à 1% de cuivre.

2.5.1.1. Rapport A :

Les valeurs du rapport A en fonction du vecteur de diffusion q sont présentées figure IV.24.

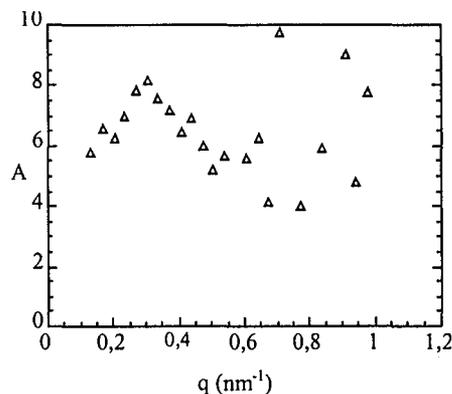


Figure IV.24: Variation du rapport A en fonction du vecteur de diffusion q , de l'acier à 1% de cuivre recuit à 770°C.

Dans le domaine des faibles valeurs de q ($q < 0,6 \text{ nm}^{-1}$), le rapport A vaut $7,2 \pm 2$; cette valeur est plus élevée que celle obtenue pour l'acier non déformé et recuit à 770°C ($A \approx 5$). Dans le domaine des petits précipités, la valeur moyenne du rapport A est $6,7 \pm 3$; là aussi, la valeur est plus élevée que dans le cas de l'acier non déformé.

2.5.1.2. Analyse des résultats :

L'analyse des courbes a permis de déterminer deux populations de précipités de taille moyenne différente :

- L'une de rayon moyen $R_1 = 8,5 \text{ nm} \pm 3 \text{ nm}$
- L'autre de rayon moyen $R_2 = 3,8 \text{ nm} \pm 1,9 \text{ nm}$.

D'autre part, les constantes associées sont, respectivement pour les deux familles de précipités, $C_1 = 5,5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{nm}^{-3}$ et $C_2 = 0,8 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{nm}^{-3}$.

Dans le cas des gros précipités, les valeurs obtenues (s'agissant du rayon moyen ou de la constante C) sont comparables à celles calculées dans le cas de l'acier à l'état laminé à chaud et chauffé à 770°C . Pour la famille des petits précipités, on note un facteur 2 d'écart pour le rayon : en effet, le rayon moyen est deux fois plus grand en présence de l'écroutissage ; par contre, la constante C est la même.

2.5.2. Acier à 1% de cuivre chauffé à 800°C :

Après recuit à 800°C , la fraction recristallisée de l'acier à 1% de cuivre est voisine de 50%. La figure IV.25 présente les variations du rapport A en fonction du vecteur de diffusion.

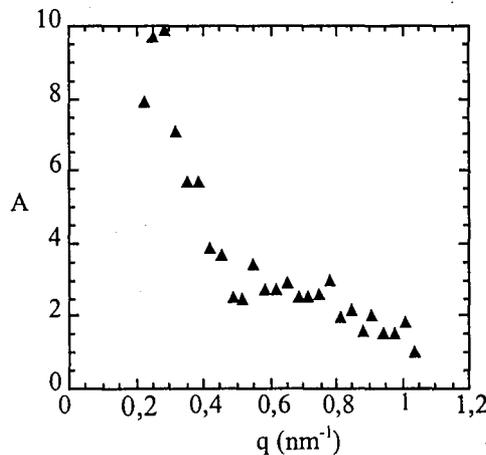


Figure IV.25 : Variation du rapport A en fonction du vecteur de diffusion q pour l'échantillon à 1% de cuivre, déformé et recuit à 800°C

Dans le domaine des valeurs de q élevées ($q > 0,6 \text{ nm}^{-1}$), le rapport A est voisin de 2.

L'analyse de la courbe $\ln(I_{pe}) = f(q)$ donne les valeurs consignées dans le tableau IV.1 :

	R (nm)	ΔR (nm)	C (cm ⁻¹ .nm ⁻³)
Gros précipités	8,5	3	0,003

Tableau IV.2 : Rayon moyen (R), largeur de la distribution (ΔR) et constante $C=f_v(\Delta\rho)^2$ des précipités mesurés sur l'acier à 1% de cuivre après laminage à froid et recuit à 800°C.*

Seuls des résultats pour la famille des gros précipités sont obtenus. Par rapport aux échantillons non déformés, la taille moyenne des précipités est comparable ; par contre, on note une forte variation de la constante : celle-ci est 2 fois plus faible sur l'échantillon déformé. Ainsi, comparativement à l'échantillon non déformé, si les compositions chimiques des précipités sont voisines, nous observons une dissolution des gros précipités à cette température.

3. Discussion :

L'étude par MET et DNPA a permis une analyse semi-quantitative des précipités de cuivre dans les aciers IF à 0,3% et 1% de cuivre. Ces deux méthodes ont montré qu'à température ambiante, après laminage à chaud et refroidissement depuis 730°C, il existait deux populations de précipités au cuivre. Par DNPA, nous avons précisé les distributions de taille : le rayon moyen de la famille des gros précipités est de 9 nm alors que celui de la famille des petits précipités est de 2 nm pour l'acier à 1% de cuivre. Elle est de 3,5 nm pour l'acier à 0,3% de cuivre.

La présence de ces précipités est compatible avec les résultats de Wada et al. [WAD 85]. En effet, selon ces auteurs, la vitesse critique de refroidissement pour conserver tout le cuivre en solution solide est donnée par la formule :

$$\ln[V_R(^{\circ}\text{C}.\text{s}^{-1})] = 1,98*[\%Cu]-0,08$$

Donc la vitesse critique de refroidissement est de 6,7°C.s⁻¹ pour une teneur en cuivre de 1%, et de 1,2°C.s⁻¹ pour une teneur de 0,3%. Le refroidissement réalisé à 30°C.h⁻¹, vitesse nettement plus faible que les vitesses critiques, peut ainsi conduire à la précipitation.

Dans le cas de l'acier à 1% de cuivre, l'évolution de l'état de précipitation a été caractérisée pour deux conditions de chauffage. Nous avons ainsi pu montrer que :

- la famille des gros précipités n'évolue pas au cours d'un chauffage à 10°C.s⁻¹ tant pour leur taille qu'en fraction volumique.
- Une diminution brutale de la fraction volumique des petits précipités est mesurée pour des températures supérieures à 750°C. A 800°C, il n'y a plus de petits précipités. Une analyse par MET effectuée sur le matériau chauffé à 770°C et trempé a confirmé ce résultat. La densité de petits précipités a fortement chuté, seuls quelques-uns sont encore détectés. Il est intéressant de noter que la

variation de dureté observée sur les échantillons est directement associée à la diminution de la constante d'ajustement des petits précipités, comme le montre la figure IV.26.

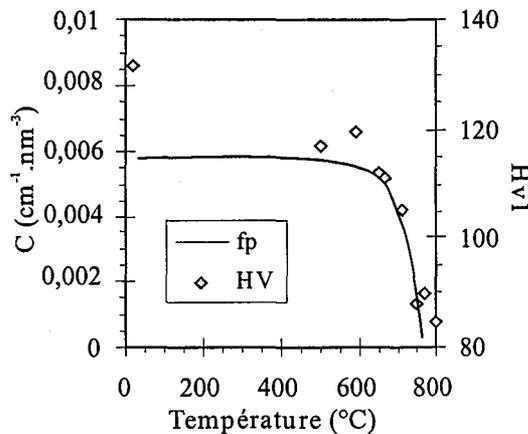


Figure IV.26 : Evolution de la constante C et de la dureté de l'acier à 1% de cuivre en fonction de la température au cours d'un chauffage à 10°C .s⁻¹.

Si nous nous intéressons à la composition chimique de ces précipités au cuivre, l'analyse EDX a révélé que ces précipités sont composés soit de cuivre pur, soit de fer et de cuivre. L'analyse des résultats de DNPA donne accès au rapport A qui représente le rapport des intensités diffusées dans les directions perpendiculaire et parallèle au champ, et qui est un indicateur de la composition chimique des précipités. Pour les précipités au cuivre, l'ensemble des résultats conduit à un rapport A variant de 6 à 9, ce rapport étant sensiblement constant lorsque les échantillons sont réchauffés jusqu'à des températures de 800°C (en chauffage rapide) ou de 700°C (en maintien isotherme). Comme nous l'avons déjà mentionné, ce rapport est en dessous des valeurs prévues par le calcul (sa valeur est supérieure à 10 pour des précipités de cuivre pur). Trois hypothèses sont alors possibles pour expliquer les valeurs du rapport A obtenues :

1. Les précipités sont des composés mixtes fer/cuivre très pauvres en cuivre, voire avec des lacunes.
2. Les précipités sont composés uniquement de cuivre mais leur interface avec la matrice est « rugueuse », si bien que le signal voit en fait un amas fer/cuivre
3. Les précipités sont des composés mixtes fer/cuivre avec une interface rugueuse.

Différents auteurs ont étudié la composition chimique des précipités en fonction de leur taille par diverses techniques. Goodman [GOO 73] a montré, par DNPA, que les précipités de petite taille (c'est à dire avec un rayon de l'ordre de 2nm) sont des composés mixtes fer/cuivre, cohérents avec la matrice et qu'au-delà ils deviennent du cuivre pur, incohérents avec la matrice. Récemment, Mathon [MAT 95] a proposé que, dès les premiers instants de la précipitation, le cuivre précipite seul mais avec une interface plus ou moins rugueuse ; ainsi, lors de l'analyse en DNPA, il est détecté comme un amas mixte qui peut présenter des rapports A de l'ordre de 6. Dans notre cas, la mesure du rapport A

ne permet pas de trancher quant à la composition chimique des précipités (i.e. cuivre pur ou fer/cuivre).

Pour préciser la composition chimique de ces précipités, quelques essais ont pu être réalisés en sonde atomique tomographique.

3.1. Etude à la sonde atomique tomographique (SAT) :

Les échantillons étudiés concernaient l'acier à 1% de cuivre laminé à chaud et non recuit. Une dizaine d'éprouvettes a été analysée, ce qui représente un volume total exploré de 62000 nm^3 .

Les différents essais réalisés ont mis en évidence des hétérogénéités d'état de précipitation du matériau, à l'échelle explorée : sur certaines éprouvettes, il a été impossible de détecter des précipités. Les analyses en SAT n'ont pas permis de caractériser les "gros" précipités identifiés en MET et en DNPA : en effet, en faisant l'hypothèse qu'ils sont composés de cuivre pur, leur densité a été estimée à $5.10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Compte tenu de la taille du volume analysé en SAT, la probabilité qu'un "gros" précipité s'y trouve est très faible. Seuls des "petits" précipités ont été détectés.

La figure IV.27 présente la reconstruction d'une partie d'un volume analysé dans lequel une particule de cuivre a été détectée ; chaque point représente un atome.

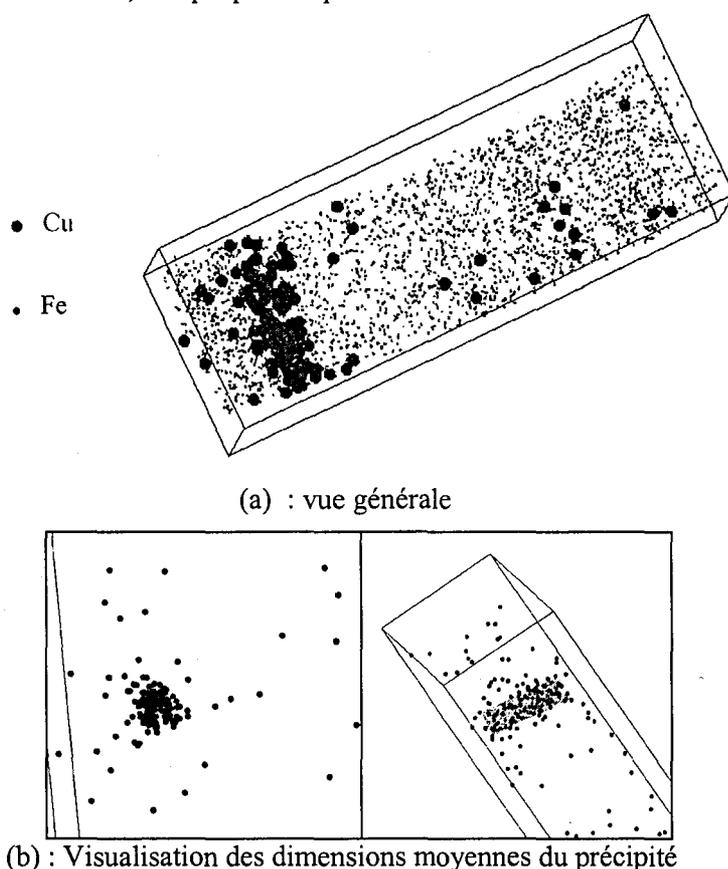
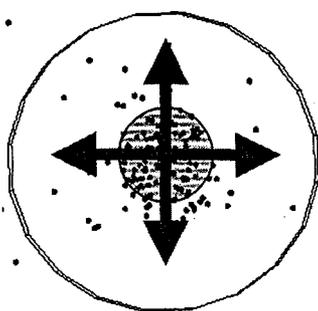
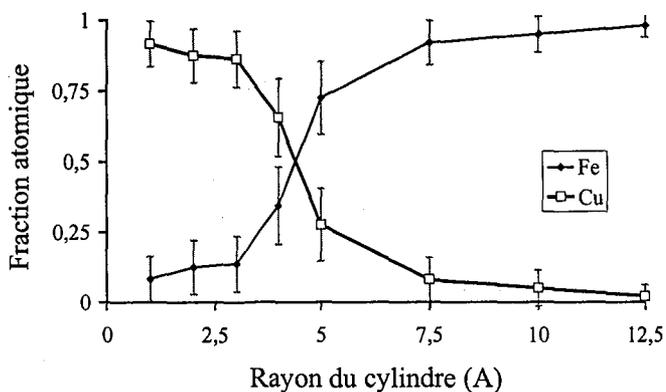


Figure IV.27 : Image tri-dimensionnelle d'une particule de cuivre obtenue par analyse en SAT de l'acier à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud (Taille du volume analysé : $4*8*3 \text{ nm}^3$).



(a) : Profil radial



(b) : Concentration

Figure IV.28 : Profil de concentration radial du précipité cylindrique représenté en figure IV.27.

Pour cette image, le cuivre a précipité sous forme de plaquette cylindrique. Cette morphologie est généralement observée lorsque il y a germination hétérogène (par exemple sur une dislocation). Les dimensions moyennes de la plaquette (définies sur la figure IV.27b) sont de l'ordre de 2 nm pour la longueur et de 0,3 nm pour le diamètre. Des atomes de cuivre sont également détectés au voisinage du précipité. Dans le précipité, aucun autre élément que le fer ou le cuivre n'a été détecté. Le profil de concentration radial de ce précipité est donné en figure IV.28.

Le cœur (de rayon 0,3-0,5 nm) est constitué de cuivre pur et il y a peu de fluctuations de la mesure. Lorsqu'on s'éloigne du cœur du précipité, la teneur en cuivre diminue progressivement ; l'interface avec la matrice n'est pas abrupte : il y a un gradient de concentration qui s'étend sur environ 0,5 nm. Donc le précipité serait composé d'un cœur de cuivre pur (de rayon 0,3 à 0,5 nm) et d'une interface diffuse d'épaisseur 0,5 nm.

La figure IV.29 présente la reconstruction d'un volume analysé (de dimension $12 \times 12 \times 65 \text{ nm}^3$) contenant plusieurs particules de cuivre.

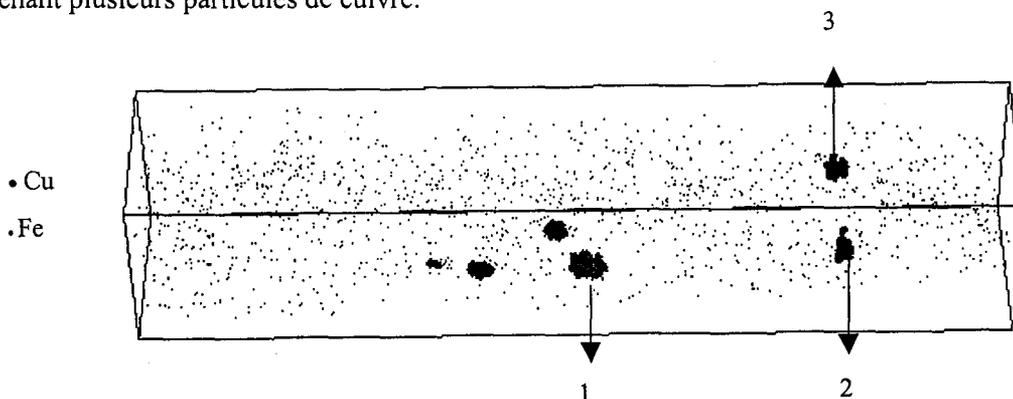


Figure IV.29 : Image tri-dimensionnelle d'un volume analysé par SAT de l'acier à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud (Taille du volume analysé : $12 \times 12 \times 65 \text{ nm}^3$)

La reconstruction 3D met en évidence 6 particules de cuivre. Elles sont toutes de forme plus ou moins sphérique ; le diamètre de ces précipités varient entre 1 et 3 nm. La composition chimique moyenne de ces particules est très variable, comme le montrent les données du tableau IV.2.

N°	Rayon (nm)	%Cu	%Fe
1	≈1	89	11
2	≈1	51	49
3	<1	85	15

Tableau IV.3 : Rayon moyen et composition chimique des précipités observés sur l'acier à 1% de cuivre à l'état laminé à chaud.

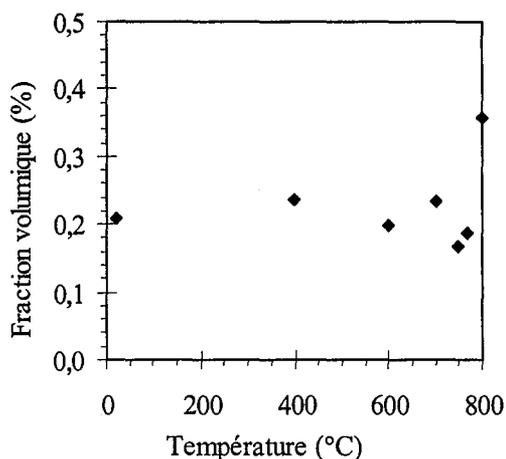
Ces mesures indiquent que la composition chimique des précipités varierait de quasiment 100% de cuivre à 50% de cuivre ; ces valeurs extrêmes sont obtenues pour des précipités de taille comparable. Donc les hétérogénéités de composition chimique observées ne sont pas corrélées à la taille des précipités. La densité de petits précipités calculée à partir de ces différents essais est de $2,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$.

En conclusion, nous pouvons considérer que les petits précipités sont des composés mixtes fer/cuivre. Pour la suite de l'analyse, nous prenons une composition moyenne constante $\text{Cu}_{50}\text{Fe}_{50}$. Pour les gros précipités qui n'ont pu être détectés par SAT, leur composition sera prise comme étant du cuivre pur.

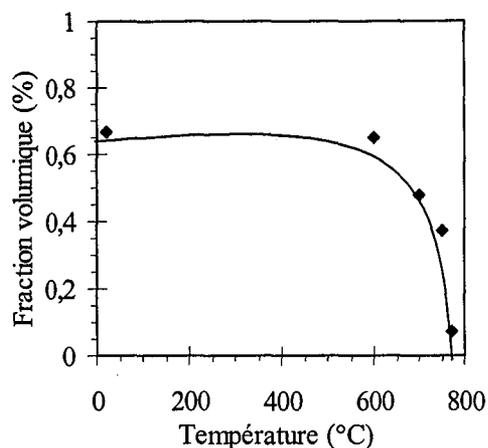
A partir de ces hypothèses, nous pouvons calculer la fraction volumique de précipités présente dans l'alliage aux différentes températures ainsi que la teneur en cuivre restant en solution solide. Ces résultats sont analysés pour chaque condition de chauffage.

3.2. Evolution des précipités en chauffage rapide :

La figure IV.30 représente les fractions volumiques des deux familles de précipités et leur évolution au cours du chauffage rapide à $10^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$.



(a) : Gros précipités



(b) : Petits précipités

Figure IV.30 : Evolution de la fraction volumique au cours du chauffage rapide ($V=10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$)

A l'état laminé à chaud, la fraction volumique des « gros » précipités est de 0,2% et la densité est de $5.10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Pour les petits précipités, la fraction volumique est de 0,7%, ce qui correspond à une densité de $1,4.10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Cette dernière valeur est du même ordre de grandeur que celle estimée à partir des données de SAT.

Au cours du chauffage rapide, la fraction volumique de gros précipités évolue peu. Dans le cas des « petits » précipités, la fraction volumique et la densité de précipités évoluent ; les valeurs extrêmes sont données dans le tableau IV.3.

Température (°C)	Fraction volumique (%)	Densité de précipités (cm^{-3})
20 (LAC)	0,7	$1,4.10^{17}$
770	0,1	2.10^{16}

Tableau IV.4 : Fraction volumique et densité de petits précipités en fonction de la température de chauffage.

De ces deux observations, on peut donc en conclure qu'au cours du chauffage rapide, les gros précipités n'évoluent pas. Dans le cas des petits précipités, la distribution de taille des petits précipités s'étale et leur fraction volumique diminue. Ceci indique qu'il y a dissolution des petits précipités, notamment pour les températures supérieures à 750°C. Cela correspond au domaine dans lequel la recristallisation démarre.

Les variations de la teneur en cuivre dans la solution solide sont présentées figure IV.31.

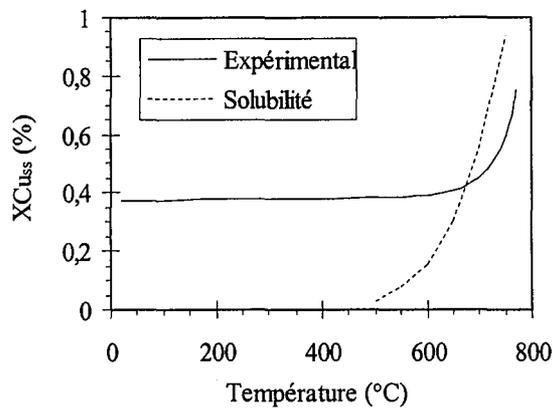


Figure IV.31 : Evolution de la teneur en cuivre dans la solution solide en fonction de la température au cours du chauffage rapide.

A l'état initial, c'est à dire après l'étape du laminage à chaud et du refroidissement, il reste environ 0,35% massique de cuivre en solution dans la ferrite ; en comparaison à la limite de solubilité, la solution solide est sursaturée. Au cours du chauffage, la teneur en cuivre dans la ferrite n'évolue guère jusqu'à 700°C. La limite de solubilité augmentant, la sursaturation diminue. A 650°C, la sursaturation devient nulle et, pour des températures supérieures, la concentration en cuivre dans la matrice est inférieure à la limite de solubilité. Ces résultats montrent que, lors du chauffage rapide, le système est toujours hors équilibre thermodynamique.

La force de freinage étant liée à la fraction volumique de précipités et à leur taille, il est intéressant d'analyser plus avant la cinétique de dissolution des précipités. Les résultats que nous avons obtenus ont montré que, pour les petits précipités, le rayon moyen varie peu au cours du chauffage ; par contre la fraction volumique chute fortement.

Considérant un modèle de germination/croissance, nous avons calculé les rayons critiques des précipités de cuivre en fonction de la température, ainsi que leur cinétique de dissolution au cours du chauffage. Le modèle est détaillé en annexe 3.

3.2.1. Rayon critique de germination :

Le rayon critique de germination a été calculé pour différentes valeurs du désaccord paramétrique δ entre le précipité et la matrice, et pour différentes teneurs en cuivre dans la ferrite (1%, 0,7%, 0,3%). Pour 1% de cuivre, cela correspond à la précipitation dans une matrice sursaturée. Le calcul à 0,7% correspond à de la précipitation dans une matrice de telle composition, mais aussi à la stabilité d'un précipité de taille r dans une matrice de composition moyenne équivalente à celle de la matrice appauvrie en cuivre par la présence des gros précipités. Enfin, la composition de 0,3% conduit

au rayon critique de germination pour une précipitation pouvant se produire dans la matrice appauvrie mais toujours sursaturée. Les résultats sont portées figure IV.32.

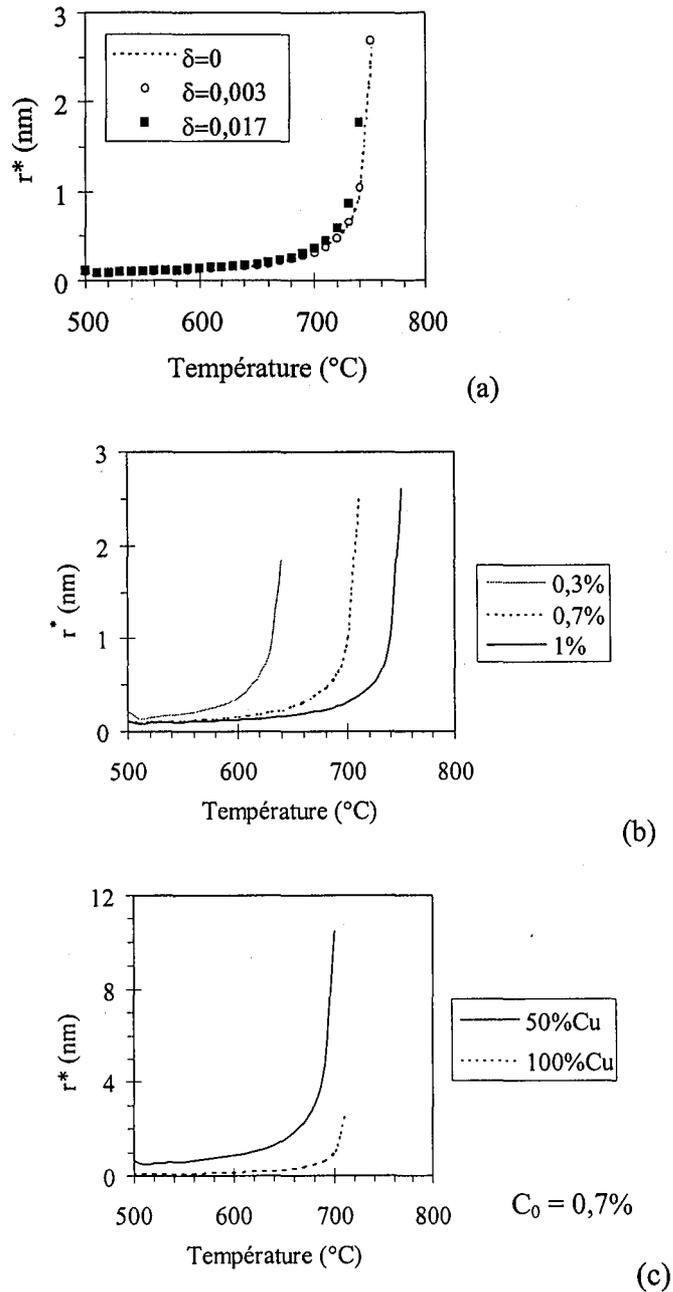


Figure IV.32 : Evolution du rayon critique de germination dans le cas du système Fe-1%Cu en fonction de la température et :

(a) du désaccord paramétrique δ entre le précipité et la matrice, en considérant des précipités composés de cuivre pur

(b) : de la teneur en cuivre dans la solution solide ou dans le précipité en considérant des précipités composés de cuivre pur ($\delta=0$)

(c) : de la composition chimique des précipités dans une matrice à 0,7% en cuivre ($\delta=0$)

Lorsque la teneur en cuivre dans la solution solide est supérieure à 0,7% et dans le cas où les précipités sont du cuivre pur, le rayon critique de germination est sensiblement constant jusqu'à 650°C et inférieur à 0,2 nm. A 700°C (si la teneur en cuivre en solution solide est de 0,7%) ou à 750°C (si elle est de 1%), le rayon critique atteint 2,5 nm. Cette valeur est atteinte à plus basse température lorsque la composition de la matrice diminue : ainsi, à 0,3% de cuivre, un rayon critique de 2 nm correspond à la température de 640°C. La prise en compte de l'énergie élastique modifie peu ces profils. Si le précipité est composé de fer et de cuivre, le rayon critique augmente fortement.

Dans le cas du chauffage rapide, on peut considérer que les petits précipités sont dans une matrice de composition initiale moyenne $c_0 \approx 0,3\%$ et évoluant au cours du chauffage (avec la remise en solution des petits précipités). Ainsi, dans une matrice à 1% de cuivre, les précipités de 2 nm ne sont plus stables à partir de 750°C. Dans le cas d'une matrice à 0,3% de cuivre (ce qui correspond à la composition initiale à basse température), nous voyons que de tels précipités ne sont plus stables à partir de 650°C. Ils sont donc amenés à coalescer si la limite de solubilité est inférieure à 0,3% ou à se remettre en solution dans le cas contraire.

3.2.2. Dissolution :

Dans un second temps, nous avons calculé les variations du rayon moyen des précipités au cours du chauffage rapide. La relation A3.25 (cf. annexe 3) donnant l'expression du rayon des précipités en fonction du temps est valable lorsque le coefficient de diffusion ne dépend pas du temps. Dans le cas du chauffage à $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, l'évolution de l'état de précipitation du cuivre a été étudiée en condition anisotherme. Donc le coefficient de diffusion et la solubilité varient au cours du temps. Aussi, pour modéliser la variation du rayon d'un précipité au cours du traitement thermique, nous avons utilisé l'équation différentielle (A3.24) en réalisant des itérations avec un incrément de temps.

La figure IV.33 présente la variation du rayon moyen d'une population de précipités de rayon initial R_0 variant entre 2 et 3 nm.

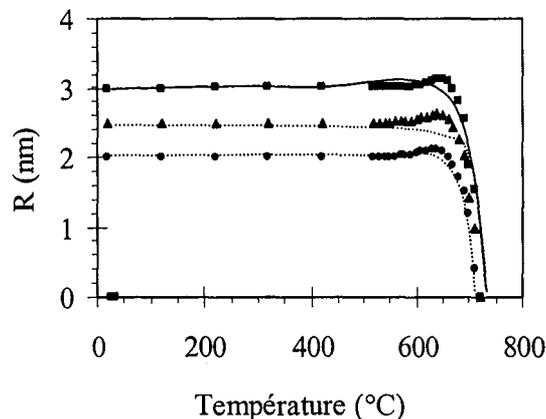


Figure IV.33 : Evolution du rayon moyen des précipités au cours d'un chauffage rapide à $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (Rayon initial : 2, 2,5 et 3 nm)

Le calcul prévoit qu'au cours du chauffage, la taille du précipité n'augmente pas de façon sensible quelle que soit la valeur initiale du rayon moyen ; ceci est associé à une sursaturation de la matrice positive. Aux températures supérieures à 710°C, la sursaturation devient négative, les précipités se dissolvent. La température de dissolution totale ($r=0$ nm) varie entre 710°C et 740°C lorsque le rayon initial passe de 2 à 3 nm. Donc la cinétique de dissolution est peu sensible à la taille initiale dans le domaine considéré.

- Influence des données du modèle :

Nous avons fait varier les différents paramètres intervenant dans le calcul de la cinétique de croissance-dissolution (le coefficient de diffusion D , l'énergie d'interface σ et la limite de solubilité s) afin de déterminer la sensibilité des résultats à ces grandeurs.

La figure IV.34 montre que plus le coefficient de diffusion augmente, plus la dissolution a lieu à basse température : lorsqu'il est multiplié par un facteur 10, la dissolution complète des précipités est décalée de 30°C vers des températures plus faibles. Ce facteur 10 correspond à la précision de la détermination du facteur de diffusion. Donc on peut considérer qu'une variation de 40°C sur la température de remise en solution des précipités est acceptable.

L'énergie d'interface σ fait peu varier la température à laquelle la dissolution des petits précipités est totale : le décalage est de 10-20°C (cf. figure IV.35).

Par contre, la sensibilité au profil de solubilité est plus grande (cf. figure IV.36) : en effet, si l'on multiplie la limite de solubilité déterminée par Salje par un facteur 0,75 alors le calcul prévoit que le précipité sera totalement dissous au-delà de 740°C, soit un décalage de 20 à 30°C vers les plus hautes températures.

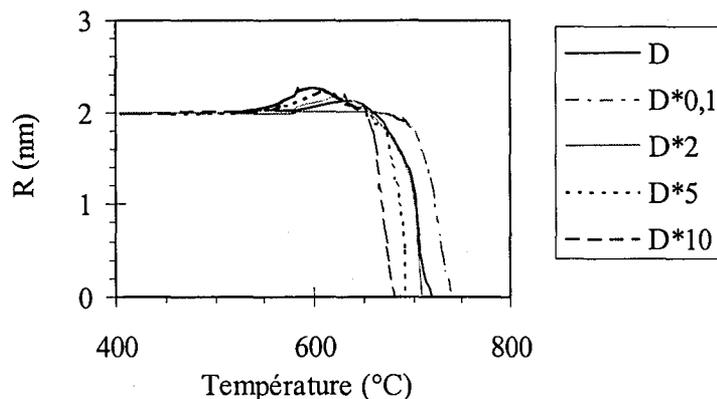


Figure IV.34 : Influence de la valeur du coefficient de diffusion sur l'évolution du rayon moyen des précipités au cours d'un chauffage à 10°C.s⁻¹.

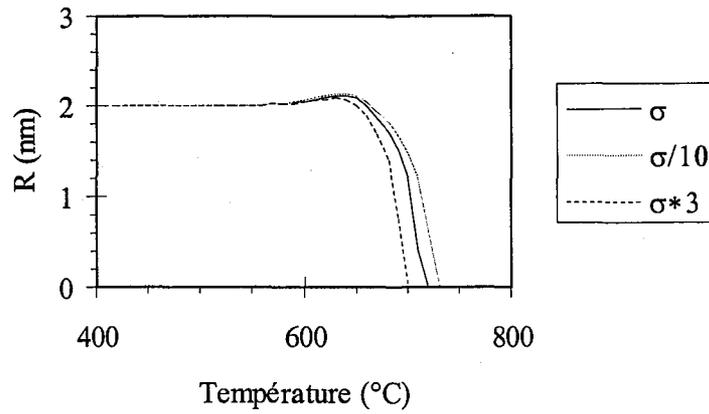


Figure IV.35 : Influence de l'énergie d'interface sur l'évolution du rayon moyen des précipités au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

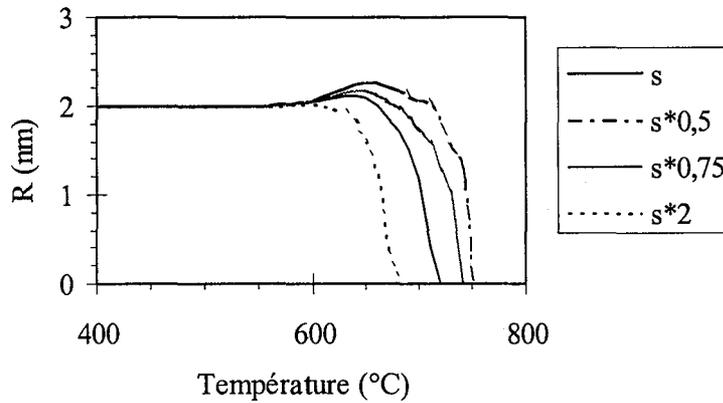


Figure IV.36 : Influence de la limite de solubilité s sur l'évolution du rayon moyen des précipités au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Les trois figures précédentes mettent en évidence la sensibilité du calcul aux données du modèle, notamment le coefficient de diffusion et la limite de solubilité. L'effet combiné de ces deux paramètres induit une variation de 50°C sur la température de remise en solution totale des petits précipités.

- Influence de la vitesse de chauffage :

La figure IV.37 présente les variations de la cinétique de dissolution en fonction de la vitesse de chauffage.

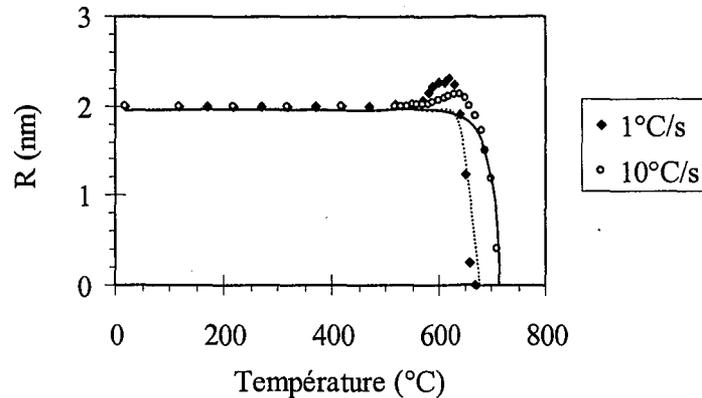


Figure IV.37 : Evolution de la cinétique de dissolution en fonction de la vitesse de chauffage.

Lorsque la vitesse de chauffage diminue, la dissolution des précipités démarre à plus basse température. Le décalage entre ces deux cinétiques est de 30 à 40°C.

Ces calculs montrent qu'au cours d'un chauffage rapide ($10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), les petits précipités sont susceptibles de se remettre en solution solide. La température de remise en solution est variable selon les paramètres et est voisine de 730-750°C. Expérimentalement, la valeur obtenue est 770°C ; il y a donc un léger décalage entre le calcul et l'expérience.

Une diminution de la vitesse de chauffage se traduit par un abaissement de la température de dissolution d'une trentaine de degrés. Nous verrons dans le chapitre VI que ce résultat permet de justifier les effets de la vitesse de chauffage sur la cinétique de recristallisation.

Les différences entre le calcul et l'expérience, notamment en ce qui concerne les températures de remise en solution, ne sont pas surprenantes compte tenu des hypothèses simplificatrices que nous avons utilisées : lors de la résolution des équations, nous avons supposé que les précipités étaient suffisamment éloignés les uns des autres pour que leur champ de diffusion n'interagisse pas. Cela implique que la distance inter-précipités (λ) et le rayon moyen des précipités (r) vérifient la relation: $(r/\lambda) \ll 1$. La distance entre précipités λ est donnée, en première approximation dans l'hypothèse d'une répartition uniforme, par la formule : $\lambda = N^{-1/3}$ où N est la densité de précipités. D'après les résultats de DNPA, N est voisin de $1,4 \cdot 10^{17}$ précipités. cm^{-3} pour les petits précipités. Cela correspond à une distance moyenne entre précipités de l'ordre de 6 nm et à un rapport r/λ de 0,4 : il est fort probable qu'avec un tel rapport, les champs de diffusion interagissent. De plus, compte tenu du nombre de paramètres intervenant dans la résolution des équations (limite de solubilité, énergie d'interface...) et de la difficulté à les déterminer expérimentalement, le calcul effectué représente une bonne approximation de la cinétique d'évolution des précipités.

3.3. Evolution des précipités pour des conditions de chauffage lent :

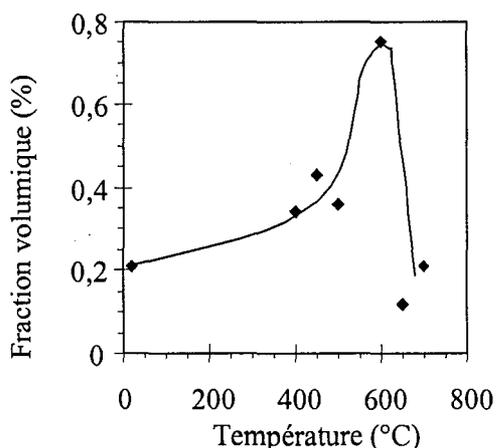
Au cours des traitements de 24 heures aux différentes températures, les résultats obtenus ont montré que :

- la constante d'ajustement pour la famille des petits précipités est très faible, voire nulle aux températures supérieures à 600°C
- cette même constante augmente à partir de 400°C et surtout à 600°C, puis rediminue à 700°C pour la famille des gros précipités.

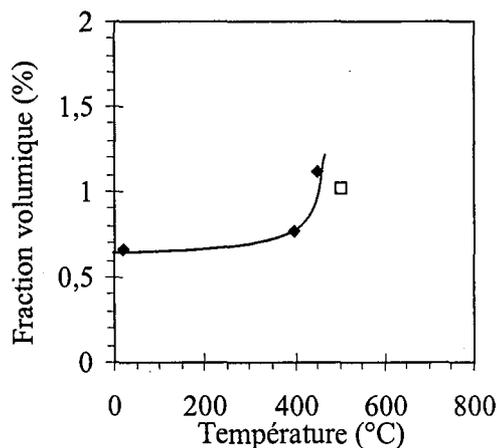
Le rapport A reste quant à lui constant et voisin de 6 dans ces domaines de température.

En considérant que la composition chimique de chaque famille ne varie pas, nous avons calculé la fraction volumique de précipités et la teneur en cuivre en solution solide dans la matrice. Ces résultats sont portés figure IV.38.

Les variations de fraction volumique obtenue sont les mêmes que celles de la constante C discutées précédemment (cf. §. 2.3.2.4).



(a) : Gros précipités



(b) : Petits précipités

Figure IV.38 : Evolution de la fraction volumique en fonction de la température de maintien.

Si nous nous intéressons aux évolutions simultanées de la teneur en cuivre en solution solide (cf. figure IV.39), nous voyons que, pour des températures inférieures à 450°C, le cuivre est en sursaturation dans la ferrite ; toutefois, la sursaturation diminue. L'appauvrissement de la matrice en soluté indique que du cuivre a précipité (croissance ou formation de nouveaux précipités). Entre 500°C et 600°C, la teneur en cuivre en solution solide est nulle : tout le cuivre est précipité. A 500°C, la limite de solubilité du cuivre dans la ferrite est quasiment nulle ; donc les résultats expérimentaux sont en accord avec les données de la littérature. A partir de 650°C, on observe à nouveau la présence de cuivre en solution solide et la concentration obtenue est proche de la limite de solubilité déterminée par Salje [SAL 77] à 650°C.

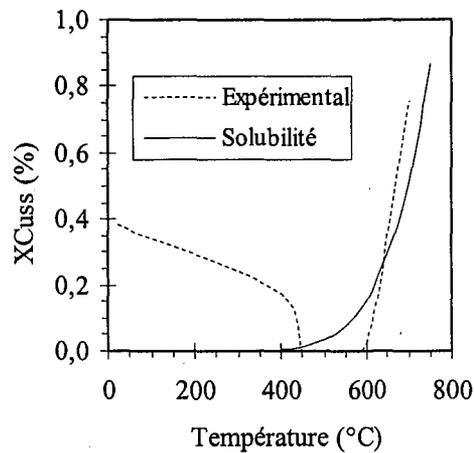


Figure IV.39 : Evolution de la teneur en cuivre en solution solide en fonction de la température de maintien (24 heures).

Aussi, au cours d'un chauffage lent jusqu'à 600°C, nous pouvons considérer qu'il y a croissance-coalescence, voire germination de nouveaux précipités. Ce dernier mécanisme est possible ; en effet, à 600°C, le rayon critique est inférieur à 1 nm quelles que soient les conditions considérées (cf. figure IV.32). C'est pourquoi la fraction volumique des précipités augmente. Pour la température de 650°C, la limite de solubilité est de l'ordre de grandeur de la teneur en cuivre dans la matrice à la température ambiante. Il y aura essentiellement coalescence des petits précipités. Aux températures supérieures, la dissolution et la coalescence des précipités va se produire.

Aux températures plus élevées de 750°C et 800°C, nous avons montré que les intensités diffusées étaient inférieures à celles du témoin et que le rapport A des espèces diffusantes était modifié (valeur de l'ordre de 1,5). Pour comprendre ces évolutions, on peut envisager deux hypothèses :

1. Tout le cuivre s'est remis en solution solide et des précipités au titane se sont dissous
2. La composition chimique des particules diffusantes s'est modifiée, ce qui a changé le contraste de diffusion et donc l'intensité diffusée.

Examinons la première hypothèse. On a vu précédemment que l'intensité diffusée par l'échantillon sans cuivre maintenu à 800°C évoluait peu par rapport à l'état non recuit ; donc cela signifie que les précipités propres à l'acier IF et détectés en DNPA n'évoluent pas. Aussi, dans le cas de l'acier à 1% de cuivre, ils ne doivent pas non plus se dissoudre ; la première hypothèse n'est donc pas vraisemblable.

Intéressons-nous à la deuxième hypothèse ; en étudiant un acier IF microallié au titane et contenant 1% de cuivre, Morita [MOR 94] a montré que l'état de précipitation du cuivre dépendait de la température de maintien : en effet, il a effectué, après laminage à chaud, des maintiens d'une heure entre 640°C et 800°C et a obtenu les résultats suivants :

- aux basses températures, le cuivre précipite seul et il se forme des précipités de cuivre pur,

• lorsque la température augmente, on forme des précipités mixtes : le cuivre s'associe aux carbosulfures ou carbures de titane.

Nous avons calculé l'évolution des contrastes de diffusion et du rapport A en fonction de l'enrichissement en cuivre du précipité ; les valeurs sont données ci-dessous pour un précipité de type $(TiC)_{1-x}Cu_x$.

x	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
$(\Delta\rho_n)^2 (10^{-15} \text{ cm}^{-4})$	5	4,6	4,1	3,7	3,3	3
A	1,5	1,56	1,6	1,7	1,8	1,9

Tableau IV.5 : Evolution du contraste de diffusion nucléaire $(\Delta\rho_n)^2$ et du rapport A pour un précipité $(TiC)_{1-x}Cu_x$

Or l'intensité diffusée dans le sens perpendiculaire est proportionnelle à la somme des contrastes de diffusion magnétique et nucléaire. Le contraste magnétique étant constant, I_{pe} varie comme le contraste de diffusion nucléaire. Or celui-ci diminue lorsque le précipité s'enrichit en cuivre, donc I_{pe} va également diminuer. Le rapport A augmente avec la teneur en cuivre, il passe de 1,5 à 1,9 sur le domaine considéré ; expérimentalement, ces variations sont du même ordre de grandeur que la précision de la mesure

Ainsi, à partir de 750°C, on aurait une modification de l'état de précipitation et le cuivre formerait en partie des précipités mixtes avec les carbures et/ou carbosulfures de titane. Des observations MET ont confirmé qu'après un maintien à 750°C, il n'y avait plus de précipités au cuivre visible dans la matrice mais elles n'ont pas permis de confirmer ni d'infirmer la formation de précipités mixtes.

Comme pour les conditions de chauffage rapide, nous avons calculé les variations de rayon des petits précipités au cours de maintiens isothermes. La figure IV.40 présente les variations du rayon d'un précipité (de rayon initial $R_0=2$ nm et de composition chimique $Cu_{50}Fe_{50}$ au cours d'un maintien isotherme de 24 heures à différentes températures).

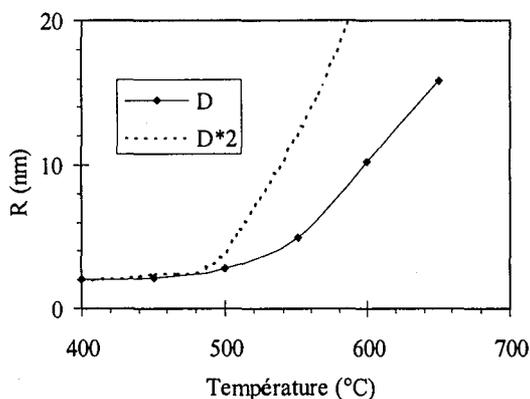


Figure IV.40 : Evolution du rayon moyen d'un précipité de rayon initial $R_0=2$ nm en fonction de la température de maintien isotherme (Durée : 24 heures)

Elle montre que, après un maintien isotherme à 400°C ou 450°C, le rayon moyen des précipités n'évolue presque pas ; ce n'est qu'à partir de 500°C que celui-ci augmente. Après 24 heures à 500°C, il passe à 3 nm, puis à 10 nm après 24 heures à 600°C. Pour les températures plus élevées, un simple calcul de croissance n'est plus suffisant : il conduit à des valeurs aberrantes ; il faut alors considérer conjointement un modèle de croissance et un modèle de coalescence. La résolution d'un tel problème est en dehors des considérations de ce travail ; aussi nous ne l'avons pas abordé.

Les valeurs calculées et les valeurs expérimentales déduites des expériences de DNPA sont en bon accord sur le domaine de température de 20-600°C : les rayons des précipités sont du même ordre de grandeur que ceux calculés et la concentration en cuivre en sursaturation est nulle à la fin des maintiens isothermes. Donc, à ces températures, il semble qu'il y ait essentiellement de la croissance des précipités due à la présence de cuivre en sursaturation dans la matrice, la germination étant également possible.

3.4. Influence de la déformation :

Nous avons montré que pour les échantillons déformés à froid, le rayon moyen des précipités était multiplié par un facteur 2 par rapport aux échantillons non déformés. Les fractions volumiques des précipités ont été calculées à 770°C et 800°C, avec l'hypothèse que les gros précipités sont du cuivre pur et que les petits sont des composés mixtes fer-cuivre. Les valeurs sont données dans le tableau IV.5.

Température (°C)	Fraction volumique (%)	
	Gros précipités	Petits précipités
770	0,2	0,11
800	0,1	-

Tableau IV.6 : Fraction volumique de précipités en fonction de la température de recuit.

Les fractions volumiques calculées à 770°C sont de 0,2% pour les gros précipités et de 0,11% pour les petits précipités. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles mesurées sur les échantillons non déformés. Ainsi la fraction volumique n'augmentant pas, l'augmentation de rayon est attribué à une coalescence plus importante favorisée par la présence de défauts. A 800°C, il n'y a plus de petits précipités et la fraction volumique de gros précipités est de 0,1%. Cette valeur est inférieure à celle mesurée sur l'échantillon non déformé et chauffé à la même température. Donc il semble que la déformation ou la présence de joints mobiles accélère la dissolution des précipités lorsque la température augmente.

Les calculs de dissolution menés précédemment ont montré que la température de dissolution est sensiblement la même pour des précipités de 2 ou 3 nm. Ceci peut expliquer que les fractions

volumiques soient identiques à 770°C avec ou sans déformation. Toutefois, pour pouvoir conclure sur le rôle des défauts, il aurait fallu analyser des échantillons chauffés jusqu'à 700°C ou 750°C.

L'influence de la déformation sur la précipitation a été étudiée par différents auteurs. Banadkouki et al. [BAN 96] ont observé que la présence de dislocations dans une structure martensitique favorise la germination du cuivre ; le nombre de précipités est plus élevé que sur le même acier de structure ferritique. Nos observations montrent que les structures de déformation agissent également sur les cinétiques de croissance et/ou de coalescence. Ces résultats ont déjà été obtenus sur d'autres systèmes que les alliages fer/cuivre [MAR 97] ; Doherty et Martin [DOH 64] dans le cas de précipités Al₂Cu dans un alliage Al-Cu déformé à froid ou Stumpf et Sellars [STU 69] dans le cas de la coalescence de carbures dans un acier bas carbone ont observé des effets similaires. La sous-structure de déformation favorise la diffusion des solutés ; par conséquent, les cinétiques d'évolution des précipités sont plus rapides.

Ainsi, la présence de défauts favorise la coalescence des précipités (lorsque la solubilité du cuivre dans la ferrite est faible) ou la dissolution lorsque la solubilité est élevée.

CHAPITRE V : ENERGIE STOCKEE AU COURS DE LA DEFORMATION A FROID. APPROCHE MICROMECHANIQUE

Dans un premier temps, nous présentons une synthèse bibliographique critique portant sur l'énergie emmagasinée au cours du laminage, les techniques permettant de la mesurer ainsi que les différents modèles généralement utilisés pour la déterminer et les données auxquelles ils donnent accès. Dans un second temps, nous exposerons le modèle que nous avons utilisé et les résultats obtenus concernant l'énergie emmagasinée au cours de la déformation et la déformation plastique équivalente. La simulation a été réalisée sur le logiciel de schéma autocohérent, installé au LEDEPP (SOLLAC, Florange).

1. Les différentes sources d'énergie stockée :

L'énergie stockée est l'énergie retenue dans le matériau après la déformation plastique. Cette grandeur est importante car elle régit le comportement du matériau lors des traitements thermiques ultérieurs. Par définition, l'énergie stockée est la différence entre l'énergie interne de l'état déformé relâché, et l'énergie interne de l'état initial, c'est à dire avant la déformation ; elle est donc définie par la relation : $E_s = E_{(\text{état déformé})} - E_{(\text{état initial})}$.

1.1. Définition thermodynamique :

Selon le premier principe de la thermodynamique, le travail mécanique (W) fourni pour la déformation se décompose en deux termes : un terme dissipé (Q) qui correspond à la chaleur dégagée lors de la déformation, et une énergie stockée (E_s). Ceci s'exprime par la relation : $W = E_s + Q$.

En déformation purement élastique, l'énergie stockée lors d'un cycle charge-décharge est nulle : il n'y a pas de variation de l'énergie interne. Ceci n'est plus vrai en déformation plastique ; on estime que l'énergie stockée représente environ 10% du travail fourni [HUM 95].

Le travail total fourni est relié aux tenseurs de déformation (ϵ_{ij}) et de contrainte (σ_{ij}) ; dans un volume dV , il vaut :

$$dW = \sigma_{ij} \cdot d\epsilon_{ij} \cdot dV \quad (\text{Eq. V.1})$$

soit, sur le volume total :

$$W = \int_V \sigma_{ij} \cdot d\epsilon_{ij} \cdot dV \quad (\text{Eq. V.2}).$$

En plasticité pure et en viscoplasticité, l'énergie stockée est nulle [BRI 50] : l'intégralité du travail fourni est dissipée sous forme de chaleur.

1.2. Défauts ponctuels :

Le rôle des défauts ponctuels (lacunes et interstitiels) dans la déformation plastique est mal connu. En effet, tout au long de la déformation plastique, les lacunes sont créées et annihilées en continu, leur annihilation se poursuivant lors de la décharge. Aussi, il est très difficile d'estimer leur contribution à l'énergie stockée et c'est pourquoi elle est souvent négligée.

1.3. Dislocations :

Les dislocations sont considérées comme la principale source d'énergie stockée. Lors de la déformation, Ashby [ASH 70] a classifié les dislocations introduites en deux grands types :

- les dislocations "géométriquement nécessaires" : elles sont "introduites" aux joints de grains et aux obstacles préexistants (précipités...) de manière à accommoder les incompatibilités de déformation de grain à grain ou intragranulaires. Ce point sera repris par la suite.

- Les dislocations "statistiques" : ce sont les dislocations intragranulaires liées à la plastification du matériau (cellules, dislocations "libres") et aux autoblocages entre dislocations initialement mobiles. L'énergie stockée associée à ces dislocations dépend fortement de leur configuration : pour la calculer, il faut tenir compte de l'énergie propre de chaque dislocation, considérée isolée dans un milieu infini, mais aussi de l'énergie d'interaction entre les dislocations (qui peut être positive ou négative). Ce sont généralement ces dislocations qui sont considérées comme étant la source de l'énergie stockée.

1.3.1. Dislocation isolée :

Dans le cas d'une dislocation droite isolée dans un cristal cylindrique d'axe de révolution parallèle à la ligne de dislocation, l'énergie stockée par unité de longueur est de la forme [FRI 64] :

$$E_s = \alpha \mu b^2 \ln \left(\frac{R_e}{b} \right) \quad (\text{Eq. V.3})$$

où :

- α est une constante dépendant du caractère coin/vis de la dislocation, des constantes d'élasticité.
- μ , le module de cisaillement élastique du cristal
- b , le vecteur de Burgers
- R_e , le rayon d'écrantage ou de coupure de la dislocation.

1.3.2. Distribution de dislocations :

Considérons le cas d'une distribution aléatoire de dislocations lignes toutes parallèles, dont la moitié possède un vecteur de Burgers b , et l'autre moitié un vecteur de Burgers $(-b)$. La distribution peut être considérée comme dipolaire. Le cristal est supposé cylindrique, d'axe parallèle aux dislocations.

L'énergie stockée associée à cette configuration se déduit de l'équation (V.3) [WIL 69]:

$$E_s = \alpha\mu b^2 \rho \ln\left(\frac{R_e}{b}\right) + E_{int} \quad (\text{Eq. V.4})$$

où ρ est la densité de dislocations et E_{int} , l'énergie d'interaction des dislocations. Wilkens [WIL 69] et Kocks et al. [KOC 69] ont montré, que dans le cas d'une distribution aléatoire, l'énergie moyenne d'interaction est nulle ; par conséquent, pour cette configuration, l'énergie globale stockée est la somme des énergies des dislocations prises isolées dans le cristal.

La relation (V.4) établie pour des distributions de dislocations aléatoires est également appliquée dans le cas général, faute d'autres théories. Si la densité de dislocations peut être facilement estimée, la difficulté est de déterminer la valeur du rayon de coupure, R_e . Wilkens [WIL 70] a introduit un paramètre M qui caractérise la "portée" des effets de la dislocation :

$$M = R_e \rho = \frac{R_e}{d_{\perp}} \quad (\text{Eq. V.5})$$

où d_{\perp} est la distance moyenne entre les dislocations. On distingue trois cas :

- $M \ll 1$: La portée des dislocations est très faible et l'énergie associée est peu importante. Cela correspond au principe de structure de dislocations à faible énergie (Low Energy Dislocations Structure, LEDS) [KUH 89].

- $M \gg 1$: la distance entre dislocations est petite, ce qui équivaut à une densité de dislocations élevée. Donc la formule (V.4) conduit à une grande énergie stockée.

- $M = 1$: la portée de la dislocation est de l'ordre de la distance entre dislocations. Le champ de déformation d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation voisine. Dans ce cas, le rayon de coupure vaut : $R_e = \rho^{-0.5}$ et l'énergie stockée est égale à :

$$E_s = -\alpha\mu b^2 \rho \ln(b\sqrt{\rho}) \quad (\text{Eq. V.6})$$

C'est l'hypothèse la plus couramment utilisée. Toutefois des travaux récents [VER 96] réalisés par Verdier et al. sur des alliages Al-Mg remettent en cause ces approximations : en comparant l'évolution de l'énergie stockée mesurée par calorimétrie à celle calculée à partir de la densité de dislocations (mesurée par résistivimétrie), ils montrent que l'énergie stockée ne peut être ajustée par une courbe du type (V.6).

1.4. Les contraintes internes :

Les contraintes internes sont dues à l'incompatibilité du champ de déformation plastique. Elles sont en général classifiées selon l'échelle d'observation, ce qui est schématisé sur la figure V.1.

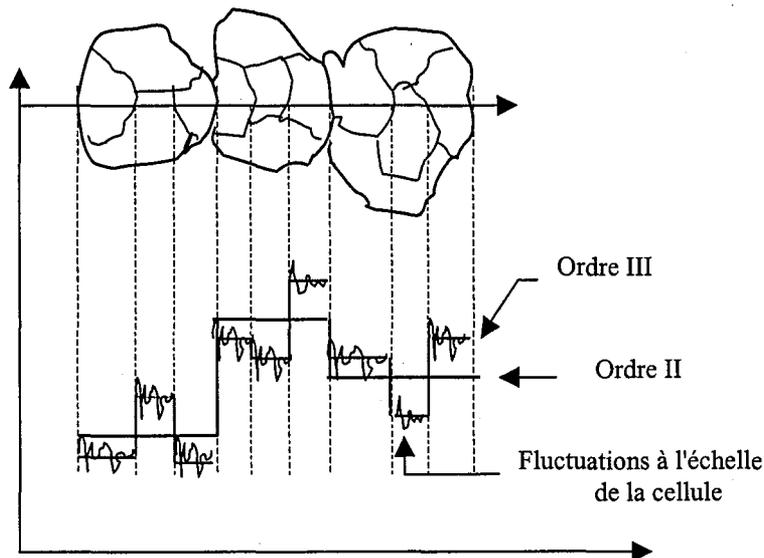


Figure V.1 : Représentation des différentes échelles de contrainte interne.

On distingue trois grandes classes :

- les contraintes d'ordre I (σ_I) : elles sont analysées à l'échelle de plusieurs grains. En l'absence de chargement (i.e. à l'état déchargé), la contrainte moyenne est nulle

- les contraintes d'ordre II (σ_{II}) : ces contraintes sont considérées à l'échelle du grain ; elles sont liées aux incompatibilités de déformation de grain à grain, donc intergranulaires. Elles résultent de la désorientation cristallographique des grains et de leur voisinage et sont reliées aux dislocations "géométriquement nécessaires". Sur un élément de volume représentatif, la moyenne des contraintes d'ordre II vérifie : $\langle \sigma_{II} \rangle = \sigma_I$. C'est à cette échelle que nous nous placerons pour le calcul de l'énergie élastique stockée.

- les contraintes d'ordre III (σ_{III}) : elles représentent les fluctuations de contraintes internes à l'intérieur du grain dont les sources sont les dislocations statistiques désordonnées ou ordonnées introduites de manière à palier les incompatibilités plastiques intragranulaires. Dans un grain, la moyenne des contraintes d'ordre III est égale à la contrainte d'ordre II de ce grain : $\langle \sigma_{III} \rangle = \sigma_{II}$. Il faut noter qu'à l'échelle de la cellule, on observe également des fluctuations de la contrainte d'ordre III liée à la présence de dislocations isolées à l'intérieur de celle-ci.

Les différentes contraintes contribuent à l'énergie stockée et sont liées aux dislocations, à leurs interactions à des échelles différentes.

1.5. Conclusion :

L'énergie stockée est fortement dépendante de microstructure de dislocation et sa détermination nécessite la prise en compte de la configuration des dislocations ; considérer uniquement la densité de dislocations se révèle être insuffisant pour obtenir une valeur fiable. De plus, les approximations faites sur le rayon de coupure conduisent à une incertitude sur la valeur de l'énergie stockée ainsi calculée.

2. Détermination expérimentale de l'énergie stockée :

Au cours de la déformation à froid, la microstructure granulaire évolue et une texture morphologique apparaît. Cela est dû à la génération continue de dislocations au cours du processus de déformation, dislocations qui sont susceptibles de se réarranger et de s'empiler sur les joints de grains. Les dislocations intragranulaires ainsi que celles bloquées aux joints de grains constituent les principales sources de l'énergie emmagasinée dans le matériau, énergie élastique qui représente la force motrice pour la recristallisation ; aussi, est-il important de pouvoir la déterminer par l'expérience ou et par la modélisation. Différentes méthodes sont ainsi utilisées :

- des méthodes globales, comme la calorimétrie
- l'analyse des variations structurales : diffraction X ou de neutrons, MET.

2.1. Calorimétrie :

L'énergie stockée peut être mesurée soit directement par calorimétrie, soit indirectement par les changements des propriétés physiques et mécaniques. La calorimétrie permet d'enregistrer un flux d'énergie libérée. On distingue deux types de mesure :

- au cours de la déformation, on détermine la chaleur produite (Q) par la déformation plastique et absorbée par le matériau qui s'échauffe. La détermination de l'énergie stockée nécessite le calcul du travail mécanique total fourni (W) : pour cela, il faut suivre la déformation ainsi que la contrainte au cours de la déformation ; W est alors obtenu en appliquant la formule défini au paragraphe 1.1. L'énergie emmagasinée est la différence entre le travail mécanique total et la chaleur dégagée.

- après la déformation, on mesure la chaleur libérée lors d'un traitement thermique (recuit). Cette énergie correspond à l'élimination des défauts introduits dans le matériau, lors de la recristallisation et/ou de la restauration. .

Les valeurs obtenues par cette méthode sont relativement élevées (de l'ordre de 200 J.mol^{-1} [HUM 95]), du fait que l'on mesure à la fois l'énergie associée aux dislocations et aux autres défauts ponctuels qui s'annihilent au cours du recuit. Récemment, Scholz et al. [SCH 99] ont ainsi mesuré pour du fer pur laminé à froid à 70% une énergie de l'ordre de 20 J.mol^{-1} .

2.2. Diffraction X :

L'énergie stockée peut également être évaluée en mesurant l'élargissement des pics de diffraction X ou de neutrons ; celui-ci est généralement considéré comme dû à :

- une fluctuation ε du paramètre de maille autour d'une valeur moyenne, que l'on caractérise par sa moyenne quadratique $\langle \varepsilon^2 \rangle$.
- la diminution de la taille des domaines de diffraction.

L'effet de taille est lié à une notion de densité de défauts et l'effet de distorsion, à l'homogénéité du champ de déformation interne.

Nous ne détaillerons pas ici tous les modèles permettant de relier l'énergie stockée aux profils de raies de diffraction X ; pour une étude complète, le lecteur se reportera aux ouvrages cités [WAR 50, KRI 63, WIL 69, GRO 88, MOH 99]. L'énergie stockée est reliée à l'élargissement des raies de diffraction X par la distorsion quadratique moyenne et s'exprime par la relation de Stibitz [STI 37] :

$$E_s = \frac{3}{2} \frac{E_{hkl}}{(1 + 2\nu_{hkl}^2)} \langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle \quad (\text{Eq. V.7})$$

où E_{hkl} est le module d'Young et ν_{hkl} le coefficient de Poisson.

Averbach et al. [AVE 56, WAR 50] considèrent que dans l'élargissement des raies de diffraction X, la contribution des dislocations contenues dans les parois des cellules est négligeable et que, par conséquent, cette méthode donne accès à l'énergie stockée associée à la densité de dislocations contenues à l'intérieur des cellules. Comme l'indique la relation (V.7), il s'agit là d'une valeur moyenne sur les grains participant à la diffraction.

Récemment, Mabelly [MAB 96] a montré qu'il y a une troisième source d'élargissement des pics. En effet, l'état de déformation moyen de chaque cristallite favorablement orienté pour la diffraction n'est pas homogène. Ces hétérogénéités de déformation élastique, liées aux incompatibilités plastiques de déformation et aux hétérogénéités de caractéristiques mécaniques contribuent de façon non négligeable à l'élargissement des pics de diffraction.

Par cette méthode, on accède à une énergie stockée par famille de grains. La hiérarchie des énergies calculées d'après la relation (V.7) ainsi que les ordres de grandeur varient selon les auteurs.

Every et Hatherly [EVE 74] ou Matsuo et al. [MAT 74] ont établi la classification suivante pour des aciers bas carbone (Al-K) laminé à froid à 70% :

$$E_{\{100\}} < E_{\{112\}} < E_{\{111\}} < E_{\{110\}}$$

Henry [HEN 95] obtient des énergies sensiblement voisines et maximales pour les orientations de type $\{111\}$ et $\{112\}$ dans le cas d'un acier IF-Nb laminé à froid à 70%. Enfin, Lebrun [LEB 77] et Willis [WIL 76] ont abouti à la classification suivante : $E_{\{100\}} \approx E_{\{111\}} < E_{\{112\}}$. Contrairement aux autres auteurs, Rajmohan et al. [RAJ 97] n'ont pas utilisé les rayons X mais les neutrons. Les énergies mesurées sont beaucoup plus élevées que dans les autres études. Comme le montrent les valeurs du

tableau V.1, cette technique leur a permis d'obtenir l'énergie moyenne par famille {hkl} mais également une mesure "individuelle" pour les orientations de type {hkl}<uvw> le long des fibres α et γ . Ainsi, les valeurs maximales sont obtenues pour l'orientation {223}<110> sur la fibre α et pour l'orientation {111}<112> sur la fibre γ ; le minimum correspond aux orientations comprises entre {001}<110> et {113}<110>.

Les valeurs obtenues par ces différents auteurs sont rassemblées dans le tableau V.1.

Matériau	Taux de LAF (%)	Orientations			
		{100}	{112}	{111}	{110}
Al-K [LEB 77]	67	3,8	5,4	4,5	-
Al-K [EVE 74]	70	3,8	5,8	7,8	11,5
IF-Nb [HEN 95]	70	2,5 à 2,8 ⁽¹⁾	3,4 à 3,7 ⁽¹⁾	3,5 à 3,8 ⁽¹⁾	-
Fer pur [MAT 74]	70	1,2	-	3	6,3
IF-Ti [RAJ 97]	80	11,2	23,3	20,1 à 25,5	20

⁽¹⁾ : selon la taille des précipités

Tableau V.1 : Energie stockée ($J.mol^{-1}$) au cours de la déformation mesurée par élargissement des pics de diffraction.

2.3. Relation Energie emmagasinée / Microstructure de déformation à froid :

Aux fortes déformations, les observations en microscopie électronique à transmission (MET) montrent que la microstructure s'organise : les dislocations ne sont plus réparties uniformément dans la matrice mais s'organisent en cellules. Les parois sont constituées d'enchevêtrement tri-dimensionnel de dislocations et délimitent des zones de densité beaucoup plus faible. L'énergie stockée peut alors être estimée connaissant la taille moyenne des cellules (d) et leur désorientation (θ) à partir de la formule :

$$E_s = \frac{3\gamma_s}{d} \quad (\text{Eq. V.8})$$

où γ_s est l'énergie de surface du sous-joint qui peut s'exprimer par la formule de Read-Shockley [REA 53]. On obtient alors :

$$E_s = \frac{3}{d} \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right) \quad (\text{Eq. V.9})$$

γ_m et θ_m représentent respectivement l'énergie de surface et la désorientation lorsque le sous-joint devient un joint de forte désorientation (typiquement, $\theta > 15^\circ$).

Ainsi, une diminution de la taille des cellules entraîne une augmentation de l'énergie due à une densité de parois plus grande ; de même, une forte désorientation correspond à une énergie élevée, l'énergie des sous-joints étant une fonction croissante de la désorientation.

Contrairement à la technique précédente, la détermination de l'énergie stockée par microscopie électronique permet d'avoir une valeur par orientation et non par famille de plans diffractants. Les résultats obtenus par différents auteurs sont résumés dans le tableau V.2.

Matériau		Fer pur [SMI 70]	Fer pur [DIL 72]	Al-K [EVE 74]	IF-Ti [SAM 97]
Taux de LAF (%)		70	60	70	90
Orientations	{100}<110>	3,8		12,6	5,5
	{113}<110>	11,8	7,9	21	12,5
	{111}<110>	20	12,6	50,2	17,5
	γ	33,6	-	-	21,5
	{331}<110>	-	17,2	-	-
	{110}<110>	33,6	-	71	-

Tableau V.2 : Energie stockée ($J.mol^{-1}$) au cours de la déformation, déterminée par mesure en microscopie électronique à transmission [MIR 99].

L'énergie stockée augmente lorsqu'on se déplace le long de la fibre α , de {001}<110> vers {110}<110>, le maximum se situant en {110}<110>. L'énergie maximale est également atteinte le long de la fibre γ . Cette hiérarchie est en accord avec la classification établie par Every et Hatherly [EVE 74] ou Matsuo et al. [MAT 74].

Les valeurs mesurées par MET sont plus élevées que celles calculées à partir de l'élargissement des pics de diffraction X. Les différences viennent des grandeurs mesurées. En effet, en MET on se limite à la caractérisation des cellules, donc aux dislocations concentrées dans les parois. De plus, le calcul de l'énergie repose sur le modèle de Read-Schokley, c'est à dire d'une distribution régulière des dislocations ; dans cette approche, on néglige donc les dislocations isolées.

2.4. Conclusion :

Les techniques expérimentales de calcul de l'énergie stockée conduisent à des hiérarchies similaires quant aux variations de l'énergie stockée en fonction de l'orientation des grains, mais à des ordres de grandeur différents. La calorimétrie fournit les valeurs les

plus élevées car elle mesure l'énergie associée à tous les défauts présents dans le matériau. Les autres techniques mesurent des énergies associées à différentes échelles ; il est donc bien difficile de comparer plus avant les divers résultats.

3. Les différents modèles mécaniques utilisés pour déterminer l'énergie stockée.

Les modèles se sont principalement intéressés aux contraintes internes d'ordre 2 associées aux interactions intergranulaires.

Le calcul de l'énergie stockée nécessite la résolution d'équations de champ portant sur les grandeurs locales (tenseurs de déformation ε_{ij} et de contrainte σ_{ij}), les conditions aux limites formulées en termes de grandeurs macroscopiques que sont la déformation (E) ou la contrainte imposée (Σ). Pour ce faire, il est nécessaire d'introduire des hypothèses simplificatrices. De nombreux modèles existent, nous citons ci-dessous les principaux et discutons leur applicabilité à la détermination de l'énergie bloquée.

3.1. Paramètres et modèles utilisés pour représenter l'énergie stockée :

Dans les différentes modélisations, il existe de nombreux paramètres utilisés pour la représentation de l'énergie stockée.

Le paramètre le plus utilisé [JON 92, HAY 97, BAC 99] est associé au modèle de Taylor ; il s'agit du **facteur de Taylor** défini par :

$$M = \frac{\dot{W}_g}{\sum_n |\dot{\gamma}_g^n| \tau_g^n} \quad (\text{Eq. V.10})$$

où \dot{W}_g est la puissance plastique pour un grain g , $\dot{\gamma}_g^n$ le taux de glissement sur un système n et τ_g^n une contrainte de référence ou contrainte critique. Le facteur M est donc un coefficient sans dimension. Il ne dépend pas du chemin de déformation suivi (si τ est une constante) mais uniquement de l'état actuel du matériau.

Cette démarche ne permet pas de calculer l'énergie stockée ; en effet, le modèle de Taylor suppose que toute la puissance fournie est dissipée en puissance plastique et que le champ de déformation plastique est intégrable (voire uniforme) ce qui ne génère pas de contraintes internes. Par conséquent l'énergie stockée est nulle. Il en est de même avec tous les modèles qui utilisent des lois locales plastiques ou viscoplastiques.

L'énergie stockée peut également être calculée à partir du **travail mécanique total** fourni lors de la déformation en considérant qu'elle en représente environ 10% (cf. § 1.1). Ce travail peut être déterminé pour chaque orientation selon les formules présentées au paragraphe 1.1.

Enfin, certains auteurs [SAR 97] utilisent la **cission critique résolue** comme mesure de l'énergie. Elle représente la contrainte minimale à exercer sur les dislocations pour les déplacer ; plus le nombre d'obstacles au mouvement des dislocations sera élevé, plus la cission critique sera grande. Elle est donc représentative des forces de freinage qui s'opposent aux mouvements des dislocations. Le carré de la cission critique τ_c^2 est supposé proportionnel à la densité de dislocations ; donc l'énergie stockée, qui est supposée proportionnelle à la densité de dislocations, est proportionnelle à τ_c^2 . Il n'est pas sûr qu'une cission critique soit nécessairement associée à des contraintes internes.

3.2. Modèles élasto-plastique ou - viscoplastique :

Nous avons vu précédemment qu'il est incontournable d'introduire les deux mécanismes de stockage (élasticité) et de dissipation (plasticité ou viscoplasticité) pour espérer capter correctement l'énergie stockée. Cette condition est nécessaire mais pas suffisante. Il faut en effet introduire des lois d'interactions entre les constituants (grains) qui estiment correctement les contraintes internes et ne privilégient pas des interactions trop élastiques [KRÖ 58] ou les interactions purement plastiques [SAC 28]. L'établissement de ces lois d'interactions relève du domaine de la micromécanique des matériaux hétérogènes. Il existe différents types de relations ou modèles permettant de relier les grandeurs locales et macroscopiques, suivant les hypothèses envisagées :

- Voigt [VOI 89] et Reuss [REU 29] furent les premiers à proposer des hypothèses d'uniformité de la contrainte (Reuss) ou de la déformation (Voigt). Cette vision est très simplificatrice.
- En 1938, Taylor [TAY 38] suppose que la déformation élastique est négligeable pour les matériaux déformés plastiquement, ce qui conduit à une égalité de la vitesse de déformation macroscopique et de la vitesse plastique locale et, comme on l'a vu précédemment à l'absence de contraintes internes.
- Lin [LIN 57] suppose que les vitesses de déformation totales, locales et macroscopiques sont égales. Cette hypothèse remplit les conditions de compatibilité mais pas d'équilibre si bien que les contraintes internes sont fortement surévaluées par ce modèle.
- En 1961, Kröner [KRÖ 61] introduit des relations tensorielles d'interaction entre les cristaux dans le domaine élastique qui seront extrapolées à l'écoulement plastique [BUD 62]. Là encore, cela conduit à une importante surévaluation des contraintes internes car le modèle est auto équilibré mais pas auto cohérent.

3.3. Modèle autocohérent :

L'approximation autocohérente proposée par Kröner en élasticité [KRÖ 58] et par Hill [HIL 65] en plasticité a été étendue aux grandes déformations par Berveiller et Zaoui [BER 79] et développée par Berveiller [BER 80], Lipinski [LIP 89, LIP 90, LIP 92, LIP 93]. Il s'applique au cas de cristallites ellipsoïdaux.

L'approximation autocohérente présente l'avantage d'assurer la compatibilité du champ de déformation, ainsi que les relations d'équilibre. Le grain est assimilé à une "particule" ellipsoïdale et le problème se ramène à celui de l'inclusion d'Eshelby [ESH 57]. C'est cette approche que nous avons utilisée pour la réalisation des calculs de texture de déformation et d'énergie stockée.

4. Présentation du modèle :

Afin de calculer l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique des grains, nous avons utilisé le modèle autocohérent élasto-plastique. Ce paragraphe a pour but de présenter le modèle micromécanique utilisé et ses hypothèses. Celui-ci permet de déterminer le comportement du polycristal à partir de la loi de comportement des cristallites qui le composent par une transition d'échelle micro/macro. Aussi, dans un premier temps, nous décrivons le comportement du monocristal puis, dans un second temps, la transition du grain vers le polycristal. Dans l'approximation autocohérente à un site, le polycristal constitué de N grains est décomposé en N systèmes élémentaires à un grain en interaction avec un milieu homogène équivalent.

4.1. Comportement du monocristal :

4.1.1. Lois de comportement :

Considérons le cas d'un monocristal dont la déformation plastique est due au glissement cristallographique sur un nombre limité de systèmes de glissement (g) caractérisés par \mathbf{n}^g et \mathbf{m}^g , les deux vecteurs unitaires définissant respectivement la normale au plan de glissement et la direction de glissement. Le taux de glissement est noté $\dot{\gamma}^g$.

Le taux de déformation peut être exprimé comme la somme de deux contributions, l'une élastique et l'autre plastique, ce qui conduit à l'expression suivante :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\epsilon}_{ij}^e + \dot{\epsilon}_{ij}^p \quad (\text{Eq. V.11})$$

où les indices e et p désignent respectivement les contributions élastique et plastique.

De même, le taux de rotation est donné par la formule suivante :

$$\dot{\omega}_{ij} = \dot{\omega}_{ij}^e + \dot{\omega}_{ij}^p \quad (\text{Eq. V.12})$$

ou $\dot{\omega}_e$ représente le taux de rotation de réseau (élastique) et $\dot{\omega}_p$ le taux de rotation plastique associée au glissement plastique. Elle permet donc d'avoir accès à l'évolution de la texture lors du processus de déformation.

Le champ "plastique" ϵ^p est en général incompatible et constitue une source de contraintes internes et de déformations élastiques résiduelles. La partie élastique permet d'accommoder les incompatibilités de déformation plastique et assure la compatibilité du champ de déformation totale (qui doit s'exprimer comme la dérivée d'un champ de déplacement).

Dans le cas de l'élasticité linéaire, la loi de comportement local est défini par les relations :

$$\dot{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} \cdot \dot{\epsilon}_{kl}^e \text{ ou } \dot{\epsilon}_{ij}^e = S_{ijkl} \cdot \dot{\sigma}_{kl} \quad (\text{Eq. V.13})$$

où C est le tenseur de modules élastiques (ou tenseur de rigidité) et S, le tenseur de souplesse.

Le taux de déformation plastique est relié au taux de glissement par l'expression :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^p = \sum_{g=1}^N R_{ij}^g \dot{\gamma}^g \quad (\text{Eq. V.14})$$

avec :

$$R_{ij}^g = \frac{1}{2} (m_i^g n_j^g + m_j^g n_i^g) \quad (\text{Eq. V.15})$$

En reportant les équations (V.11) et (V.13) dans (V.12), on obtient :

$$\begin{aligned} \dot{\sigma}_{ij} &= C_{ijkl} (\dot{\epsilon}_{kl} - \dot{\epsilon}_{kl}^p) \\ \dot{\sigma}_{ij} &= C_{ijkl} (\dot{\epsilon}_{kl} - \sum_{g=1}^N R_{kl}^g \dot{\gamma}^g) \end{aligned} \quad (\text{Eq. V.16})$$

4.1.2. Critère de Schmid :

D'après Schmid [SCH 31], le glissement plastique a lieu sur un système si la cission résolue sur celui-ci est supérieure à une certaine valeur critique. Le taux de la cission résolue sur le système (g) considéré actif est obtenue par dérivation de la loi de Schmid et s'écrit dans le repère lié au cristal :

$$\dot{\tau}^g = R_{ij}^g \dot{\sigma}_{ij} \quad (\text{Eq. V.17})$$

On distingue les trois cas suivants :

- le système est inactif : $\tau^g < \tau_c^g \quad \forall \dot{\tau}^g \Rightarrow \dot{\gamma}^g = 0$ (Eq. V.18)

- le système est potentiellement actif mais inopérant :

$$\tau^g = \tau_c^g \text{ et } \dot{\tau}^g < \dot{\tau}_c^g \Rightarrow \dot{\gamma}^g = 0 \quad (\text{Eq. V.19})$$

- le système est actif et le demeure : $\tau^g = \tau_c^g, \quad \dot{\tau}^g = \dot{\tau}_c^g \Rightarrow \dot{\gamma}^g > 0$ (Eq. V.20)

4.1.3. Généralisation du critère de Schmid :

L'évolution de la cission critique sur un système (g) est reliée au taux de glissement sur les systèmes (h) par le biais de la matrice d'écroissage du monocristal H :

$$\tau_c^g = \sum_{h=1}^N H^{gh} \dot{\gamma}^h \quad (\text{Eq. V.21})$$

H fut introduite la première fois par Koiter [KOI 60] sous une forme diagonale, puis généralisée par Mandel [MAN 65] dans le cas de mécanismes de glissement non indépendants. Elle rend compte des phénomènes de durcissement et des différentes interactions entre les systèmes de glissement qui peuvent être classées en quatre types :

- l'auto-écrouissage : c'est l'écrouissage propre à chaque système de glissement qui apparaît dans les termes diagonaux de la matrice.

- l'écrouissage dû aux interactions entre systèmes de glissement coplanaires
- l'écrouissage dû aux interactions entre systèmes de glissement colinéaires
- l'écrouissage dû aux autres types d'interactions, notamment de type "forêt" de dislocations.

Il y a donc quatre coefficients à déterminer correspondant aux quatre types d'interactions précédemment cités.

Franciosi et al. [FRA 80] ont simplifié le nombre de coefficients de la matrice : leur matrice ne fait intervenir que les interactions faibles et fortes entre systèmes de glissement. La matrice H ne fait intervenir que deux termes : h_1 lié aux trois premiers types d'interactions, et h_2 pour le dernier.

4.1.4. Définition des modules tangents :

Pour les systèmes actifs, les équations (V.17) et (V.21) conduisent à :

$$R_{ij}^g \dot{\sigma}_{ij} = \sum_{h=1}^N H^{gh} \dot{\gamma}^h \quad (\text{Eq. V.22})$$

L'équation (V.15) devient :

$$R_{ij}^g C_{ijkl} (\dot{\epsilon}_{kl} - R_{kl}^h \dot{\gamma}^h) = H^{gh} \dot{\gamma}^h \quad (\text{Eq. V.23})$$

d'où

$$(H^{gh} + R_{ij}^g C_{ijkl} R_{kl}^h) \dot{\gamma}^h = R_{ij}^g C_{ijkl} \dot{\epsilon}_{kl} \quad (\text{Eq. V.24})$$

ce qui s'écrit sous la forme :

$$\dot{\gamma}^h = M^{hg} R_{ij}^g C_{ijkl} \dot{\epsilon}_{kl} \quad (\text{Eq. V.25})$$

où la matrice M est donnée par :
$$M^{hg} = (H^{hg} + R_{ij}^h C_{ijkl} R_{kl}^g)^{-1} \quad (\text{Eq. V.26})$$

En injectant l'équation (V.25) dans (V.23), on obtient la loi de comportement local, reliant le taux de contrainte au taux de déformation :

$$\dot{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} (I_{klmn} - R_{kl}^h M^{hg} R_{pq}^g C_{pqmn}) \dot{\epsilon}_{,mn} \quad (\text{Eq. V.27})$$

ce qui définit le tenseur des modules tangents ℓ :

$$\ell_{ijmn} = C_{ijkl} (I_{klmn} - R_{kl}^h M^{hg} R_{pq}^g C_{pqmn}) \quad (\text{Eq. V.28})$$

Par conséquent, l'équation (V.27) peut être écrite simplement par la formule :

$$\dot{\sigma} = \ell : \dot{\epsilon} \quad (\text{Eq. V.29})$$

Cette relation permet, à tout instant, de relier le taux de contrainte locale au taux de déformation locale. Le tenseur ℓ dépend des systèmes de glissement activés par le biais de la matrice M ; il est également fonction de l'état d'écrouissage et de contraintes, et du chemin de déformation suivi. D'autre part, il est anisotrope car il dépend de l'orientation cristallographique du volume considéré par l'intermédiaire du tenseur de Schmid, R_{ij} .

4.1.5. Energie stockée :

Comme nous l'avons mentionné précédemment, la puissance mécanique fournie par unité de volume au cours de la déformation est donnée par la relation :

$$w = \sigma : \dot{\epsilon} \quad (\text{Eq. V.30})$$

En utilisant la relation (V.11), elle s'écrit également :

$$w = \sigma : \dot{\epsilon}^e + \sigma : \dot{\epsilon}^p \quad (\text{Eq. V.31})$$

Le terme $\dot{\Phi} = \sigma : \dot{\epsilon}^e$ correspond à la puissance élastique stockée dans le matériau, alors que le terme $D = \sigma : \dot{\epsilon}^p$ à la puissance dissipée. En utilisant les relations établies dans le paragraphe précédent, ces deux puissances peuvent être exprimées en fonction des deux grandeurs locales :

$$\dot{\Phi} = \sigma : S : \ell : \dot{\epsilon} \quad (\text{Eq. V.32})$$

$$D = \sigma : \sum_{h,g} R^g M^{gh} R^h : C : \dot{\epsilon} \quad (\text{Eq. V.33})$$

Ces relations traduisent bien le fait que l'énergie stockée est due à la partie élastique de la déformation ; aussi, il ne peut y avoir d'énergie stockée dans le cas de comportement purement plastique (ou viscoplastique).

4.2. Comportement du polycristal :

4.2.1. Définition du problème

Dans le cas du polycristal, le volume élémentaire représentatif (VER) et le milieu homogène équivalent (MHE) considéré infini doivent être choisis de telle manière que "les champs $\Sigma(X)$ et $E(X)$, solution du problème de structures résolu avec les caractéristiques homogénéisées soient, en tout point

macroscopique X , égaux aux valeurs moyennes sur le VER attaché à X à des champs locaux $\sigma(x)$ et $\varepsilon(x)$ [BER 93].

Le VER est soumis à un taux de contrainte $\dot{\Sigma}$ ou de déformation \dot{E} macroscopiques ("conditions aux limites") qui vont créer des champs locaux de taux de contrainte et de déformation ($\dot{\varepsilon}$ et $\dot{\sigma}$). L'étape permettant de relier les grandeurs locales aux grandeurs macroscopiques est appelée étape de "localisation".

Pour y parvenir, il est nécessaire que le VER vérifie les équations suivantes :

- Equation d'équilibre (quasi-statique, sans force de volume) :

$$\dot{\sigma}_{ij,j} = 0 \quad (\text{Eq. V.34})$$

- Relation de compatibilité exprimant le fait que le taux de déformation totale (i.e. élastique et plastique) dérive d'un champ de vitesse v :

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{2}(v_{i,j} + v_{j,i}) \quad (\text{Eq. V.35})$$

D'autre part, le comportement local établi dans le paragraphe précédent :

$$\dot{\sigma} = \ell(r) : \dot{\varepsilon} \quad (\text{Eq. V.36})$$

doit être vérifié.

4.2.2. Localisation :

Pour calculer le champs locaux ($\dot{\varepsilon}$ et $\dot{\sigma}$) à partir des champs macroscopiques ($\dot{\Sigma}$ et \dot{E}), on introduit un milieu homogène équivalent dont les modules tangents sont uniformes sur tout le volume. Ainsi le MHE est soumis aux mêmes conditions aux limites que le milieu hétérogène étudié.

Dans cette configuration, le tenseur ℓ peut être décomposé en deux termes : l'un uniforme L^0 et l'autre variant localement $\delta\ell(r)$. L'équation :

$$\ell(r) = L^0 + \delta\ell(r) \quad (\text{Eq. V.37})$$

associée aux équations (V.34) et (V.36) s'écrit :

$$L^0_{ijkl} v_{k,lj} + \left(\delta\ell_{ijkl}(r) \dot{\varepsilon}_{kl}(r) \right)_{,j} = 0 \quad (\text{Eq. V.38})$$

où le terme $(\delta\ell_{ijkl}(r) \dot{\varepsilon}_{kl}(r))_{,j}$ représente des forces volumiques fictives.

Cette dernière peut être transformée en équation intégrale à partir du tenseur de Green G^0 du milieu L^0 , ce qui conduit à l'expression suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}(r) = \dot{E}_{ij} + \int_V \Gamma_{ijkl}(r-r') (\ell_{klmn}(r') - L^0_{klmn}) \dot{\varepsilon}_{mn}(r') dV' \quad (\text{Eq. V.39})$$

où $\Gamma_{ijkl} = \frac{1}{2}(G^0_{ik,jl'} + G^0_{jk,il'})$ est le tenseur de Green modifié.

De la même manière, le taux de rotation peut se mettre sous la forme :

$$\dot{\omega}_{ij}(\mathbf{r}) = \dot{\Omega}_{ij} + \int_V \Gamma'_{ijkl}(\mathbf{r}-\mathbf{r}')(\ell_{klmn}(\mathbf{r}') - L^0_{klmn})\dot{\epsilon}_{mn}(\mathbf{r}')dV' \quad (\text{Eq. V.40})$$

avec $\Gamma'_{ijkl} = \frac{1}{2}(G^0_{ik,jl} - G^0_{jk,il})$.

4.2.3. Approximation autocohérente :

Dans l'approximation autocohérente de l'équation (V.39), les modules tangents \mathbb{L} sont choisis de manière à ce que la valeur moyenne des interactions définies par $\delta\ell(\mathbf{r}) : \dot{\epsilon}(\mathbf{r})$ soit nulle, ce qui implique : $\dot{\Sigma} = L^0 \dot{E}$ ou $L^0 = L^{\text{eff}}$. Les modules tangents L^0 correspondent aux modules tangents du MHE, c'est à dire aux modules tangents effectifs L^{eff} du polycristal qui vérifient la relation :

$$\dot{\Sigma} = L^{\text{eff}} : \dot{E} \quad (\text{Eq. V.41})$$

D'autre part, le comportement plastique étant uniforme à l'intérieur d'un grain, le polycristal peut être considéré comme un ensemble de domaines de volume V pour lesquels les déviations $\delta\ell(\mathbf{r})$ vérifient les relations :

$$\delta\ell(\mathbf{r}) = \sum_{I=1}^N \ell^I \delta^I(\mathbf{r}) \quad (\text{Eq. V.42})$$

avec $\delta^I(\mathbf{r}) = \begin{cases} 0 & \text{si } \mathbf{r} \notin V^I \\ 1 & \text{si } \mathbf{r} \in V^I \end{cases}$.

Ainsi, les champs de vitesse de contrainte et de déformation sont uniformes à l'intérieur de l'inclusion : ils ne dépendent pas de \mathbf{r} (Proposition d'Eshelby).

4.2.4. Approximation autocohérente à un site :

Dans le cas de l'approximation autocohérente à un site, on néglige les interactions discrètes entre les différents domaines ; on ne considère qu'un domaine en interaction avec le MHE. Le taux de déformation à l'intérieur d'une inclusion I est donné par la relation :

$$\dot{\epsilon}^I = \dot{E} + T^{\text{el}} : (\ell^I - L^{\text{eff}}) : \dot{\epsilon}^I \quad (\text{Eq. V.43})$$

De même, le taux de rotation peut être calculé à partir de l'expression suivante :

$$\dot{\omega}^I = \Omega + T_a^{\text{el}} : (\ell^I - L^{\text{eff}}) : \dot{\epsilon}^I \quad (\text{Eq. V.44})$$

T^{el} et T_a^{el} sont les tenseurs d'Eshelby du grain I assimilé à une inclusion ellipsoïdale.

Les modules tangents effectifs du polycristal sont obtenus en moyennant les modules tangents sur tous les domaines, c'est à dire sur toutes les inclusions :

$$L^{\text{eff}} = \sum_I f^I \ell^I : A^I \quad (\text{Eq. V.45})$$

avec $A^I = (I - T^{\text{el}} : (\ell^I - L^e))^{-1}$ (Eq. V.46).

La résolution du problème se fait de manière incrémentale : à chaque étape, les différents paramètres sont évalués et réinjectés comme données d'entrée pour l'itération suivante.

4.2.5. Paramètres calculés :

Les équations (V.36) et (V.43) à (V.46) permettent, à chaque incrément de calcul, de calculer l'évolution de :

- la cission critique pour les différents systèmes de glissement
- le glissement et la déformation plastiques cumulés dans chaque grain
- l'orientation cristallographique de chaque grain, donc la texture

tout au long du chemin de chargement.

De ces grandeurs, on déduit deux autres paramètres :

- l'énergie élastique stockée par unité de volume dans chaque grain :

$$E_s^I = \frac{1}{2} \sigma_{ij}^I S_{ijkl} \sigma_{kl}^I \quad (\text{Eq. V.47})$$

Elle est associée aux contraintes du second ordre qu'on peut relier aux dislocations géométriquement nécessaires.

- la déformation plastique équivalente dans chaque grain, calculé selon la définition de Von Mises :

$$\varepsilon_p^I = \sqrt{\frac{2}{3} \varepsilon_{ij}^{pl} \varepsilon_{ij}^{pl}} \quad (\text{Eq. V.48})$$

4.3. Conditions initiales :

La résolution des équations précédentes nécessite la connaissance de divers paramètres initiaux que nous détaillons ci-dessous. La simulation a été réalisée pour les différentes nuances en cuivre étudiées.

4.3.1. Etat initial :

La texture après l'étape de laminage à chaud a été mesurée par diffraction X, puis représentée sous forme de FDO (cf. Chapitre III). Elle a été discrétisée en 5000 orientations (les 5000 grains du calcul) réparties dans l'espace d'Euler, ce qui constitue l'état initial de la modélisation.

Les grains sont supposés initialement sphériques.

De plus, les contraintes et déformations internes sont considérées nulles : il n'y a pas de contraintes résiduelles locales à l'issue du laminage à chaud.

4.3.2. Systèmes de glissement potentiels :

Le glissement plastique s'effectue selon des plans et directions privilégiés que sont notamment les plans denses et les directions denses. Dans la structure cubique centrée, les directions de glissement sont de type $\langle 111 \rangle$ et les plans de glissement de type $\{110\}$ et $\{112\}$; les systèmes de glissement potentiels sont donc définis en notation de Miller par $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$, ce qui correspond à 24 configurations possibles.

La cission critique initiale a été prise identique pour tous les systèmes de glissement et égale à τ_c^0 .

4.3.3. Matrice d'écrouissage :

La matrice d'écrouissage telle qu'elle a été définie par Franciosi [FRA 80] peut se mettre sous la forme :

$$H^{gh} = A \frac{a^{gh}}{(\tau_c^g - \tau_c^0)^n} \quad (\text{Eq. V.49})$$

où :

- A est une constante
- a^{gh} est la matrice d'interaction qui est donnée par deux coefficients distincts, h_1 et h_2 (cf. § 413) représentant les interactions fortes et les interactions faibles.
- τ_c^g et τ_c^0 sont respectivement la cission critique du système de glissement g et la cission critique initiale.
- n est un coefficient d'écrouissage.

Il y a donc quatre paramètres indépendants à déterminer. Pour ce faire, des essais de traction ont été réalisés sur les tôles à chaud dans trois directions : selon la direction de laminage (sens long), selon la direction transverse (sens court) et selon une direction à 45° des deux premières (sens travers). Les courbes calculées $\sigma=f(\epsilon)$ ainsi obtenues reliant la contrainte à la déformation sont ajustées aux courbes expérimentales de manière à déterminer les quatre paramètres précédemment évoqués.

La figure V.2 présente les courbes de traction expérimentale et calculée dans le cas de l'acier sans cuivre pour une déformation totale de 20%. La distribution des couples $(\epsilon_{ij}, \sigma_{ij})$ pour les différents grains est également représentée pour une déformation macroscopique de 10 et 20%.

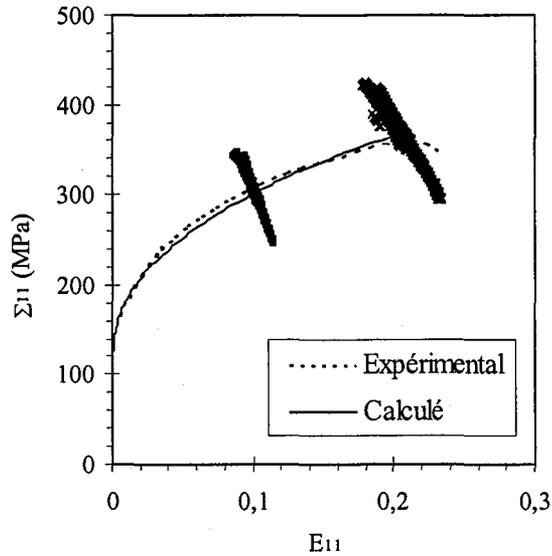


Figure V.2 : Courbes de traction expérimentale et calculée de l'acier IF-Ti à 0% de cuivre, dans la direction de laminage.

Elle montre un très bon accord entre la courbe simulée et la courbe mesurée expérimentalement. D'autre part, on constate que tous les grains ne se déforment pas de la même manière : les valeurs des contraintes et des déformations "locales" varient autour de la valeur moyenne. Les fluctuations sont d'autant plus importantes que la déformation globale augmente : les valeurs extrêmes en fonction de la déformation imposée sont données dans le tableau V.3.

Déformation macroscopique	ε_{ij} (%)	σ_{ij} (MPa)
10%	8	345
	11	245
20%	18	420
	23	293

Tableau V.3 : Valeurs extrêmes des paramètres locaux (ε_{ij} , σ_{ij}) au cours d'une traction uniaxiale à 10 et 20% de déformation.

Pour une déformation macroscopique donnée, l'écart de contraintes locales entre les grains est de 100 MPa ; la déformation locale varie entre 18 et 23% pour une déformation totale de 20%. Ce résultat met en évidence la différence de comportement des grains en fonction de leur orientation cristallographique. Les grains se déformant peu (respectivement beaucoup) sont soumis à une contrainte locale plus élevée (respectivement plus faible) que la valeur moyenne. Ces hétérogénéités de comportement sont la source des différences d'énergie stockée au cours de la déformation.

L'ajustement des courbes de traction a permis de déterminer, pour chaque nuance en cuivre, les paramètres suivants :

Teneur en cuivre (%)	τ_c^0 (MPa)	n	A	h_1	h_2
0	44	1,15	14000	1,0	1,1
0,3	48	1,13	16000	1,0	1,1
1	76	1,15	16000	1,0	1,1

Tableau V.4 : Paramètres utilisés pour le calcul de la matrice d'écroissage.

Lorsque la teneur en cuivre augmente, les coefficients d'interaction h_1 et h_2 n'évoluent pas ; les paramètres n et A sont également peu sensibles à la présence de cuivre. Seule la cission critique augmente fortement. En effet, dans les nuances enrichies en cuivre, les précipités de cuivre représentent un obstacle supplémentaire au mouvement des dislocations ; donc la force minimale à exercer pour les déplacer augmente, ce qui se traduit logiquement par une hausse de τ_c^0 .

Le module élastique de cisaillement, considéré isotrope, est pris égal à 80 GPa, et le coefficient de poisson ν égal à 0,3 et ce, indépendamment de la teneur en cuivre.

4.4. Trajet de chargement :

Les équations décrivant le comportement du matériau à chaque incrément de calcul font intervenir la vitesse de déformation. Pour simuler un chargement correspondant au laminage à froid, nous choisissons le tenseur de taux de contrainte macroscopique de la forme :

$$\dot{\Sigma} = \dot{\Sigma} \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$

La variable pilote est la contrainte ; le pas d'itération choisi est de 5 MPa. Le calcul est arrêté lorsque la déformation macroscopique est égale au taux de réduction appliqué lors du laminage à froid (75%).

4.5. Représentation des résultats :

La mise en équation du problème a montré que l'énergie stockée et la déformation plastique équivalente sont fonction de l'orientation cristallographique du grain considéré et du trajet de chargement suivi. Aussi, les différents résultats concernant ces deux paramètres scalaires seront présentés en fonction de l'orientation cristallographique finale des grains dans l'espace d'Euler.

Dans un premier temps, nous nous intéresserons au cas de l'acier sans cuivre : nous comparerons les textures expérimentales et calculées, puis nous présentons l'évolution de l'énergie

bloquée et de la déformation plastique cumulée au cours du laminage. Enfin, nous verrons quelle est l'influence d'une addition de cuivre sur ces deux paramètres.

5. Résultats :

5.1. Texture de laminage à froid :

5.1.1. Après un laminage à 75% :

Le calcul des rotations cristallines définies par le tenseur (ω_{ij}) permet de déterminer la texture résultant du laminage à froid. La figure V.3 présente la texture calculée, sous forme de FDO en coupe à $\phi 2$ constant pour l'acier IF-Ti sans cuivre ; à titre de comparaison, nous avons tracé de la même manière la texture expérimentale en figure V.4.

La texture calculée est constituée d'une fibre α partielle dont les orientations s'étendent de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{111\}\langle 110 \rangle$, et de la fibre γ le long de laquelle la distribution des orientations est homogène. Le calcul prévoit bien la formation de ces deux fibres. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Bacroix et al. [BAC 99] qui observent, par simulation, un maximum de la texture en $\{111\}\langle 110 \rangle$.

Ces effets peuvent avoir différentes origines ; ils peuvent être dus, d'une part, aux approximations faites dans le calcul et à la discrétisation de la texture par un nombre limité d'orientations : de ce fait, les maxima sont beaucoup plus localisés et les pics plus intenses. D'autre part, la cission critique initiale a été prise identique pour tous les systèmes de glissement ; cela peut également conduire à des déviations du calcul par rapport à la réalité.

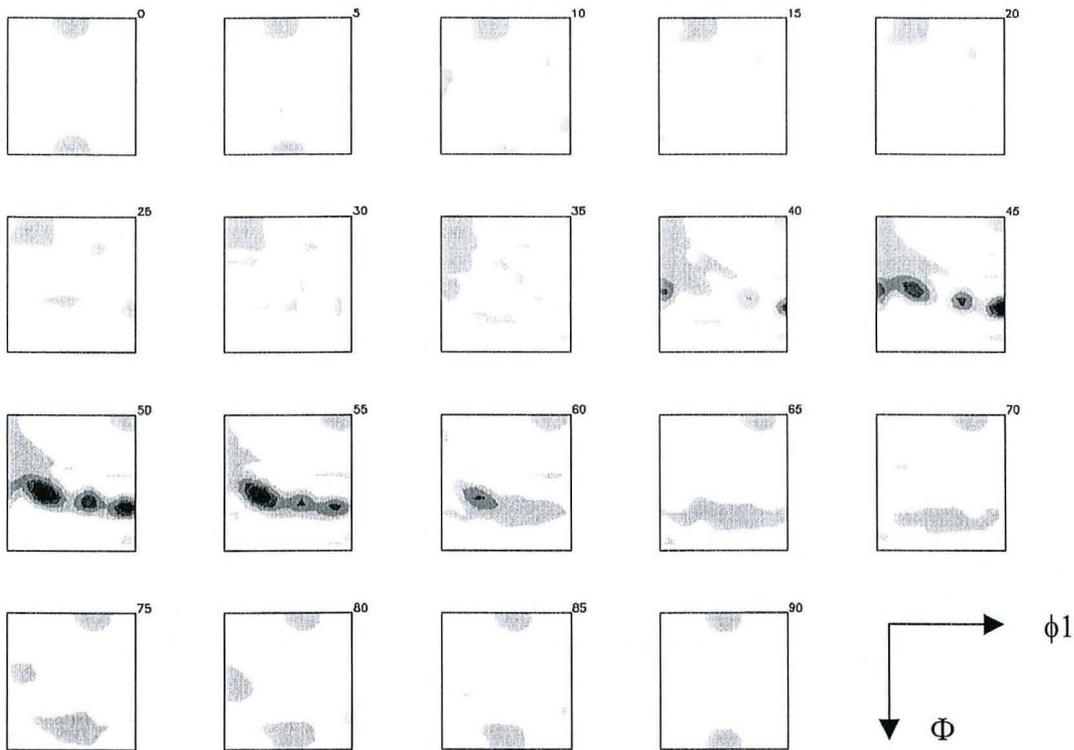


Figure V.3 : Texture calculée après laminage à froid de 75% de l'acier IF-Ti sans cuivre. Coupe à $\phi 2$ constant (pas de 5°).

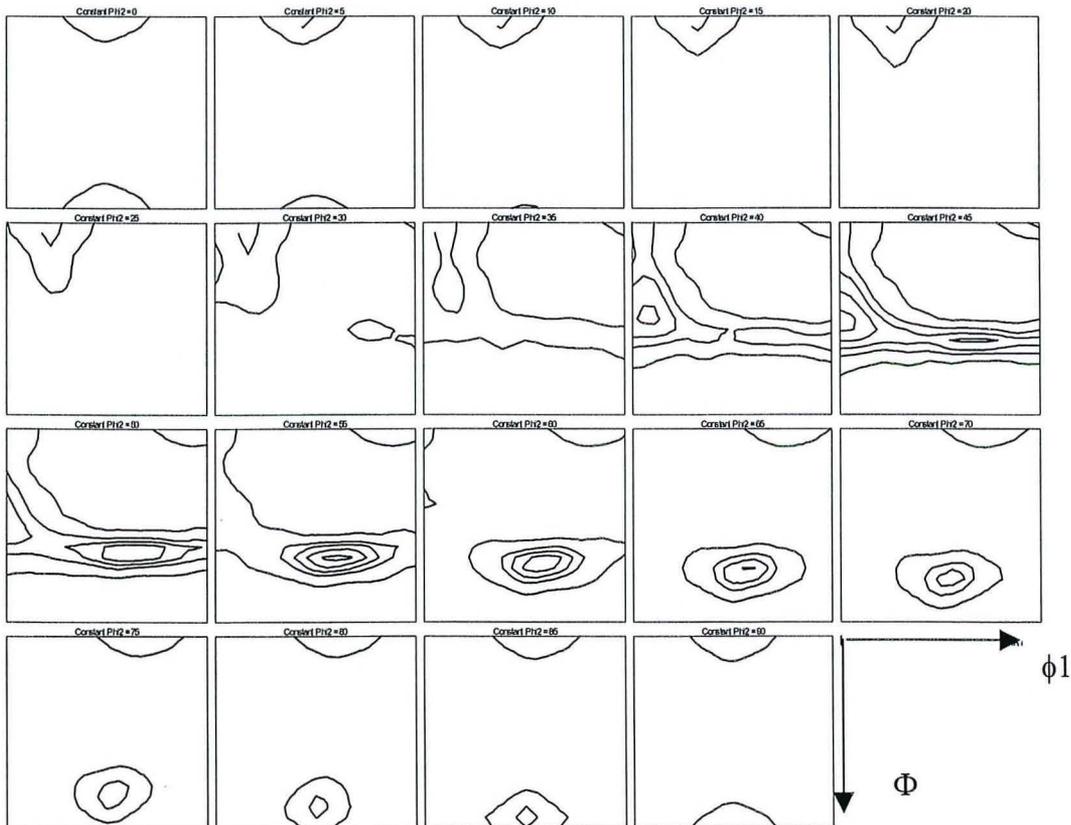


Figure V.4 : Texture expérimentale (mesurée par diffraction X) après laminage à froid de 75% de l'acier IF-Ti sans cuivre. Coupe à $\phi 2$ constant (pas de 5°).

5.1.2. Influence du taux de laminage :

L'évolution de l'intensité le long des deux fibres au cours du laminage à froid est représentée en figure V.5.

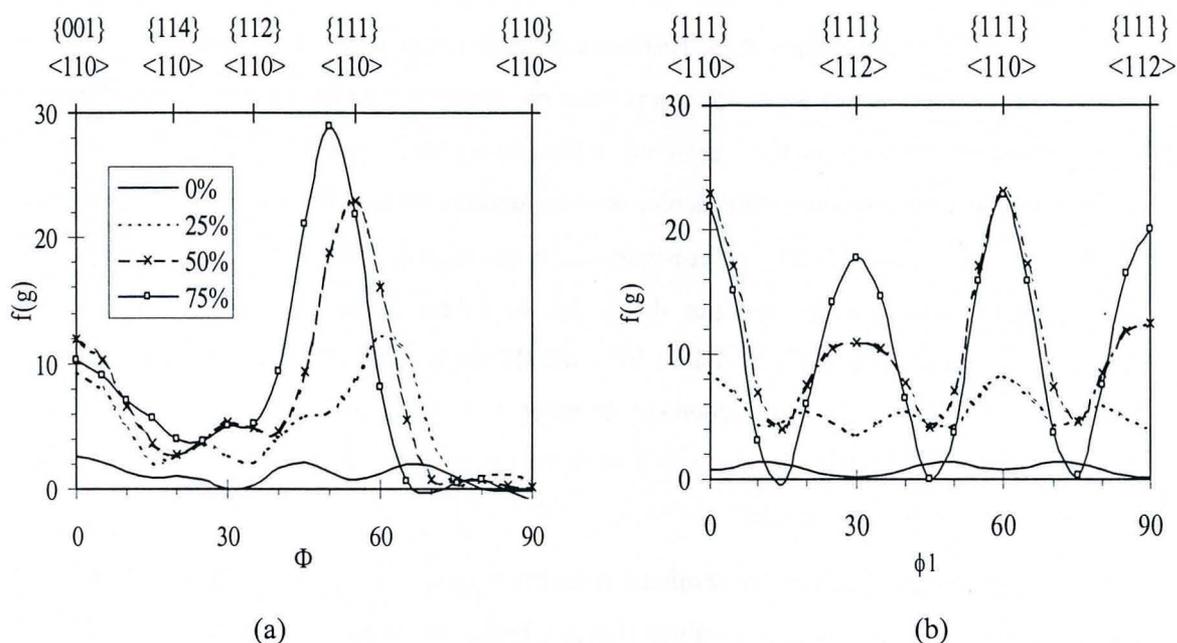


Figure V.5 : Evolution de la texture le long des fibres α (a) et γ (b) en fonction du taux de laminage à froid.

L'intensité le long des fibres α et γ augmente avec le taux de réduction : on note un déplacement du maximum de la texture le long de la fibre α vers les orientations comprises entre $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 110\rangle$ lorsque l'on augmente le taux de laminage. L'intensité des orientations appartenant à la fibre γ augmente de façon homogène : les deux composantes $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ sont comparables. Ces résultats sont en accord avec ceux de Schlieppenbach et al. [SCH 86] présentés au Chapitre I : pour un acier à bas taux de carbone, ils observent une augmentation relativement uniforme de l'intensité des deux fibres lorsque le taux de laminage augmente, avec parfois la formation d'un maximum local sur la fibre α .

5.2. Energie stockée et déformation plastique: cas de l'acier IF-Ti sans cuivre.

Le calcul des tenseurs de contrainte (σ_{ij}) et de déformation plastique (ε_{ij}^p) permet de calculer l'énergie stockée et la déformation plastique équivalente en fonction de l'orientation cristallographique. Dans cette partie, nous présenterons tout d'abord les résultats obtenus après une déformation à 75%,

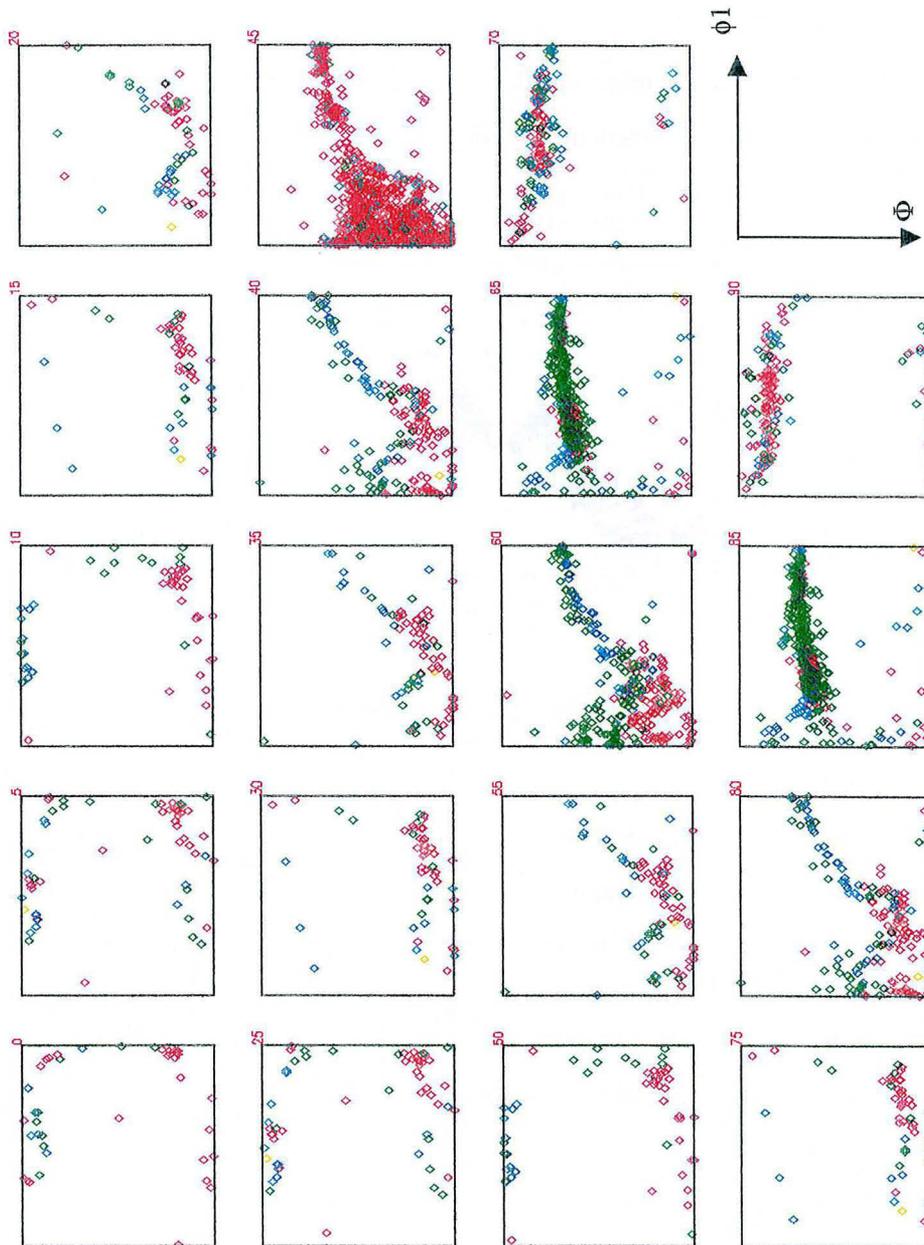
puis nous examinerons l'influence du taux de déformation sur l'énergie stockée et la déformation plastique cumulée.

La figure V.6 présente la distribution de l'énergie stockée sous forme de coupe à $\phi 2$ constant dans l'espace d'Euler après une déformation macroscopique de 75%. Elle a été calculée selon

$$\text{l'équation (V.47) : } E_s^I = \frac{1}{2} \sigma_{ij}^I S_{ijkl} \sigma_{kl}^I .$$

La répartition des points dans l'espace est représentative de la texture : on note une forte concentration dans la coupe à $\phi 2=45^\circ$ qui permet de visualiser simultanément les deux fibres α et γ . L'énergie stockée varie de quelques dixièmes à plus de 6 J.mol⁻¹, selon le code couleur indiqué sur la figure V.6. Selon l'orientation considérée, les fluctuations locales de l'énergie sont plus ou moins grandes : sur la section $\phi 2=20^\circ$, au voisinage de la position $\phi 1=30^\circ$ et $\Phi=25^\circ$, les différents points présents correspondent à des énergies de l'ordre de 1 J.mol⁻¹ jusqu'à plus de 4 J.mol⁻¹, soit une variation de plus de 300%. Ceci montre bien que l'énergie stockée ne dépend pas uniquement de l'orientation finale du grain mais également du trajet de déformation (ou de "rotation") suivi : aussi, pour une orientation donnée, il faut considérer la valeur moyenne de l'énergie ainsi que la dispersion des valeurs autour de cette dernière.

Afin de mieux visualiser les résultats, nous nous focalisons sur les orientations principales qui composent la texture, c'est à dire les fibres α et γ . Chaque orientation $g=(\phi 1, \Phi, \phi 2)$ est décrite par un volume " $g+dg$ " autour de l'orientation g , défini par $\Delta\phi 1=\Delta\Phi=\Delta\phi 2=5^\circ$. Nous étudierons successivement les variations d'énergie stockée et de déformation plastique le long de ces deux fibres.



Couleur	E_s (J.mol ⁻¹)
■	1,125
■	2,25
■	3,375
■	4,425
■	5,55
■	6,675

Figure V.6 : Distribution de l'énergie stockée en fonction de l'orientation finale du grain, représentée dans l'espace d'Euler en coupe à ϕ_2 constant (pas de 5°).

5.2.1. Fibre α :

5.2.1.1. Énergie stockée :

La figure V.7 présente la distribution de l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique finale des grains appartenant à la fibre α .

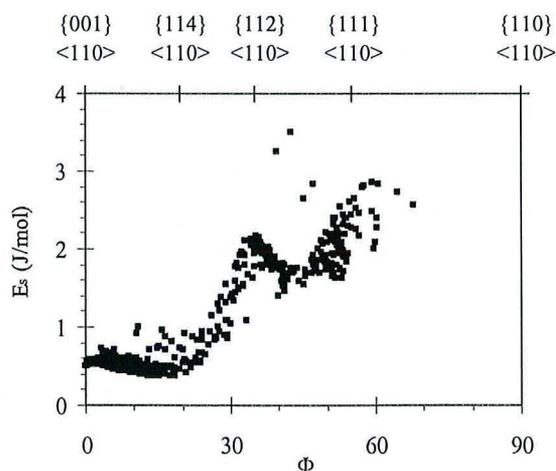


Figure V.7 : Distribution de l'énergie stockée le long de la fibre α , après une déformation globale de 75%.

Elle montre que l'énergie varie le long de la fibre α : elle est minimale pour les orientations dont l'angle Φ est compris entre 0 et 20°, puis augmente avec la valeur de l'angle Φ ; un premier maximum est observé en $\{112\}\langle 110 \rangle$, puis un deuxième en $\{111\}\langle 110 \rangle$. Le calcul n'a pas permis d'avoir accès aux orientations comprises entre $\{111\}\langle 110 \rangle$ et $\{110\}\langle 110 \rangle$. On notera que la dispersion des mesures est faible, contrairement à ce que l'on a pu observer dans le cas général (cf. paragraphe précédent) : elle est inférieure à 1 J.mol⁻¹ sur l'ensemble de la fibre sauf en $\{111\}\langle 110 \rangle$ qui est la composante commune avec la fibre γ .

La figure V.8 présente la valeur moyenne de l'énergie le long de la fibre α .

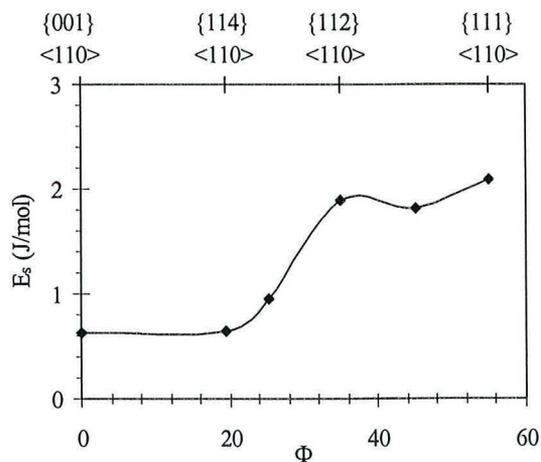


Figure V.8 : Énergie stockée moyenne le long de la fibre α , après une déformation globale de 75%.

Elle varie de $0,6 \text{ J.mol}^{-1}$ au voisinage de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $2,1 \text{ J.mol}^{-1}$ en $\{111\}\langle 110 \rangle$. Les variations observées sont en accord avec les données de la littérature : le long de la fibre α , l'énergie augmente selon la hiérarchie : $E_{s\{100\}} < E_{s\{112\}} < E_{s\{111\}}$. Concernant les ordres de grandeur, les valeurs moyennes sont en accord avec les résultats de Matsuo [MAT 74] ; toutefois, la comparaison des valeurs entre les différentes méthodes est délicate car, comme nous l'avons déjà mentionné, elles ne mesurent pas toutes la même énergie.

5.2.1.2. Déformation plastique équivalente (DPE) :

La déformation plastique équivalente (DPE), ϵ_{eq}^p , a été calculée selon la définition de Von Mises. La figure V.9 représente la dispersion de celle-ci en fonction de l'angle Φ , le long de la fibre α .

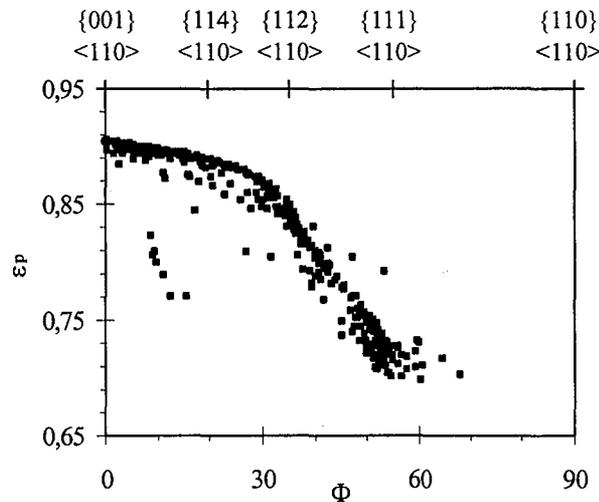


Figure V.9 : Dispersion de la déformation plastique équivalente ϵ_{eq}^p le long de la fibre α , après une déformation globale de 75%.

ϵ_{eq}^p est maximum pour les orientations dont l'angle Φ est inférieur à 20° , puis elle diminue lorsque l'on se déplace vers l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$. La DPE varie donc en sens inverse de l'énergie stockée : c'est une fonction décroissante de l'angle Φ . Comme précédemment, la dispersion des valeurs est faible : elle est de l'ordre de 0,04 autour de la valeur moyenne.

Le calcul des valeurs moyennes, dont l'évolution en fonction de l'angle Φ est présentée figure V.10, montre que la DPE varie entre 0,9 (au voisinage de $\{001\}\langle 110 \rangle$) à 0,73 (en $\{111\}\langle 110 \rangle$). Donc, pour toutes les orientations appartenant à la fibre α , elle est supérieure à la déformation macroscopique.

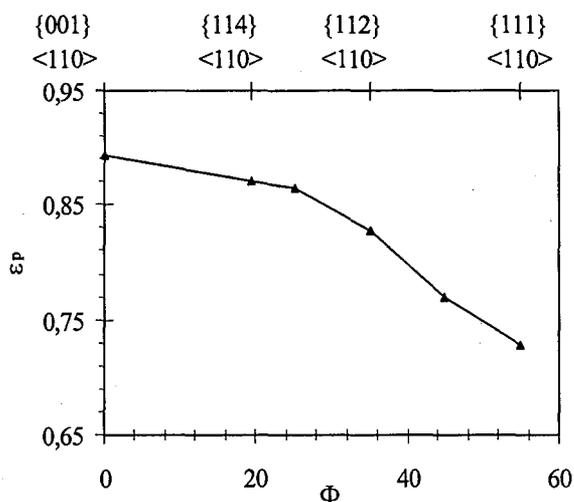


Figure V.10 : Déformation plastique équivalente moyenne le long de la fibre α , après une déformation globale de 75%.

5.2.2. Fibre γ :

5.2.2.1. Energie Stockée :

La figure V.11 représente la dispersion d'énergie stockée pour les orientations appartenant à la fibre γ .

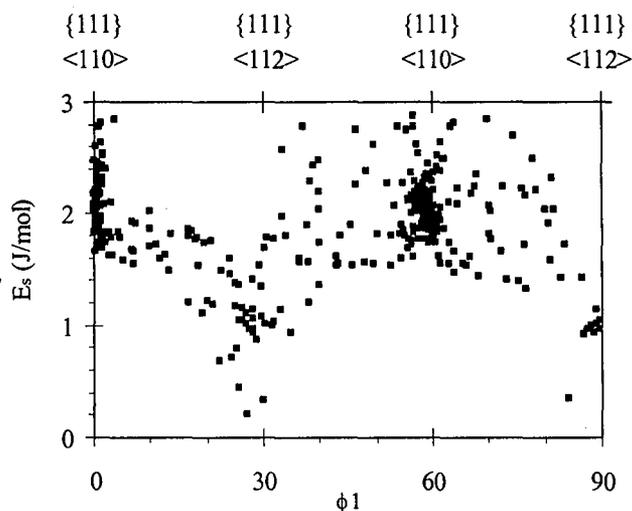


Figure V.11 : Dispersion d'énergie stockée le long de la fibre γ , après une déformation globale de 75%.

Pour une orientation donnée, la dispersion d'énergie est plus élevée que dans le cas de la fibre α , comme nous l'avons déjà mentionné (cf. § 5.2.1.1) ; par exemple, au voisinage de la composante $\{111\}\langle 112\rangle$, les valeurs extrêmes sont $0,3 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}$ pour le minimum et $2 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}$ pour le maximum.

Nous avons calculé la valeur moyenne de l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique ; compte tenu de l'équivalence des orientations, nous nous sommes limités au tracé de l'intervalle $\phi_1 \in [0;30^\circ]$ (cf. figure V.12).

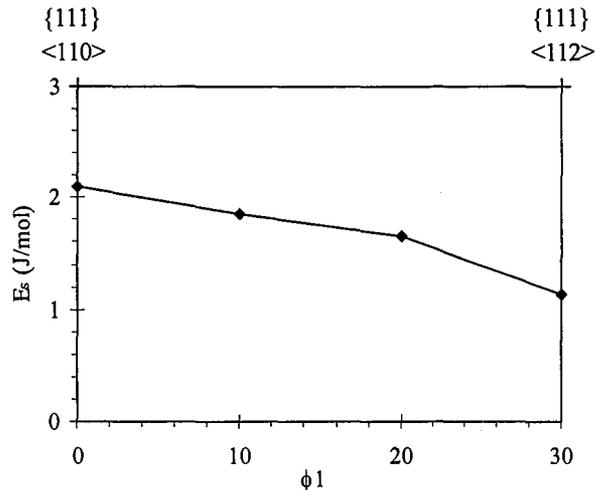


Figure V.12 : Energie stockée moyenne le long de la fibre γ , après une déformation macroscopique de 75%.

La figure V.12 montre que l'énergie stockée est maximale en {111}<110> et décroît jusqu'en {111}<112>. Elle varie de $2,1 \text{ J.mol}^{-1}$ en {111}<110> à $1,1 \text{ J.mol}^{-1}$ en {111}<112>. En comparaison à la fibre α , l'énergie stockée dans les grains d'orientations {111}<112> est inférieure à celle stockée dans des grains dont l'orientation est comprise entre {112}<110> et {111}<110>.

On retiendra donc que l'énergie stockée est fortement dépendante de l'orientation cristallographique finale du grain et de son chemin de déformation ; à titre d'exemple, les orientations {111}<110> et {554}<225>, qui diffèrent par la valeur de l'angle ϕ_1 (respectivement 85° et 90°), ont des énergies stockées moyennes respectives de $2,1 \text{ J.mol}^{-1}$ et $1,2 \text{ J.mol}^{-1}$.

5.2.2.2. Déformation plastique équivalente :

La figure V.13 représente les variations de DPE le long de la fibre γ après une déformation globale de 75%.

Globalement, les valeurs de la DPE sont plus faibles que celles observées le long de la fibre α : elles se répartissent au voisinage de 0,75. Comme dans le cas de l'énergie stockée, la dispersion des mesures est plus élevée que le long de la fibre α : l'écart entre le minimum et le maximum peut atteindre 0,10 (au lieu de 0,04 pour la fibre α).

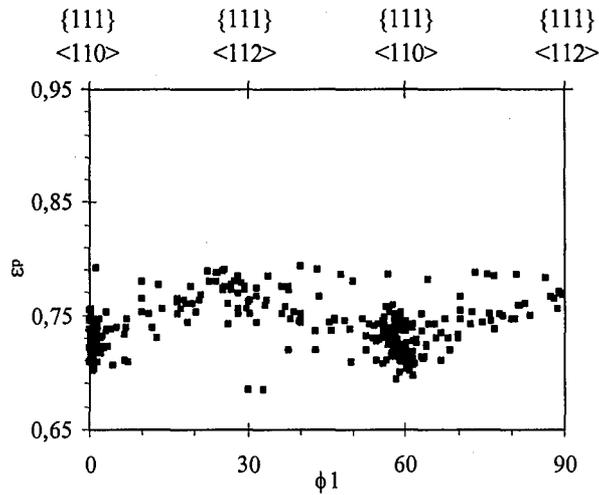


Figure V.13 : Déformation plastique équivalente le long de la fibre γ après une déformation globale de 75%.

Comme le montre la figure V.14, la valeur moyenne est constante le long de la fibre et égal à la déformation macroscopique : $\bar{\epsilon}_{eq}^p = 0,75$. Donc la déformation plastique moyenne est plus faible dans les grains de la fibre γ que dans ceux appartenant à la fibre α .

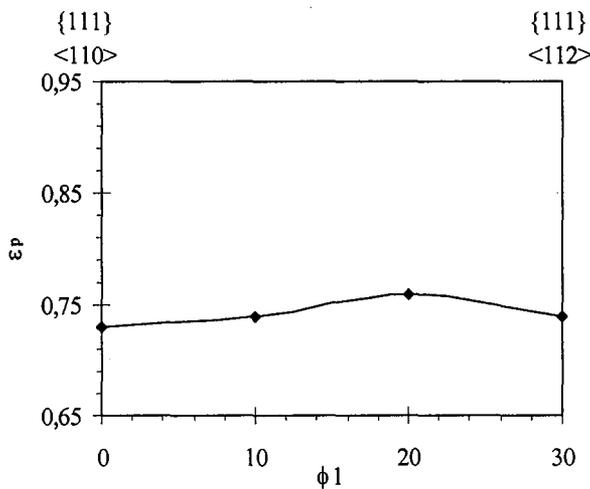


Figure V.14 : Déformation plastique équivalente moyenne le long de la fibre γ après une déformation totale de 75%.

5.2.3. Influence du taux de déformation :

Nous avons déterminé l'influence du taux de déformation sur l'énergie stockée et la déformation plastique équivalente ; deux calculs supplémentaires ont été réalisés, correspondant à des déformations globales de 25% et 50%, respectivement. Nous présentons ci-dessous les résultats obtenus pour ces différents cas.

5.2.3.1. Energie stockée :

La figure V.15 présente l'évolution de l'énergie stockée moyenne le long des fibres α et γ pour différents taux de déformation : 25, 50 et 75%.

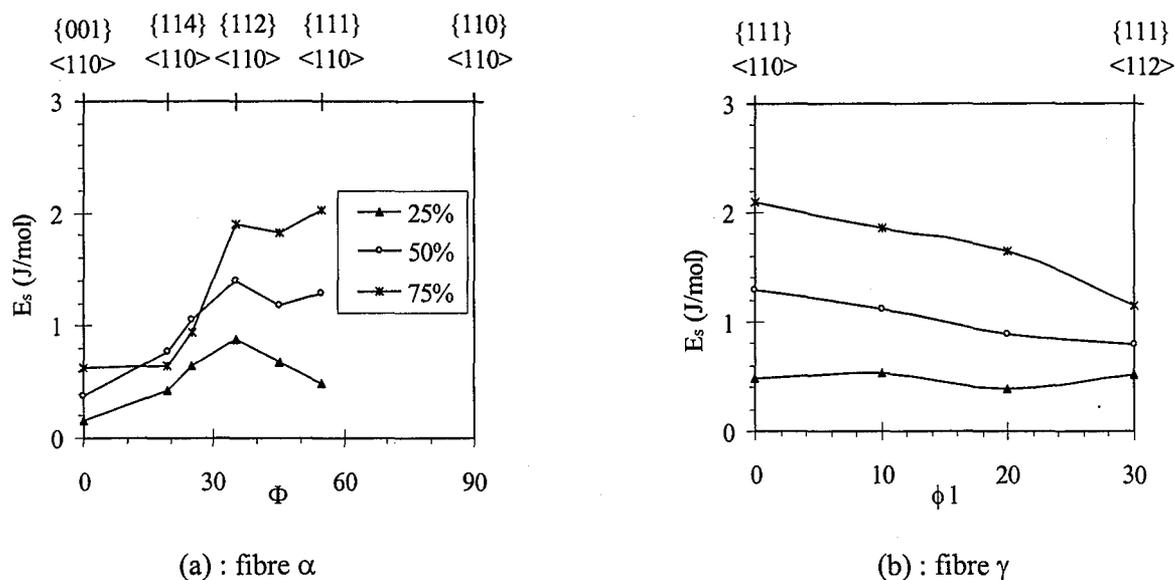


Figure V.15 : Evolution de l'énergie stockée en fonction du taux de déformation (25, 50 et 75%) le long des fibres α (a) et γ (b).

A 25% de taux de réduction, le maximum de l'énergie stockée pour les orientations appartenant à la fibre α est au voisinage de $\Phi=35^\circ$, c'est à dire proche de $\{112\}\langle 110 \rangle$; les variations en fonction de l'angle Φ sont faibles. A 50% de taux de réduction, toutes les composantes comprises entre $\{114\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$ ont des énergies stockées du même ordre de grandeur, voisines de 1 $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$. Après 75%, l'énergie n'augmente plus de façon uniforme le long de la fibre α mais on observe un maximum localisé entre $\{112\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$.

Le long de la fibre γ , l'énergie stockée augmente de façon continue avec la déformation, cette augmentation étant maximale en $\{111\}\langle 110 \rangle$ et décroissante avec l'angle ϕ_1 . Aussi, la différence d'énergie stockée entre les composantes $\{111\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 112 \rangle$ augmente au cours de la déformation.

5.2.3.2. Déformation plastique équivalente :

La figure V.16 représente la variation de la DPE en fonction du taux de réduction d'épaisseur par laminage.

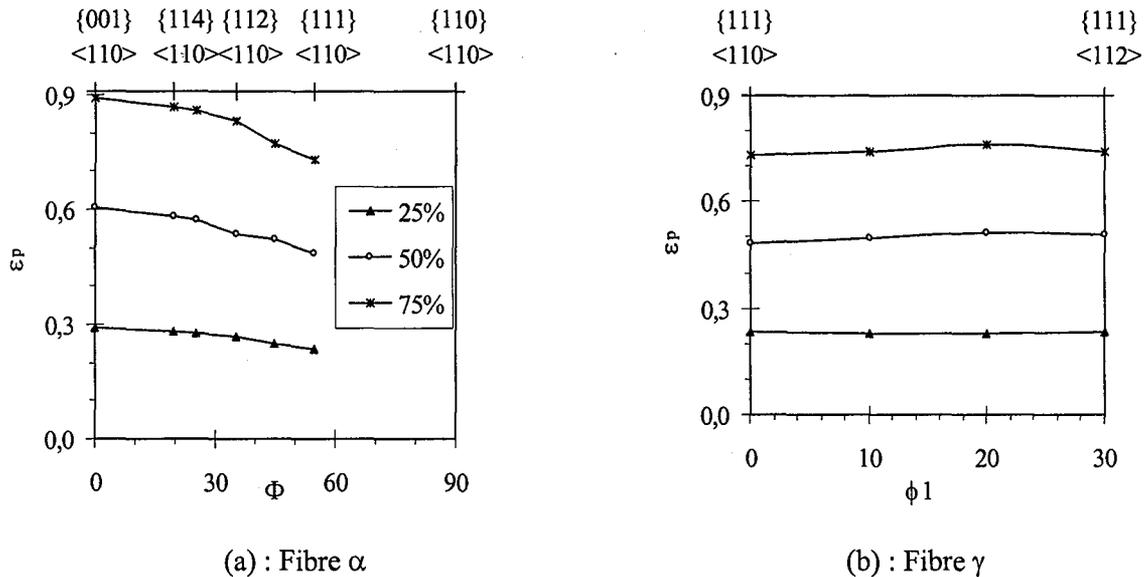


Figure V.16 : Evolution de la DPE en fonction du taux de déformation (25, 50, 75%) le long des fibres α (a) et γ (b).

La DPE augmente de façon continue avec le taux de réduction, pour les deux fibres. Quel que soit le taux de réduction, elle diminue lorsqu'on se déplace de {001}<110> vers {111}<110> le long de la fibre α ; de plus, elle est toujours supérieure (ou égale) à la déformation macroscopique. Le long de la fibre γ , la DPE est quasiment constante et égale à la déformation macroscopique.

5.2.4. Courbes contrainte-déformation :

Les figures V.17 (a, b, c, d) présentent les couples de points contrainte-déformation plastique pour les grains dont l'orientation appartient à la fibre α ou la fibre γ , après un taux de déformation de 75%.

Ces différentes figures montrent que, dans l'ensemble, les grains dont l'orientation appartient à la fibre γ sont moins déformés que la moyenne des grains : la valeur de la déformation est inférieure à la valeur macroscopique (75%). Les déformations des grains de la fibre α sont, au contraire, distribuées autour d'une valeur moyenne qui est la déformation macroscopique. Les contraintes sont, en moyenne, plus élevées dans les grains de la fibre γ que dans ceux appartenant à la fibre α . Donc les grains de la fibre γ se déforment moins et ont des contraintes du second ordre plus élevées que les grains appartenant à la fibre α .

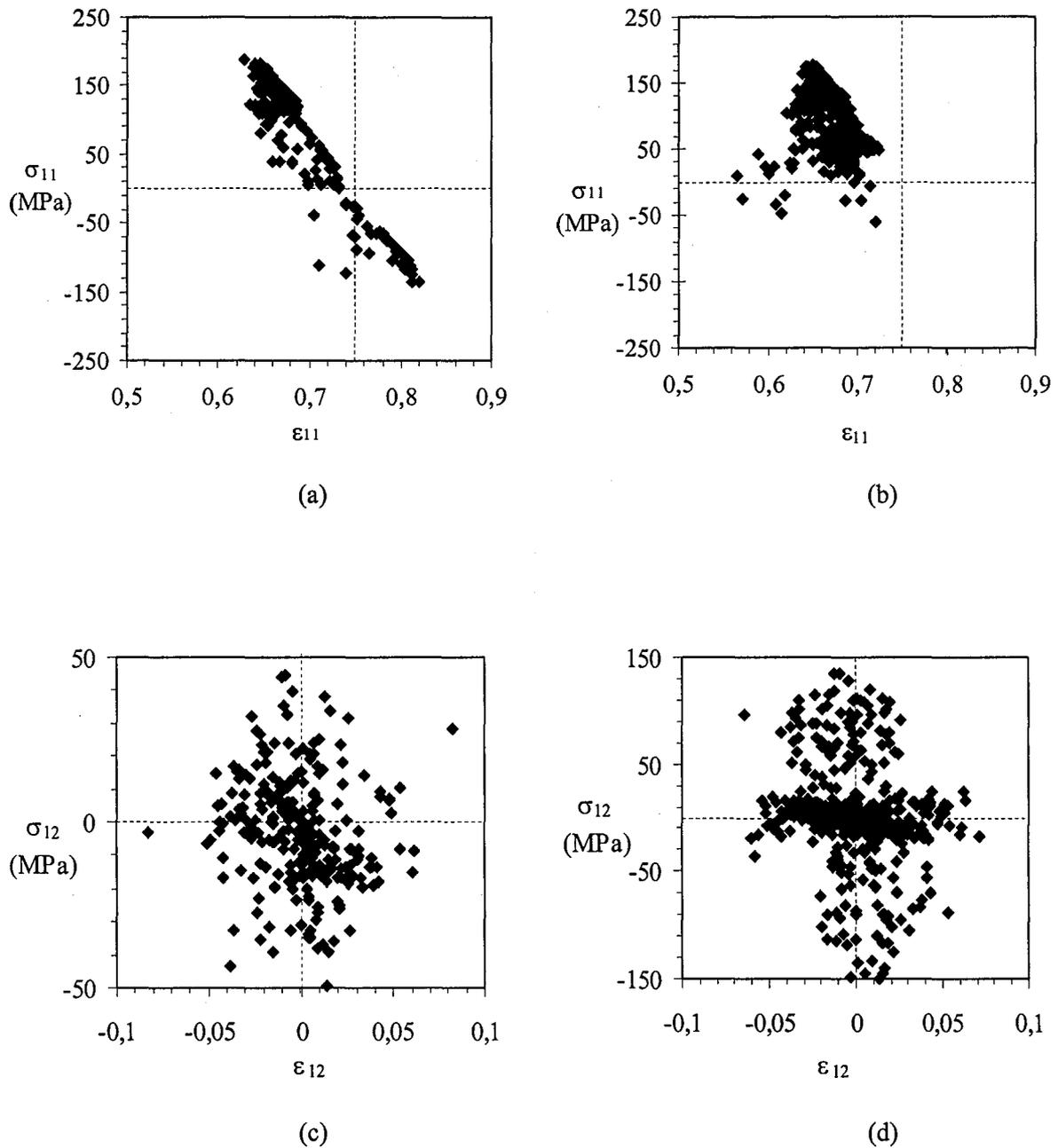


Figure V.17 : Réponse contrainte-déformation plastique pour une déformation totale de 75%, pour les grains appartenant à la fibre α (a, c) et à la fibre γ (b, d).

5.3. Influence de la teneur en cuivre :

Comme nous l'avons mentionné au paragraphe 4.4, le cuivre modifie essentiellement la valeur de la cission critique initiale. Cela a des conséquences sur l'énergie stockée et la déformation plastique cumulée.

5.3.1. Energie stockée :

La présence de cuivre modifie la distribution de l'énergie stockée en fonction des orientations cristallographiques, comme le montre la figure V.18.

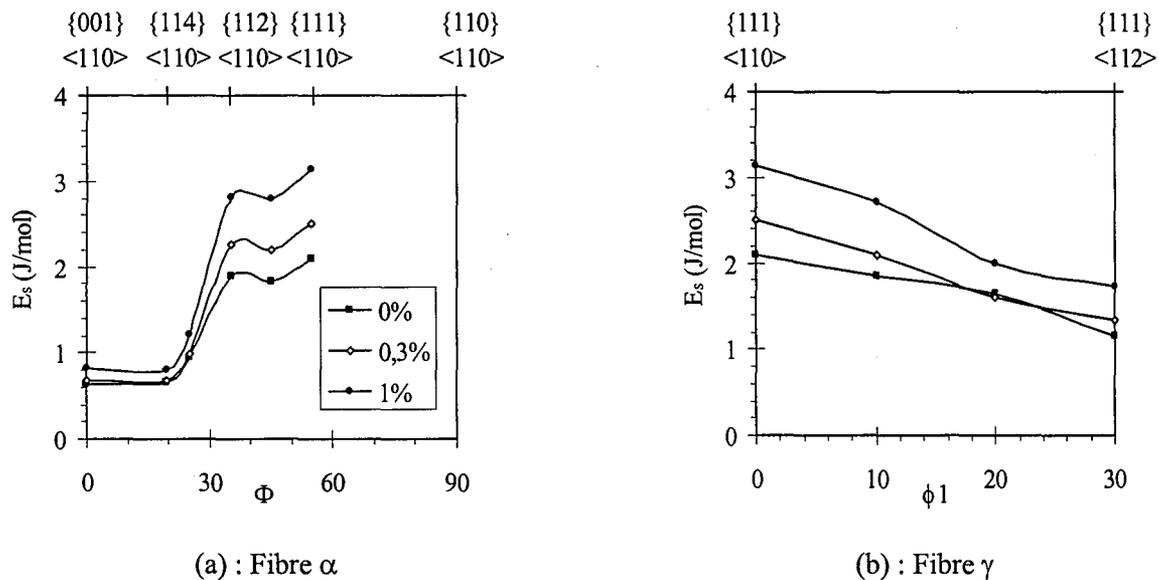


Figure V.18 : Evolution de l'énergie stockée après un taux de réduction de 75% par laminage en fonction de la teneur en cuivre de l'acier.

L'évolution de l'énergie stockée le long des deux fibres est identique pour les trois nuances : elle augmente entre $\{001\} \langle 110 \rangle$ et $\{111\} \langle 110 \rangle$ et diminue entre $\{111\} \langle 110 \rangle$ et $\{111\} \langle 112 \rangle$. Le maximum de l'énergie (qui correspond à l'orientation $\{111\} \langle 110 \rangle$) varie de $2,1 \text{ J.mol}^{-1}$ à $3,1 \text{ J.mol}^{-1}$ lorsque la teneur en cuivre évolue de 0 à 1%. Donc l'addition de cuivre se traduit par un décalage des courbes d'énergie vers des valeurs plus élevées.

Ces résultats sont logiques car, dans le calcul, l'influence du cuivre n'est prise en compte que par le biais de la cission critique ; la différence de microstructure (c'est à dire la présence de précipités) des nuances au cuivre par rapport à l'acier de référence n'entre pas explicitement dans le modèle.

stockent le plus d'énergie, présentent également, pour une orientation donnée, la plus grande dispersion des valeurs d'énergie.

La hiérarchie obtenue est la même que celle déterminée par les méthodes expérimentales (cf. §2) ; elle correspond notamment à celle établie par Matsuo [MAT 74] ou Henry [HEN 95] par diffraction X, ou Dillamore [DIL 72] ou Samajdar et al. [SAM 97a] par MET. Ces derniers auteurs ont également montré que dans les grains de la fibre γ , la dispersion des valeurs d'énergie stockée est plus grande que dans le cas des grains de la fibre α . Récemment, Miroux et al. [MIR 99] ont calculé l'énergie emmagasinée au cours du laminage à froid en utilisant une modélisation 2D par éléments finis. A l'aide d'une loi de comportement élasto-viscoplastique, ils ont calculé la densité de dislocations stockée et ont relié l'énergie stockée au carré de la cission critique. Ils montrent ainsi que la densité de dislocations et l'énergie stockée sont maximales dans les grains de la fibre γ .

Ces résultats sont en accord avec ceux que nous avons obtenus par le calcul micromécanique. Toutefois, les ordres de grandeur ne sont pas toujours les mêmes, ce qui n'est pas surprenant : les différentes approches donnent accès à des grandeurs différentes. La diffraction X est en partie reliée à la densité de dislocations intracellulaires ; la MET donne une énergie stockée déduite de la taille des cellules et de la désorientation entre cellules voisines. Par l'approche auto-cohérente, nous avons calculé l'énergie associée aux contraintes du second ordre (qu'on peut relier aux dislocations géométriquement nécessaires). Le point essentiel de cette comparaison est que les différentes énergies mesurées ou calculées varient dans le même sens ; elles vont donc toutes agir de la même manière sur le développement de la recristallisation.

Ces différentes grandeurs ne sont pas indépendantes les unes des autres. Les joints de grains sont des sources de dislocations : dans du fer pur déformé à moins de 2%, Keh et Weissmann [KEH 63] observent que de nombreuses dislocations intragranulaires se forment à partir des joints. Ils ont également montré que la densité de dislocations intragranulaires dépend de la taille de grains ; à déformation plastique équivalente, elle est d'autant plus grande que les grains sont petits. Ils expliquent qu'un matériau à grains fins présente une surface de joint de grains plus grande que s'il était composé de grains plus grossiers ; donc il possède plus de sources de dislocations.

La déformation plastique équivalente, qui est parfois utilisée pour représenter l'énergie emmagasinée lors de la déformation (cf. §. 3.1), varie en sens inverse de l'énergie stockée : elle diminue le long de la fibre α lorsque l'angle Φ évolue de 0° (soit la composante $\{001\}\langle 110\rangle$) à 60° (ce qui correspond à l'orientation $\{111\}\langle 110\rangle$) ; sa valeur moyenne est supérieure à la déformation macroscopique. Le long de la fibre γ , la DPE est constante et égale à la déformation macroscopique imposée ; donc elle est inférieure à la DPE des grains dont l'orientation appartient à la fibre α . Ces résultats sont en accord avec les observations microstructurales. En effet, Vanderschueren et al. [VAN 96a] observent que les grains de la fibre α sont plus allongés dans la direction de laminage et plus aplatis selon la direction normale que les grains appartenant à la fibre γ ; ils se sont donc plus

déformés. Enfin, le calcul a montré que les contraintes du second ordre sont plus élevées pour les grains de la fibre γ que les grains de la fibre α . Donc les grains $\{111\}$ sont moins déformés mais sont soumis à une contrainte plus élevée que les grains de la fibre α .

La restauration et la recristallisation mettent en jeu des mouvements de dislocations et d'interface : la restauration est associée à la formation et à la croissance des cellules ou sous-grains (création et annihilation de dislocations, migration des sous-joints), et la recristallisation à la croissance des grains (migration des joints de grains). Ces mouvements sont dus à des forces motrices dont l'origine est l'énergie élastique et les contraintes internes. Il est donc clair que la mobilité des interfaces va être sensible à l'état de contraintes du milieu dans lequel elles se déplacent. Ces phénomènes ayant lieu à l'échelle du grain, il semble nécessaire de considérer les contraintes du second ordre dans le calcul de la force motrice, ceci pour les différents mécanismes faisant intervenir des migrations de dislocations.

CHAPITRE VI : DISCUSSION

Nous avons montré que l'addition de cuivre à un acier IF-Ti modifie son comportement au cours de la déformation à froid et de la recristallisation. A l'issue du laminage à froid, la microstructure présente des cellules moins bien formées que dans la nuance sans cuivre, la texture est légèrement plus intense. Lors du recuit, en présence de cuivre, la recristallisation a lieu à des températures plus élevées et les cinétiques sont modifiées : la vitesse de germination est sensiblement constante jusqu'à des fractions recristallisées de l'ordre de 85% ; la taille de grains moyenne est plus grande que celle obtenue sur l'acier sans cuivre. La texture de recristallisation est également modifiée ; en présence de cuivre, elle se compose de la fibre γ et d'une fibre α résiduelle. Dans ce chapitre, nous proposons des mécanismes permettant d'expliquer les effets du cuivre sur les microstructures et les textures après laminage à froid et au cours du recuit.

1. Etat après laminage à froid :

1.1. Microstructure de déformation :

Les observations en MET ont mis en évidence des différences de structure entre les nuances enrichies en cuivre et l'acier IF-Ti de référence. En présence de cuivre, les parois des cellules sont moins bien définies et on observe plus de dislocations intragranulaires que dans l'acier sans cuivre ; ces différences sont visibles sur les deux nuances au cuivre correspondant à des teneurs de 0,3 et 1% en cuivre. Au cours de la déformation, les dislocations créées s'organisent en cellules dont les parois sont constituées d'enchevêtrement de dislocations. Les précipités interagissent avec les dislocations : en les épinglant, ils diminuent leur mobilité. Ainsi, à l'issue du laminage à froid, la structure est moins bien organisée. Des observations similaires ont été obtenues par Wilshinsky-Dresler [WIL 96] concernant l'influence d'une fine distribution de précipités sur la structure de dislocations dans le cas d'un acier IF-Ti dont ils ont fait varier l'état de précipitation.

Inagaki [INA 88] a, quant à lui, comparé les sous-structures d'un acier à bas taux de carbone et celle d'un acier IF-Ti. Il conclue que l'absence de carbone en solution solide et la présence de précipités favorisent la formation de cellules au cours de la déformation. Les résultats que nous avons obtenus sur les nuances enrichies en cuivre montrent qu'une densité élevée de fins précipités limite la formation des cellules lors du laminage.

On peut noter que les effets observés sont les mêmes que ceux rapportés concernant la présence d'éléments autres que le cuivre. En effet, nos observations valident les hypothèses avancées par Henry [HEN 95] : lorsque de fins précipités sont présents dans la matrice avant laminage à froid, ceux-ci influencent la structure de déformation. Ils limitent les hétérogénéités de déformation : la densité de dislocations intracellulaires est plus élevée, et elle augmente lorsque la distance entre précipités diminue. La formation des cellules est même limitée.

1.2. Texture de laminage à froid :

Les mesures de texture en RX ont montré que lorsque la teneur en cuivre augmente, l'intensité de la texture de laminage à froid augmente également et de façon uniforme le long des deux fibres ; ces variations restent toutefois faibles. Nous n'avons pas observé de renforcement autour d'une orientation particulière tel que cela a été rapporté par Okamoto et al. [OKA 84] : ces auteurs avaient observé qu'une addition de 0,8% de cuivre à un acier à bas taux de carbone entraîne une intensification de la texture après laminage à froid à 70%, notamment des composantes $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$. Nos résultats sont en accord avec ceux de Kim et al. [KIM 94a] : l'addition de 1,1% de cuivre à un acier IF-Ti augmente l'intensité de la texture le long de la fibre α , en particulier pour les orientations comprises entre $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$. Cependant, dans cette étude, tout le cuivre serait en solution solide avant laminage à froid. Pour expliquer les différences de texture, les auteurs avancent que le cuivre agirait sur le mode de déformation : en présence de cuivre, il y aurait du cisaillement selon un mode de type "pancake" [TOT 90]. Sur nos alliages, nous n'avons observé aucune hétérogénéité de microstructure de déformation telles que des bandes de cisaillement ou de transition. Par contre, comme nous l'avons mentionné au paragraphe précédent, le cuivre modifie la formation des cellules au cours de la déformation à froid. Ces différences peuvent être à l'origine des écarts de texture observés. Comme les dislocations se sont moins bien organisées que dans l'acier sans cuivre, la répartition des orientations à l'intérieur des grains est plus uniforme : les désorientations sont plus faibles et la dispersion autour de l'orientation moyenne du grain est plus faible. Cela conduit à une augmentation du niveau moyen de la texture. Henry [HEN 95] a observé sur un acier IF-Nb dont il a fait varier la taille des précipités NbC qu'à fraction volumique équivalente, une diminution de la taille moyenne des précipités (5 nm) conduit à une intensification de la texture. Il a supposé que ces effets étaient liés à des différences de microstructure cellulaire sans toutefois le vérifier. Nos résultats montrent bien qu'il y a un lien direct entre la sous-structure et l'intensité de la texture ; pour une déformation macroscopique donnée, il ne faut pas considérer une densité de dislocations mais plutôt la structure de ces dislocations et leur configuration au sein du grain déformé.

La recristallisation étant liée aux sous-structures, nous discutons dans le paragraphe suivant des conséquences des différences de structures sur le développement de la recristallisation.

2. Influence du cuivre sur les cinétiques de recristallisation :

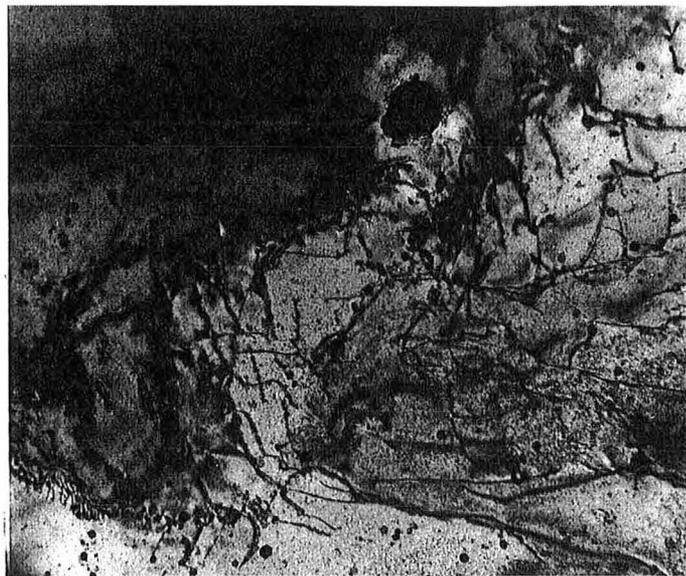
Nos résultats ont montré que la précipitation liée à l'addition de cuivre décale la cinétique de recristallisation vers les hautes températures. Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature, notamment ceux de Henry [HEN 95]. En étudiant l'influence de la taille des carbures de niobium dans un acier IF-Nb sur la recristallisation, il avait observé un décalage des cinétiques d'évolution de la dureté d'autant plus important qu'à fraction volumique équivalente, la taille des précipités diminue : au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, une diminution de leur taille par un facteur 3 décale le domaine d'adoucissement du matériau de 120°C vers les plus hautes températures.

Dans le cas présent, nous avons montré qu'au cours du chauffage, il y a simultanément évolution des précipités de cuivre. Aussi, devons-nous considérer l'effet des précipités sur l'évolution des microstructures des grains α , en tenant compte de leur propre évolution structurale.

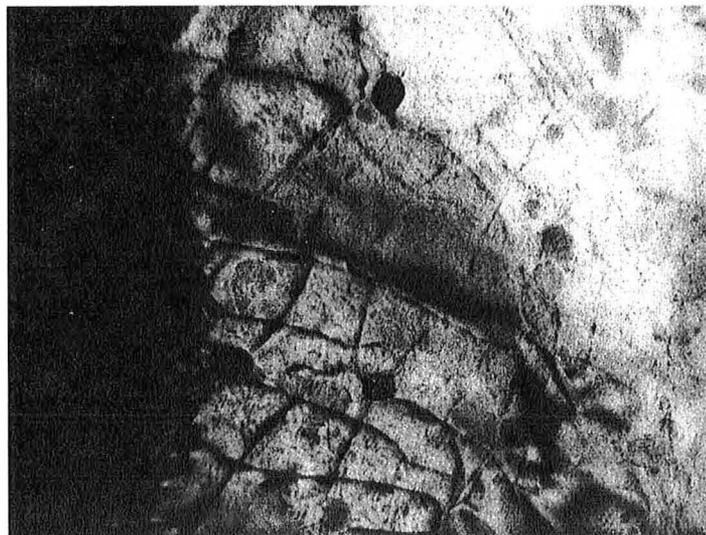
2.1. Influence du cuivre sur la restauration :

Lors du recuit, la première étape subie par le matériau est la restauration : la structure issue de la déformation à froid se réorganise : la densité de dislocations à l'intérieur des cellules et dans les parois de cellules diminue par annihilation ou décomposition des dislocations. Cela conduit à la formation de sous-grains qui ont alors la possibilité de croître. Tous ces phénomènes sont influencés par la présence de précipités : ces derniers créent des forces de freinage qui ralentissent toutes les mobilités des dislocations, parois, sous-joints... Ceci est illustré figure VI.1. Les dislocations sont "décorées" de précipités de cuivre. En les épinglant, ils ralentissent leur migration ; pour se déplacer, les dislocations et les sous-joints doivent soit cisailer le précipité, soit le contourner.

L'interaction entre les précipités et les dislocations et sous-joints ralentit notamment les cinétiques de restauration. On peut comparer les sous-structures obtenues après recuit continu à différentes températures pour l'acier sans cuivre et l'acier à 1% de cuivre. Après recuit continu à 600°C , la sous-structure de l'acier sans cuivre est hétérogène ; on observe des zones où la restauration est déjà bien avancée (cf. figure VI.2) : des sous-grains se sont formés. Ils présentent des parois bien définies et la densité de dislocation à l'intérieur de ceux-ci est quasiment nulle.

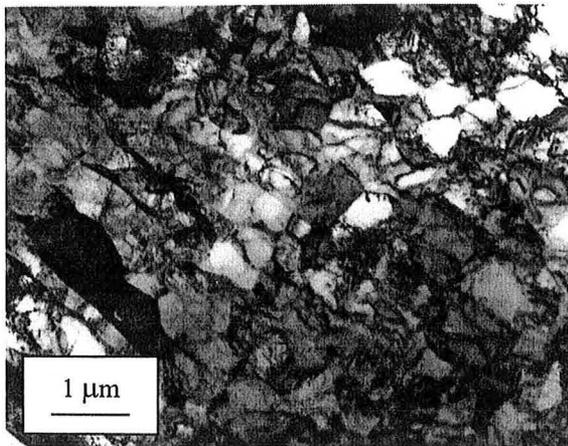


(a)

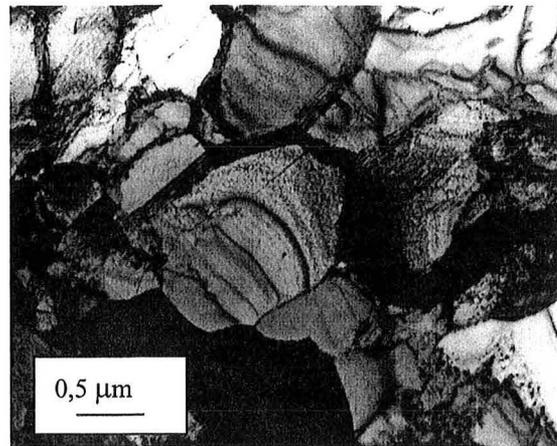


(b)

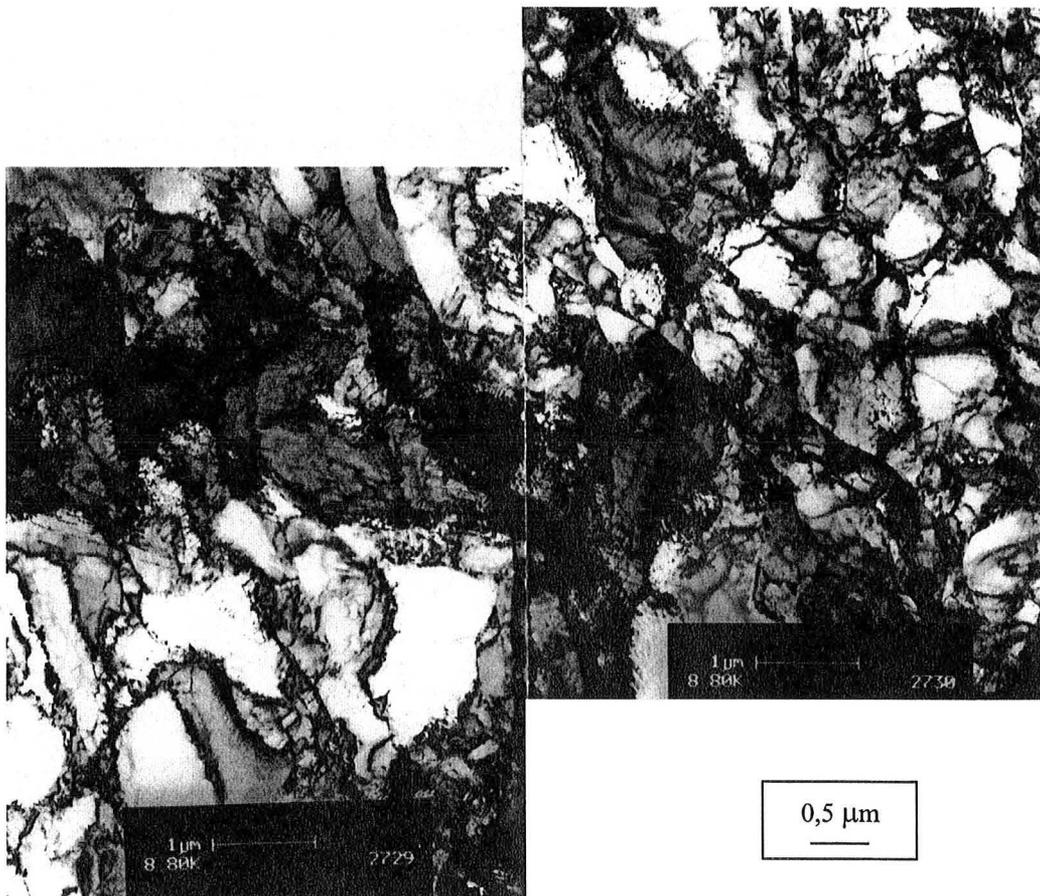
Figure VI.1 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 750°C. Mise en évidence de l'interaction entre les précipités et les dislocations et sous-joints



(a)



(b)



(c)

Figure VI.2 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 0% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 600°C

La taille des sous-grains est hétérogène : le diamètre moyen des plus grands est de l'ordre de 1 μm , et celles des plus petits 0,5 μm . Le développement de la restauration n'est pas le même dans toute la structure : la figure VI.3 présente des cellules dont les dislocations des parois ne sont pas encore bien organisées ; bien que la forme de la cellule soit visible, les dislocations présentes aux parois sont enchevêtrées. Par rapport au matériau laminé à froid, la densité de dislocations intracellulaires est plus faible. Donc la structure est en cours de restauration.

Pour l'acier à 1% de cuivre chauffé à 600°C, la sous-structure ne présente pas de sous-grains. Les cellules, dont un exemple est montré en figure VI.4, ont des parois diffuses et la densité de dislocations intracellulaires est élevée. Les cellules sont plus allongées et plus petites que celles observées sur l'acier à 0% de cuivre : les dimensions moyennes sont de l'ordre de 0,3 μm pour la largeur et de 0,5 μm pour la longueur. La figure VI.5 met en évidence l'interaction des précipités avec les dislocations : le « réseau » de dislocations est bloqué par les précipités de cuivre.

Comme dans le cas de l'acier sans cuivre, la sous-structure est hétérogène ; en effet, certaines cellules présentent des parois mieux définies que celles observées précédemment comme le montre la micrographie présentée figure VI.6. Dans ce cas, la densité de dislocations intracellulaires est également plus faible ; la taille moyenne des cellules observées est en moyenne voisine de 0,3 μm . En général et par comparaison à l'acier sans cuivre, la morphologie des cellules observées indique que la restauration est moins avancée dans l'acier à 1% de cuivre.

Après recuit continu à 750°C, l'acier IF-Ti sans cuivre est recristallisé à 75%. La figure VI.7 montre la microstructure de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre obtenue après un recuit continu jusqu'à 750°C. Entre 600°C et 750°C, la sous-structure a fortement évolué : elle est composée de nombreux sous-grains aux sous-joints bien nets et dont les dimensions moyennes sont de l'ordre de 0,8 μm ou moins. Seules quelques parois ont encore un aspect diffus : des dislocations isolées sont visibles ainsi que des parois constituées de dislocations enchevêtrées (cf. figure VI.8). Dans ce domaine de température, il y a clairement une étape de restauration.

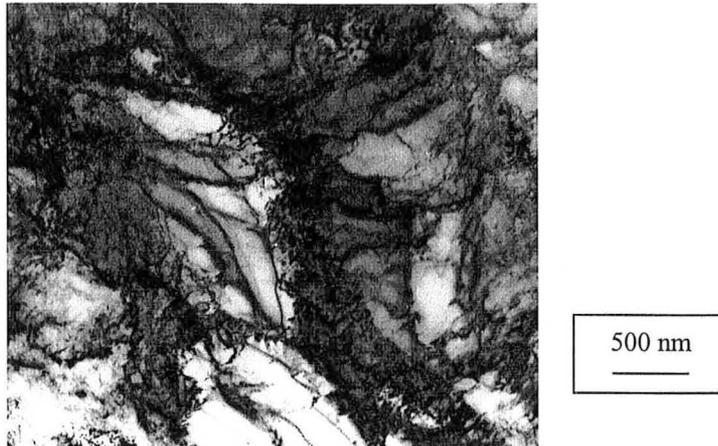


Figure VI.3 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 0% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 600°C.

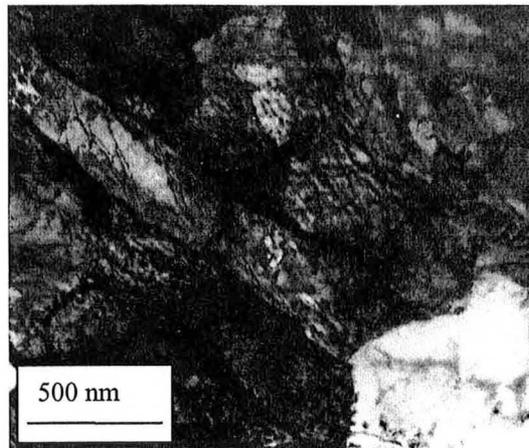


Figure VI.4 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 600°C. Cellules présentant une forte densité de dislocations intracellulaires.

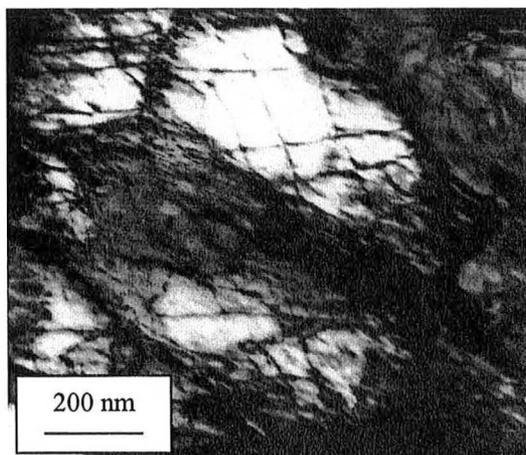


Figure VI.5 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 600°C. Cellules présentant une forte densité de dislocations intracellulaires.

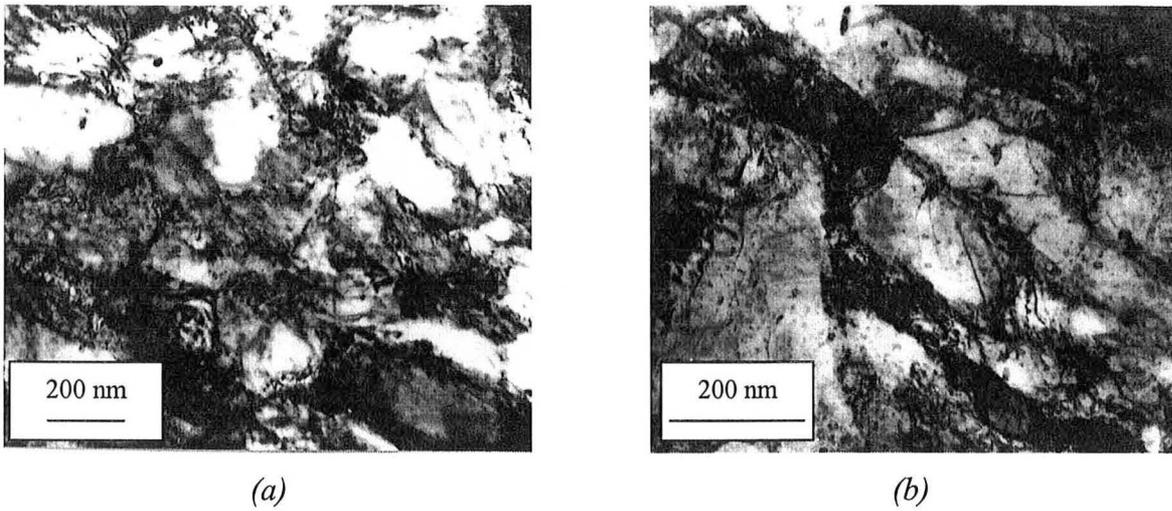


Figure VI.6 : Micrographies MET de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre laminé à froid à 75% et recuit à 600°C. Cellules restaurées.



Figure VI.7 : Micrographie MET de la structure de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre après laminage à froid à 75% et recuit continu à 750°C

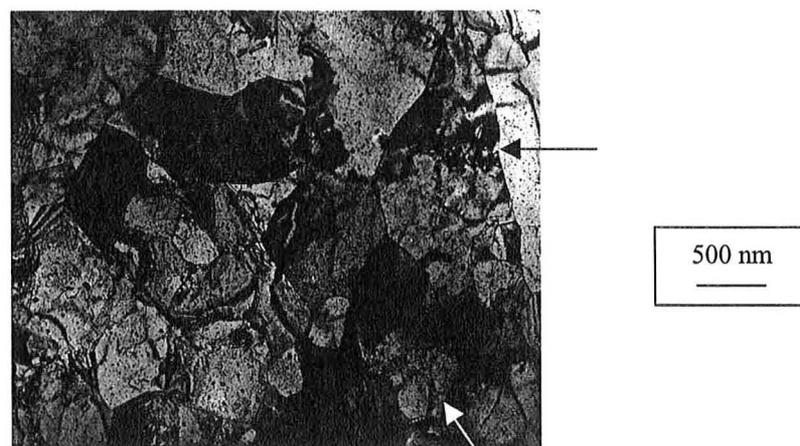


Figure VI.8 : Micrographie MET de la structure de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre après laminage à froid à 75% et recuit continu à 750°C.

Hutchinson et Duggan [HUT 78] avaient observé l'influence de l'état de précipitation du cuivre sur le réarrangement des structures au cours du recuit dans le cas d'un alliage Fe-1,52%Cu. Dans leur étude, à l'issue du laminage à froid, tout le cuivre est en solution solide ; par un pré-recuit à basse température (10000 minutes à 530°C), ils le font précipiter. A la fin de ce pré-recuit, différentes structures sont observées : les zones comportant de nombreux petits précipités présentent une structure cellulaire mal définie alors que des gros grains recristallisés se sont formés dans les zones où les précipités sont plus grossiers. Ils en concluent que la vitesse de migration des sous-joints dépend fortement de la taille des particules. Cependant, dans leur étude, tout le cuivre est en solution solide après le laminage à froid. La structure de déformation est établie. La précipitation a lieu au cours du pré-recuit. Une étude cinétique simultanée de la précipitation et de la restauration serait nécessaire pour corréler les différentes structures.

L'étude MET que nous avons réalisée a mis en évidence un décalage des cinétiques de restauration entre l'acier sans cuivre et celui contenant 1% de cuivre. Ces effets sont dus, d'une part, à une différence de structure initiale et, d'autre part, à un ralentissement de la cinétique lié à la présence de précipités de cuivre. Nous proposons ci-dessous une approche quantitative de ces effets retardateurs par le calcul de la force de freinage exercée par les précipités vis-à-vis de la recristallisation.

2.2. Calcul de la force de freinage :

2.2.1. Description du modèle :

La force de freinage exercée par les précipités sur la croissance des sous-grains a été estimée par Sandström [SAN 77]. Dans ce modèle, la croissance des sous-grains est décrite par des équations similaires à celles utilisées dans la description de la croissance de grains et développées par Hillert [HIL 65]. Dans le modèle de Hillert, la force motrice pour la croissance de grains résulte de la diminution de l'énergie de surface du grain qui est liée à la courbure du joint. La variation de rayon R en fonction du temps de recuit s'écrit :

$$\frac{dR}{dt} = \alpha M \gamma \left(\frac{1}{R_{cr}} - \frac{1}{R} \right) \quad (\text{Eq. VI.1})$$

où α est une constante liée au facteur de forme et proche de 1, M est la mobilité du joint, γ l'énergie de surface du joint, et R_{cr} est le rayon critique que doit avoir le grain pour croître. Ce dernier est relié au rayon moyen des grains R_m par la relation : $R_{cr}=8/9R_m$ [HIL 65].

Sandström a appliqué cette théorie au cas de la croissance de sous-grains. Il a supposé que la migration des sous-joints a lieu par migration collective des dislocations par glissement et montée, la montée étant le processus contrôlant la migration. Le sous-joint est décrit par un ensemble de lignes de dislocations supposées toutes parallèles.

La vitesse de croissance de sous-grain de rayon R obéit à la relation :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{3}{2} \alpha m \tau \left(\frac{1}{R_{cr}} - \frac{1}{R} \right) \pm m P_z \quad (\text{Eq. VI.2})$$

où m est la mobilité de montée des dislocations, τ est la tension de ligne de la dislocation par unité de longueur et α a la même signification que dans le modèle de Hillert. P_z désigne l'ensemble des forces de freinage s'exerçant sur le sous-joint. Le signe du terme mP_z dépend de l'évolution du sous-grain : le signe (-) correspond à un sous-grain qui croît et le signe (+) à un sous-grain qui disparaît. Dans le cas d'une distribution uniforme de précipités sphériques, l'auteur considère que les dislocations franchissent le précipité par un mécanisme d'Orowan : elles l'entourent puis s'en échappent en laissant derrière elles une boucle de dislocations. Il introduit également un facteur correctif qui tient compte du fait que la force de freinage qui s'exerce sur une dislocation est plus faible lorsque celle-ci franchit le précipité par montée que par un mécanisme d'Orowan. Dans ces conditions, il obtient l'équation suivante :

$$P_z = m \tau \frac{3f_v}{2\pi r_p} \quad (\text{Eq. VI.3})$$

où f_v et r_p sont respectivement la fraction volumique et le rayon moyen des précipités. De plus, compte tenu de l'incertitude sur les autres paramètres, Sandström assimile R_{cr} et R_m . Finalement l'évolution du rayon des sous-grains s'écrit :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{3}{2} \alpha m \tau \left[\left(\frac{1}{R_m} - \frac{1}{R} \right) \pm \frac{f_v}{\alpha \pi r} \right] \quad (\text{Eq. VI.4})$$

et la taille du sous-grain tend vers une valeur limite R_m^{lim} définie par :

$$R_m^{\text{lim}} = \frac{\alpha \pi r_p}{f_v} \quad (\text{Eq. VI.5})$$

Dans l'équation (VI.4), le premier terme représente la force motrice pour la croissance du sous-grain et le deuxième terme est une force de freinage. Nous avons calculé ce dernier terme en utilisant d'une part les résultats de DNPA (chapitre IV) et d'autre part, les données issues des calculs de force motrice (cf. chapitre V).

2.2.2. Application numérique :

Pour réaliser l'application numérique, nous avons notamment utilisé les données de DNPA établies sur des échantillons n'ayant pas été déformés à froid. Bien que les résultats expérimentaux aient montré que la déformation modifie la distribution de taille des précipités, cette application donne accès à un ordre de grandeur des différentes forces en présence. Seuls les précipités au cuivre sont considérés.

2.2.2.1. Force de freinage :

La figure VI.9 présente les variations de $\frac{f_v}{\alpha\pi r_p} = \frac{2 P_z}{3 m\tau}$ au cours du traitement thermique,

variations calculées à partir des données expérimentales de DNPA. Le facteur ($m\tau$) étant considéré constant, ces variations sont représentatives de celles de la force de freinage.

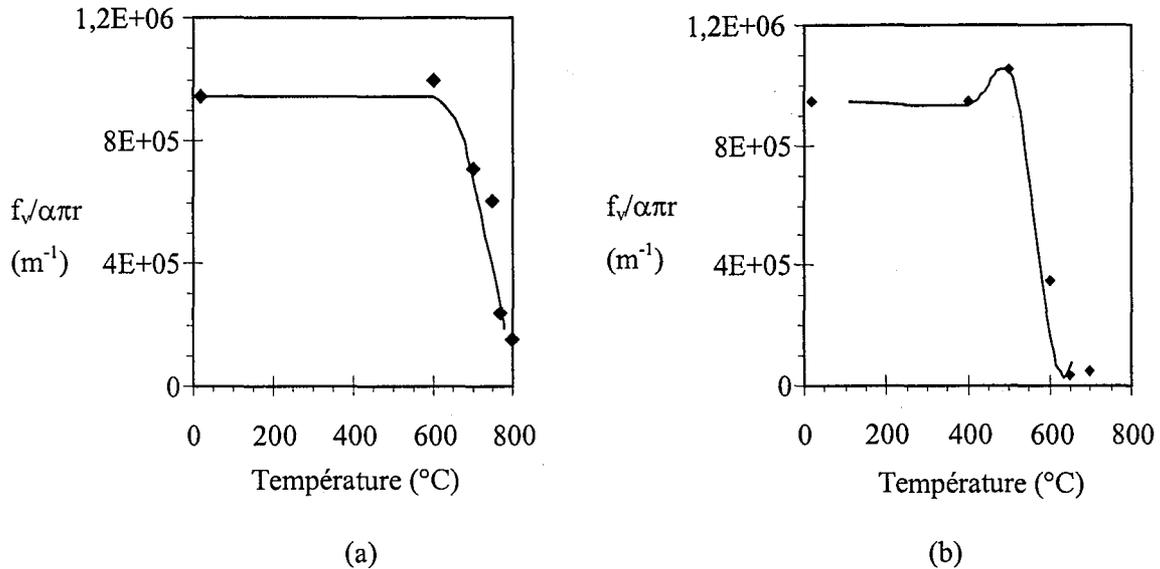


Figure VI.9 : Evolution de la "force de freinage" exercée par les précipités au cuivre et calculée à partir des résultats de DNPA (a) pour un chauffage à $10^{\circ}C.s^{-1}$ et (b) pour une évolution de précipités équivalente à celle observée au cours de maintien isotherme (24 heures) (Acier à 1% de cuivre).

En chauffage rapide, la force de freinage créée par les précipités au cuivre est sensiblement constante jusqu'à 600 $^{\circ}C$; $P_z/m\tau$ est de l'ordre de $10^6 m^{-1}$; la contribution respective des deux populations de précipités est d'environ 90% pour les petits précipités (i.e. de rayon moyen proche de 2 nm) et de 10% pour les plus gros (de rayon moyen voisin de 10 nm). Au-delà de 600 $^{\circ}C$, la force de freinage diminue : à 770 $^{\circ}C$, elle vaut $2,4.10^5 m^{-1}$; il y a donc un facteur 4 par rapport à l'état initial. A 800 $^{\circ}C$, ce rapport monte à 10.

L'évolution de la force de freinage en fonction de la température pour des maintiens isothermes de 24 heures est légèrement différente de celle observée au cours du chauffage rapide: la force exercée par les précipités augmente légèrement à 500 $^{\circ}C$ du fait d'une précipitation supplémentaire du cuivre puis chute ; à 600 $^{\circ}C$, elle est divisée par un facteur 3 par rapport à l'état initial et d'un facteur 20 à 700 $^{\circ}C$. Donc la diminution de la force de freinage se produit à des températures plus faibles par comparaison au chauffage rapide.

Le calcul de la force de freinage en utilisant les données issues de la modélisation permet de la borner ; comme le montre la figure VI.10, la force de freinage expérimentale représente la valeur moyenne obtenue en considérant d'une part une population de rayon initial de 2 nm et, d'autre part, une population de rayon initial 3 nm.

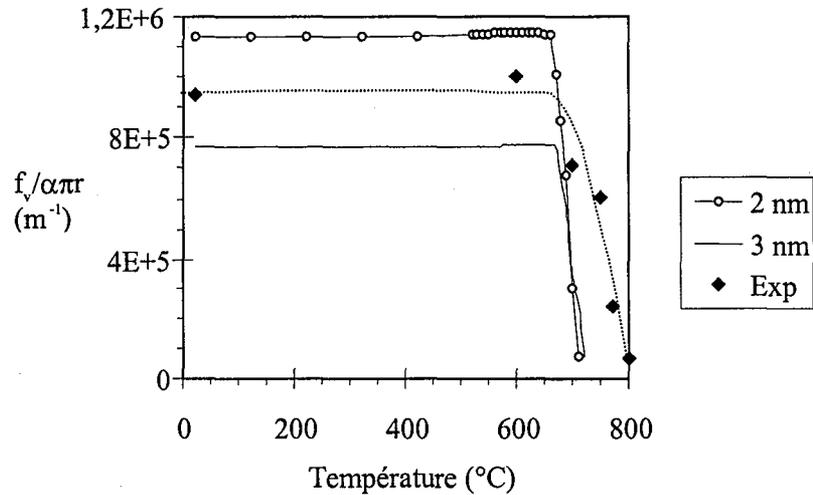


Figure VI.10 : Evolution des "forces de freinage" calculées à partir des données de DNPA et de la modélisation (pour des populations de rayon initial 2 nm et 3 nm).

On note qu'à partir de $700^{\circ}C$, le calcul de la force de freinage à partir d'un modèle d'évolution des précipités prévoit que la diminution de la force de freinage a lieu plus tôt et surtout plus rapidement que par un calcul à partir de données expérimentales. Un tel modèle permet toutefois de rendre compte des évolutions générales et de prévoir l'évolution des forces de freinage pour différentes conditions de traitement thermique. Ainsi, la figure VI.11 présente les variations obtenues pour deux conditions de chauffage : $1^{\circ}C.s^{-1}$ et $10^{\circ}C.s^{-1}$.

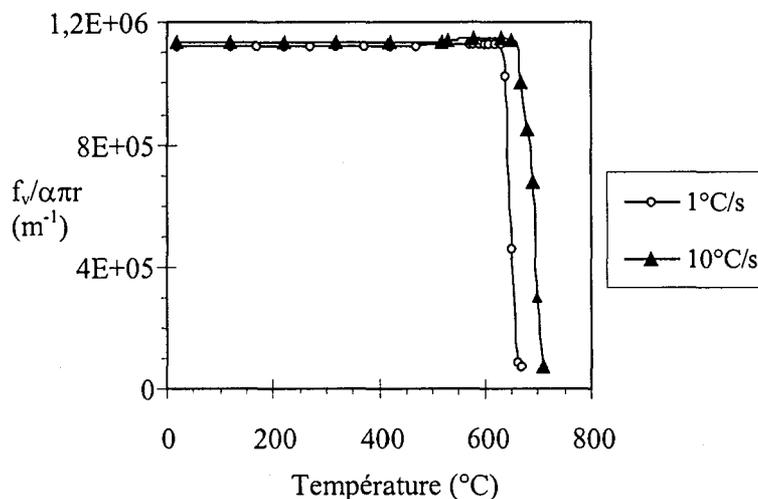


Figure VI.11 : Influence de la vitesse de chauffage sur l'évolution de la force de freinage.

Au cours d'un chauffage à $1^{\circ}C.s^{-1}$, la force de freinage est constante jusqu'à $600^{\circ}C$ puis chute brutalement : à $670^{\circ}C$, elle ne vaut plus que 6% de sa valeur initiale. Donc une diminution de la vitesse de chauffage de 10 à $1^{\circ}C.s^{-1}$ décale le domaine de diminution de la force de freinage de $30^{\circ}C$ à $40^{\circ}C$ vers les plus basses températures.

2.2.2.2. Comparaison avec la force motrice :

Dans le modèle développé par Sandström, la force motrice fait intervenir la taille moyenne des cellules ; elle est proportionnelle à $\left(\frac{1}{R_m} - \frac{1}{R}\right)$. Pour la calculer, nous avons utilisé les données de MET établies par Samajdar et al. [SAM 97] et présentées dans le tableau I.1 (Chapitre I) ; bien qu'elles ne correspondent pas à la réalité observée en présence de cuivre, elles permettent d'avoir un ordre de grandeur des forces motrices en présence de cellules de dislocations déjà formées. Nous avons de plus considéré, en accord avec les observations expérimentales de ces auteurs, qu'un sous-grain est susceptible de croître lorsque sa taille est égale à deux fois la taille moyenne. Cela conduit aux valeurs suivantes :

Orientation	R_m (μm)	$\frac{1}{R_m} - \frac{1}{2R_m}$ (m^{-1})
{100}<110>	0,45	$1,1 \cdot 10^6$
{112}<110>	0,3	$1,6 \cdot 10^6$
{111}<110>	0,25	$2 \cdot 10^6$
Reste de γ	0,2	$2,2 \cdot 10^6$

Tableau VI.1 : Paramètre " $1/R_m - 1/2R_m$ " en fonction de l'orientation des grains.

La force motrice ainsi calculée est maximale pour les grains dont l'orientation appartient à la fibre γ et vaut $2 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$. On peut considérer que la force motrice est du même ordre de grandeur que les forces de freinage à l'état initial, compte tenu de l'incertitude sur la mesure de la taille des cellules. Dans le cas de l'acier à 1% de cuivre, à l'issue du laminage à froid, les cellules ne sont pas aussi bien formées que dans le cas de l'acier sans cuivre ; il faudrait donc faire intervenir une étape supplémentaire de réarrangement des dislocations en présence de précipités. Néanmoins, ces calculs permettent d'obtenir un ordre de grandeur des différentes forces et de montrer que les précipités de cuivre agissent fortement sur les cinétiques de recristallisation. Ils peuvent ralentir, voire inhiber la croissance de sous-grains. Ce calcul met en évidence l'interaction existant entre la cinétique de recristallisation et la cinétique d'évolution des précipités. Les résultats sont en accord avec les observations MET que nous avons réalisées qui montrent clairement un décalage de la restauration par rapport à l'acier sans cuivre. Ceci se répercute sur la cinétique de recristallisation.

2.3. Corrélation entre la cinétique globale de recristallisation et la cinétique d'évolution des forces de freinage.

2.3.1. Influence de la vitesse de chauffage :

La figure VI.12 présente les variations de la force de freinage ainsi que celles de la fraction recristallisée en fonction de la température, au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

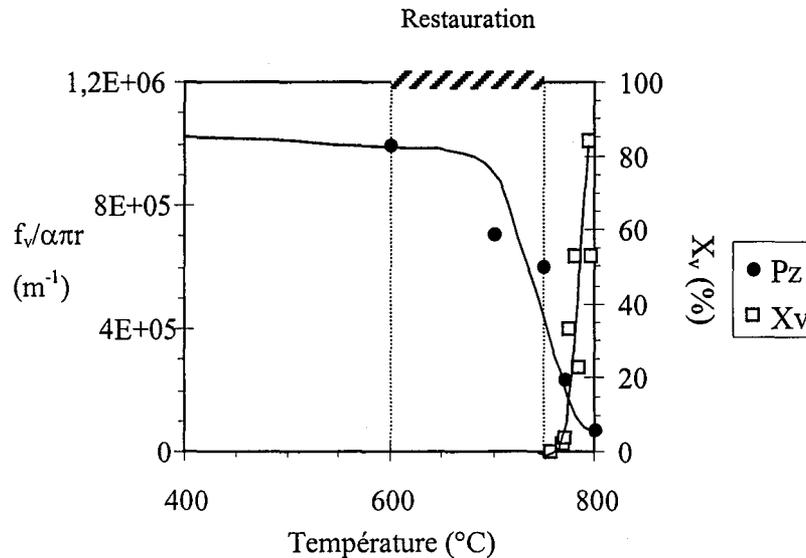


Figure VI.12: Evolution de la "force de freinage" P_z ($m\tau$) (calculée avec les données expérimentales) et de la fraction recristallisée X_v , au cours d'un chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour l'acier IF-Ti à 1% de cuivre.

Dans un premier temps; nous pouvons situer le domaine où se produit la restauration de l'acier. Celle-ci est clairement observée entre 600°C et 750°C . Dans ce domaine de température, la force de freinage a déjà diminué d'un facteur 2. La recristallisation, elle, démarre à 770°C , et sa cinétique est très rapide : à 800°C , l'acier est recristallisé à plus de 80%. 770°C est la température à laquelle la force de freinage a fortement chuté : comme nous l'avons montré précédemment, elle est divisée d'un facteur 4 par rapport à sa valeur initiale. Donc il existe une très forte corrélation entre le début de la recristallisation et la diminution de la force de freinage : elle démarre lorsque l'effet retardateur des précipités a fortement baissé. Ainsi le **décalage de cinétique observé est directement lié à la présence des précipités de cuivre et à la force de freinage qu'ils exercent sur la mobilité des sous-joints et joints de grains**. L'évolution structurale de la structure déformée est donc liée à l'évolution structurale des précipités, notamment la dissolution des petits précipités.

Le calcul des forces de freinage a montré qu'une diminution de la vitesse de chauffage à $1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ abaissait la température de dissolution des précipités de 20 à 30°C . Ce décalage est du même ordre de grandeur que celui observé sur les cinétiques de recristallisation (via les duretés). On peut donc attribuer l'influence de la vitesse de chauffage aux différences de cinétiques d'évolution des précipités ;

il y a une très bonne corrélation entre la cinétique de dissolution des précipités et la cinétique de recristallisation.

Dans le cas du recuit base où la vitesse de chauffage est très lente ($10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$), nous avons, en première approximation, décrit l'évolution des précipités en fonction de la température par celle obtenue en maintien isotherme de 24 heures. Compte tenu de la durée du maintien, les variations de taille des précipités sont certainement surestimées par rapport aux valeurs réelles obtenues en condition exacte de recuit base (chauffage à $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$). La figure VI.13 représente les variations de la "force de freinage" et de la fraction recristallisée en fonction de la température.

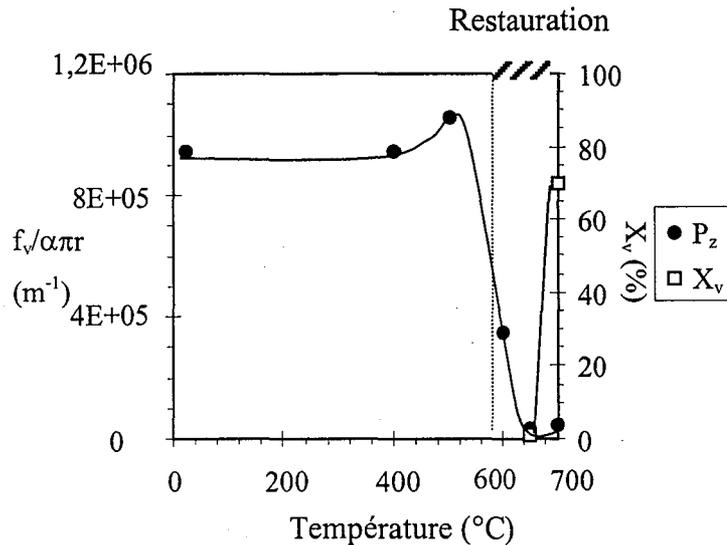


Figure VI.13 : Evolution de la "force de freinage" $P_z/(\text{m}\tau)$ et de la fraction recristallisée X_v en fonction de la température au cours du recuit base.

A partir de cette évolution, l'étape de restauration pourrait se produire à partir de 550°C (température à partir de laquelle les précipités coalescent puis se dissolvent), et la recristallisation à des températures plus élevées (lorsque la force de freinage a diminué d'un facteur 4), c'est à dire vers 630°C . Expérimentalement, la recristallisation démarre entre 650°C et 680°C . La figure VI.13 montre que les résultats obtenus en chauffage rapide sont également valables en chauffage lent : la recristallisation démarre lorsque les forces de freinage ont fortement diminué du fait de la coalescence et de la dissolution des précipités. En chauffage lent, c'est ce dernier processus qui contrôle le démarrage de la restauration et de la recristallisation.

Il ressort également de cette étude que, parmi les deux populations de précipités, les plus petits sont les plus actifs et contrôlent les cinétiques.

2.3.2. Microstructure :

2.3.2.1. Germination :

Comme nous l'avons montré au chapitre III, en présence de cuivre, les premiers grains recristallisés apparaissent en position intragranulaire et au voisinage des joints de grains. Le mécanisme de formation correspond au modèle des germes préformés. Donc les sites de germination sont de même nature que ceux de l'acier sans cuivre. Cependant, pour des fractions recristallisées inférieures à 60%, la vitesse de germination est plus faible sur l'acier à 1% de cuivre. Dans le modèle des germes préformés, la germination a lieu par croissance des sous-grains. Nes [NES 76] a développé un modèle décrivant quantitativement l'effet d'une dispersion de précipités sur la germination. Les conditions de croissance d'un sous-grain sont celles utilisées par Sandström (cf. équation VI.4) ; le nombre de germe est pris proportionnel au nombre de sous-grains vérifiant les conditions précédentes. Un sous-grain de taille R peut croître s'il vérifie la relation :

$$\left(\frac{1}{R_m} - \frac{1}{R} \right) - \frac{f_v}{\alpha \pi r_p} > 0 \quad (\text{Eq. VI.6})$$

avec les notations définies au paragraphe 221. Cette relation définit le rayon critique de croissance des sous-grains :

$$R_{cr} = \frac{R_m}{1 - \frac{f_v R_m}{\alpha \pi r_p}} \quad (\text{Eq. VI.7})$$

Dans l'hypothèse où la distribution de taille des sous-grains est une gaussienne, Nes a établi que le nombre de germes potentiels par unité de volume est proportionnel à $\int_{R_{cr}}^{\infty} f(R) dR$ où $f(R)$ est la fonction de distribution de taille des sous-grains, ce qui équivaut à :

$$N = N_0 \left[1 - \operatorname{erf} \left\{ \frac{R_m^2}{\sigma \sqrt{2} \left(\frac{\alpha \pi r_p}{f_v} - R_m \right)} \right\} \right] \quad (\text{Eq. VI.8})$$

où σ est l'écart-type de la distribution et N_0 est le nombre de germes potentiels en l'absence de précipités. Pour appliquer ce modèle, nous avons utilisé comme précédemment pour les valeurs de R_m , les tailles de sous-grains mesurées par Samajdar et al. (cf. §221) ; nous avons de plus supposé, au vu de leurs mesures, que 99% des sous-grains ont une taille inférieure à $2R_m$. Nous avons représenté les variations du rapport N/N_0 pour des valeurs du rapport f_v/r_p correspondant à différents états de précipitation observés expérimentalement (cf. figure VI.14).

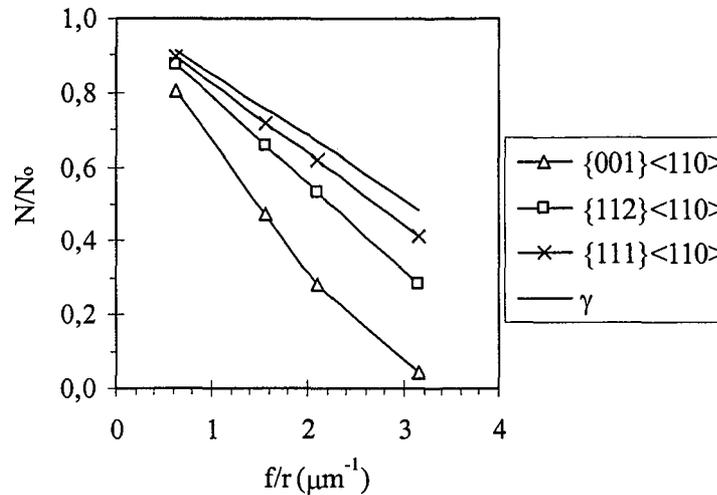


Figure VI.14 : Evolution du nombre de germes potentiels par rapport à la nuance sans suivre en fonction du rapport f/r_p pour différentes orientations (la courbe γ regroupe les orientations de la fibre γ autres que $\{111\}\langle 110 \rangle$).

La figure VI.14 montre que la présence de précipités influe fortement sur le nombre de germes potentiels : pour de fortes valeurs de f/r_p , le nombre de germes potentiels serait diminué de 95% pour les grains $\{001\}\langle 110 \rangle$, et de plus de 50% pour les grains de la famille γ . Lorsque le rapport f/r_p diminue, ces écarts s'amenuisent. Ainsi, pour $f/r_p=1,5$, le nombre de germes potentiels est réduit de 50% pour les grains $\{001\}\langle 110 \rangle$ et de 20% pour les grains de la famille γ . Enfin, aux plus faibles valeurs calculées, ces écarts sont de 10%. Il faut considérer que ces différences sont dues à une différence de force motrice (calculée à partir de la taille des cellules). Dans le calcul effectué, nous avons considéré les tailles des cellules pour un acier IF-Ti sans addition de cuivre. Cependant, ce calcul nous permet de voir que l'effet du cuivre sera plus important pour des cellules moins bien formées ou de plus grande taille.

Si l'on considère la valeur expérimentale de f/r_p à 770°C (soit $0,6 \mu\text{m}^{-1}$), à cette valeur, le nombre de germes formés correspond à environ 90% de celui observé en l'absence de précipités et ce, quelle que soit l'orientation considérée (i.e. quelles que soient les variations de force motrice initiale). Ceci peut expliquer que le nombre de grains recristallisés est plus faible en présence de cuivre que dans la nuance sans cuivre. Cependant, les valeurs numériques calculées ne sont que des estimations puisque nous avons considéré que la taille initiale des sous grains en fonction de leur orientation est la même que celle observée dans un acier IF-Ti classique.

Lorsque la fraction recristallisée est supérieure à 60%, la vitesse de germination de la nuance à 1% de cuivre est plus élevée que celle de l'acier sans cuivre, cette dernière diminuant jusqu'à devenir quasiment nulle. Cette évolution est reliée à la formation de la texture et est discutée dans le paragraphe 3.

2.3.2.2. Croissance :

Nos expériences ont également montré que la taille des grains recristallisés est plus élevée sur l'acier à 1% de cuivre que sur l'acier de référence. La vitesse de migration du joint est donnée par la formule : $V=M.P$ (cf. Chapitre I) où M est la mobilité du joint et P , l'ensemble des forces s'exerçant sur celui-ci. La mobilité est une fonction croissante de la température : $M = M_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$ où Q est l'énergie d'activation. En présence de cuivre, la recristallisation a lieu à plus haute température ; la mobilité des joints des grains recristallisés est donc plus élevée. Ceci conduit à une croissance plus rapide de ces derniers. Ainsi à fraction recristallisée équivalente, la taille des grains est plus grande dans l'acier à 1% de cuivre que dans l'acier sans cuivre. En fin de recristallisation de l'acier à 1% de cuivre, le nombre de grains recristallisés est plus petit que sur l'acier sans cuivre et leur taille est plus élevée. Ils sont de forme "équiaxes". Cette morphologie a été observée par Hutchinson et Duggan [HUT 78] lorsque les précipités se forment après recristallisation ; lorsque de fins précipités sont présents tout au long de la recristallisation [HUT 78, HEN 95], Hutchinson comme Henry ont observé des grains recristallisés, allongés selon la direction de laminage.

Ainsi, les précipités présents agissent sur la germination et la croissance des grains recristallisés. La force de freinage, ralentissant la croissance des grains lors de la recristallisation primaire, est donnée par la relation :

$$F_z = \frac{3\gamma_s f_v}{2r_p}$$

avec les notations définies au chapitre I (§. 1.2.4). Nous pouvons chercher l'effet limite que peuvent avoir les précipités sur la croissance des grains en considérant l'état de précipitation présent à 800°C. En prenant comme énergie surfacique de joint $\gamma_s=0,6 \text{ J.m}^{-2}$ [HUM 95] et pour f_v et r_p les valeurs déterminées par DNPA à 800°C pour l'échantillon déformé (cf. Chapitre IV), on obtient une valeur de force de freinage de l'ordre de $0,2 \cdot 10^6 \text{ N.m}^{-2}$. Cette valeur est comparée aux celles obtenues pour la force motrice par les calculs micro-mécaniques développés au chapitre V, et aux valeurs expérimentales mesurées par Henry par diffraction X et à partir des observations MET par Samajdar et al. Le tableau VI.2 résume les valeurs des forces motrices et de freinage.

Modélisation	Force motrice (10^6 N.m^{-2})		Force de freinage (10^6 N.m^{-2})
	RX [HEN 95]	MET [SAM 97]	
0,15-0,4	0,35-0,5	0,7-3	0,2

Tableau VI.2 : Force de freinage et force motrice s'exerçant lors de la croissance de grains recristallisés dans la matrice écrouie.

Ainsi, à 800°C, la force de freinage est inférieure aux forces motrices ; elle n'est pas suffisante pour inhiber la croissance des grains recristallisés dans les zones déformées. De plus, la force de

freinage est susceptible de diminuer encore : nous avons vu que la teneur en cuivre dans la solution solide est inférieure à la limite de solubilité ; donc les précipités vont se remettre en solution plus ou moins rapidement, conduisant à une diminution de la force de freinage. Ainsi, il y a peu d'effet d'ancrage des joints sur les gros précipités de cuivre.

2.3.3. Influence de la taille des précipités :

Les résultats obtenus sur les nuances bobinées à basse température (cf. annexe A2) confirment ces conclusions. En effet, ils ont montré que la recristallisation démarre à plus basse température au cours d'un chauffage rapide en comparaison à celle de la nuance "bobinée chaud". Dans ce cas, la taille des précipités est plus faible, comme l'ont montré les observations MET et les analyses en DNPA. La force de freinage exercée par ces précipités sur la croissance des sous-grains peut être estimée par la relation donnée au paragraphe 2.2.1 ; la valeur obtenue de $P_z/m\tau$ est de $1,2 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$. Elle est du même ordre de grandeur, voire légèrement supérieure à celle calculée dans le cas de l'acier refroidi à partir de 730°C . Donc, à l'état initial, les deux distributions de précipités sont tout aussi actives vis-à-vis de la recristallisation.

Le calcul précédent d'évolution des précipités prévoit que les précipités étant plus fins dans le cas de la nuance refroidie à partir de 600°C , ceux-ci se dissoudront à plus basse température. La force de freinage diminuant à plus basse température, la restauration et la recristallisation démarreront plus tôt en comparaison au cas des aciers bobinés à haute température.

En condition de chauffage lent, la recristallisation est également limitée par la cinétique de coalescence des précipités ; la taille initiale de ceux-ci étant plus faible que dans le cas de la nuance bobinée chaud, à mêmes conditions et température de chauffage, les précipités seront plus petits. La force de freinage étant inversement proportionnelle au rayon des précipités, elle sera plus grande. Donc la cinétique de restauration/recristallisation sera plus retardée comparativement à l'acier bobiné à haute température. Aussi, la formation des cellules et la restauration auront lieu dans un domaine de température plus large. Lorsque la dissolution des petits précipités se produit, la restauration et la recristallisation auront lieu ; cependant, le décalage de cinétiques de restauration et de germination peut expliquer qu'en fin de recuit base, l'acier à 1% de cuivre bobiné à 730°C est recristallisé à plus de 95% alors que celui bobiné à 600°C présente une fraction recristallisée beaucoup plus faible (de l'ordre de 60 à 70%).

2.4. Influence de la teneur en cuivre :

L'étude expérimentale a montré qu'une addition de 0,3% de cuivre modifiait peu le comportement de l'acier : en recuit continu, la cinétique de recristallisation est décalée de 10°C par rapport à l'acier sans cuivre. En considérant que tout le cuivre a précipité et que la taille moyenne des précipités est de 2 nm, la force de freinage s'exerçant sur la croissance des sous-grains (cf. §2.2) est de

l'ordre de $0,4 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$; celle-ci n'est pas négligeable par rapport à la force motrice. Donc la restauration est affectée par la présence des précipités de cuivre. D'après Salje et al. [SAL 77], la solubilité du cuivre dans la ferrite est de 0,3% à 650°C. Un calcul similaire à ceux menés au chapitre IV montre qu'en considérant que tout le cuivre a précipité avec une taille de 2 nm, alors la remise en solution totale a lieu à 680°C. Cette température est inférieure à celle où débute la recristallisation de l'acier sans cuivre. Donc, dans la nuance à 0,3% de cuivre, la restauration pourra démarrer avant que l'acier sans cuivre ne recristallise; par conséquent, les différences de cinétique d'évolution des sous-structures entre les deux aciers sont plus faibles. De plus, les sous-structures à l'issue du laminage à froid n'étant que légèrement différentes, les cinétiques de restauration et de recristallisation sont moins affectées dans le cas de l'acier à 0,3% de cuivre que dans le cas de l'acier à 1% de cuivre. Par conséquent, la nuance à 0,3% de cuivre a un comportement très proche de l'acier sans cuivre : à fraction recristallisée équivalente, le nombre de grains recristallisés et leur taille moyenne sont très proches.

3. Influence du cuivre sur les textures de recristallisation et leur formation :

Comme précédemment, nous discutons d'abord les résultats obtenus avec l'acier à 1% de cuivre, puis nous les comparons à ceux obtenus avec la nuance à 0,3% de cuivre.

3.1. Mécanisme de formation au cours du recuit continu :

L'étude précédente a montré que la présence des précipités agit principalement sur la cinétique de germination et que la croissance des grains recristallisés dans la matrice déformée est moins affectée ; ces effets vont modifier la texture de recristallisation. En l'absence de cuivre, l'étude EBSD a montré que la texture se forme par germination orientée : la texture des premiers grains est composée de la fibre γ et est comparable à celle obtenue en fin de recristallisation. Il est maintenant bien établi que la force motrice des grains d'orientation $\{111\}$ est suffisante pour qu'ils puissent recristalliser totalement et consommer pratiquement tous les autres grains avant que la germination n'ait lieu dans d'autres orientations [HUT 84]. Par conséquent, la texture finale se concentre autour de la fibre γ .

Dans le cas de l'acier à 1% de cuivre, l'orientation des premiers grains appartient à la fibre γ , comme pour l'acier sans cuivre, et également à la fibre α . En présence de cuivre, la germination, se produisant à des températures plus élevées, devient aussi possible dans la fibre α . **De plus, la texture des premiers grains recristallisés est semblable à la texture finale de recristallisation ; ceci montre que même en présence de cuivre, la texture se forme par germination orientée.** Cependant il conduit à des textures différentes : la présence de cuivre diminue la sélectivité d'orientations.

Pour expliquer cela, il faut tenir compte de toute l'histoire du matériau. Sans cuivre, ce sont les grains $\{111\}$ qui présentent les cellules les mieux définies : les parois sont bien nettes alors que dans

les grains de la fibre α , elles sont constituées d'un enchevêtrement de dislocations. A l'issue du laminage à froid de l'acier à 1%, les sous-structures sont très peu organisées, il y a beaucoup de dislocations isolées : la présence des précipités de cuivre limite la réorganisation des dislocations en cellules et sous-grains. Au cours de la restauration, l'acier IF sans cuivre voit l'intensité de sa texture augmenter [HEN 95] : des sous-grains croissent, en consommant d'autres appartenant au même grain écroui. Une diminution du nombre de sous-grains se traduit par une diminution de la dispersion des orientations des sous-grains autour de l'orientation moyenne du grain ; par conséquent, la texture augmente. En présence de cuivre, nous avons vu que, à même température, la restauration est nettement moins avancée que dans l'acier IF classique et ceci, pour toutes les orientations. La force de freinage reste élevée jusqu'à des températures de l'ordre de 700°C, puis elle chute brutalement ; la migration des dislocations, sous-joints et joints peut alors se produire. Elle devient aisée du fait de la dissolution du cuivre et de la température plus élevée. Par conséquent, les germes potentiels sont facilement "activés". Que l'on considère les orientations $\{111\}$ ou $\langle 110 \rangle$, les sous-joints deviennent mobiles dans le même intervalle de température ; les grains $\{111\}$ ne possèdent pas le même avantage de sous-structures par rapport aux autres orientations que dans l'acier IF classique. Par conséquent, lorsque la germination est activée, des germes se forment à la fois dans les grains de la fibre α et de la fibre γ . Comme nous l'avons vu en recuit continu, la texture des premiers grains recristallisés présente un fort maximum en $\{111\}\langle 112 \rangle$ dans tous les premiers stades, maximum qui diminue lorsque la recristallisation progresse. On peut donc penser que les grains de la fibre $\{111\}$ ont, comme dans le cas de la nuance sans cuivre, un avantage d'énergie stockée (force motrice) qui leur confère une vitesse de migration plus élevée que les grains d'autres orientations. Mais cet avantage ayant été réduit par la présence de cuivre, il ne permet plus une sélectivité aussi importante que sans cuivre.

Lorsque la recristallisation progresse, nous n'avons pas observé de chute brutale de la vitesse de germination pour des fractions recristallisées supérieures à 60%. Dans l'acier sans cuivre, cette valeur est associée à la fin de la germination rapide des grains $\{111\}$ et à la disparition des grains $\langle 110 \rangle$ par croissance des grains de la fibre γ dans les zones déformées d'orientation de la fibre α . En présence de cuivre, la germination a lieu dans la fibre α ; donc, tout au long de la recristallisation de nouveaux grains apparaissent. Lorsque le matériau a complètement recristallisé, la texture se compose d'une fibre γ et d'une fibre α .

A notre connaissance, il n'existe pas de travaux portant sur la formation de la texture au cours de la recristallisation dans les aciers à bas taux de carbone enrichis en cuivre ; certains auteurs ont étudié l'influence de la teneur en cuivre sur la texture de recristallisation. Kim et al. [KIM 94b] ont étudié l'influence d'une addition de cuivre sur la texture de recristallisation d'un acier IF-Ti. Après laminage à froid à 90%, les échantillons ont été recuits à $10^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à 850°C avec un maintien de 60 secondes à cette température. Pour des teneurs en cuivre inférieures à 1%, la texture se compose d'une fibre γ présentant un fort maximum en $\{111\}\langle 112 \rangle$ et une légère fibre α résiduelle, résultats en accord avec

les nôtres. Toutefois, pour Kim et al., tout le cuivre était en solution solide ; les auteurs justifient la présence de la fibre α par des hypothèses de croissance orientée : sans cuivre, la texture se forme par croissance orientée des grains $\{111\}\langle 112 \rangle$ dans $\{112\}\langle 110 \rangle$; le cuivre retarde cette croissance orientée. Ces hypothèses ne correspondent pas au mécanisme que nous avons observé dans les nuances avec ou sans cuivre. D'autre part, elles ne se fondent que sur l'analyse des états initiaux et finaux de la texture ; aucune observation n'a été faite au cours de la recristallisation.

Enfin, Morita et al. [MOR 94] observent qu'une distribution de fins précipités de cuivre (dont ils ne précisent pas la taille exacte) présente avant recristallisation favorise le développement de la composante $\{100\}\langle 001 \rangle$. Toutefois, dans leur étude, ils ont fait varier également la taille des carbosulfures de titane. Il est donc difficile d'attribuer entièrement les effets observés à la présence des précipités de cuivre. Dans notre cas, nous n'avons pas observé de renforcement de la composante cube $\{100\}\langle 001 \rangle$.

Ces dernières discussions montrent que l'analyse et la comparaison de leurs résultats aux nôtres nécessitent une connaissance précise de l'état déformé (réarrangement des dislocations) et de l'état de précipitation présent à température ambiante. En effet, on ne peut analyser les évolutions de texture issues des conditions de germination et de croissance des grains sans l'état structural initial.

3.2 Influence des conditions de traitement thermique :

En recuit base, les différences de texture entre les nuances sans cuivre et à 1% de cuivre sont plus intenses qu'en recuit continu : la fibre γ présente un fort maximum en $\{554\}\langle 225 \rangle$ et, le long de la fibre α , l'intensité des composantes comprises entre $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{112\}\langle 110 \rangle$ est plus élevée. Sans cuivre, nous avons montré au chapitre III que lorsque la recristallisation démarre, la dureté a déjà diminué, ce qui est moins sensible en recuit continu. Cela signifie qu'en chauffage lent, la restauration est beaucoup plus importante : malgré des mobilités faibles, les durées plus longues favorisent la migration des sous-joints conduisant à des tailles de sous-grains plus élevées. Comme dans le cas d'un chauffage rapide, les précipités créent une force de freinage qui retarde voire inhibe la restauration et la recristallisation. Par rapport au recuit continu, la force de freinage est plus élevée du fait de l'augmentation de la fraction volumique de précipités au cours du chauffage ; cela va encore augmenter les effets du cuivre, notamment le décalage de sous-structures entre l'acier sans cuivre et l'acier à 1% de cuivre. Par conséquent, lorsque la force de freinage diminue et que la restauration et la recristallisation peuvent démarrer, les différences de structure (cellules, sous-joints) en fonction de l'orientation sont faibles. La germination peut alors avoir lieu dans les grains de la fibre α et de la fibre γ .

Dans les premiers stades de la recristallisation, l'intensité de la fibre α évolue peu ; le long de la fibre γ , on observe un renforcement autour de l'orientation $\{554\}\langle 225 \rangle$. Lors de la recristallisation, les

sous-grains qui croissent, en consomment d'autres, ce qui a pour conséquence de diminuer la dispersion des orientations autour de l'orientation moyenne du grain comme nous l'avons déjà mentionné. Ainsi, l'intensité de la composante augmente. On peut donc penser que les grains d'orientation γ apparaissent dans la fibre γ et, de même pour la fibre α où toutefois le nombre de germes est plus faible. Ce n'est qu'en fin de recristallisation ($X_\gamma > 90\%$) que l'intensité de la fibre α diminue fortement alors que l'intensité de la composante $\{554\}\langle 225 \rangle$ augmente. Donc en fin de recristallisation, des grains α sont consommés : il s'agit soit de grains α déformés n'ayant pas encore recristallisés, soit de grains α restaurés/recristallisés mais consommés par d'autres grains plus gros et donc ayant un avantage de taille. Pour le déterminer, il faudrait réaliser une analyse EBSD de la partie écrouie et de la partie recristallisée tout au long du traitement thermique.

Comme dans le cas du recuit continu, il n'existe pas de "transition" dans le développement de la recristallisation lorsque la fraction recristallisée atteint 60% : la recristallisation a commencé dans la fibre α avant que toute la fibre γ n'ait recristallisé.

3.3. Influence de la distribution des précipités :

Lorsque le refroidissement lent simulant le bobinage démarre à basse température, la texture de recristallisation obtenue en fin de recuit continu est composée d'une fibre γ avec un maximum en $\{554\}\langle 225 \rangle$, et d'une fibre α intense dont les orientations s'étendent de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{111\}\langle 110 \rangle$; l'intensité de la texture le long de la fibre α est plus élevée que celle de la nuance "bobinée à haute température". Comme nous l'avons mentionné au paragraphe 2, les précipités plus fins créent une force de freinage plus importante vis-à-vis de la restauration. Décalant les cinétiques de réarrangement des dislocations, ils contribuent à diminuer les différences de sous-structures entre les différentes orientations. Ainsi, lorsque les précipités se remettent en solution et que la recristallisation peut démarrer, les grains $\{111\}$ ne possèdent pas un avantage d'état restauré par rapport aux autres grains, notamment ceux de la fibre α . Par conséquent, la germination est activée aussi bien dans les grains de la fibre α que ceux de la fibre γ . A l'issue de la recristallisation, la texture se compose d'une fibre γ et d'une fibre α résiduelle.

A l'issue du cycle de recuit base, la microstructure de l'acier à 1% n'était pas totalement recristallisée si bien que l'on ne peut comparer les deux textures de recuit.

3.4. Influence de la teneur en cuivre :

Nous avons montré précédemment que l'addition de 0,3% de cuivre modifie peu la cinétique de recristallisation de l'acier. A l'issue du recuit continu, la texture de recristallisation obtenue est peu différente de celles de l'acier sans cuivre : l'intensité de la fibre γ est légèrement plus faible. Cela peut traduire les effets des précipités sur la cinétique de restauration : avant qu'ils ne se remettent en solution, ils ralentissent la cinétique de réarrangement des cellules modifiant ainsi la sous-structure. Ce décalage n'est pas suffisant pour permettre la formation de sous-grains dans la fibre α mais il diminue la croissance des sous-grains dans la fibre γ ; ainsi il y a plus de germes actifs. Comme nous l'avons vu, cela diminue le niveau de texture. De même, à l'issue du recuit base, la texture de l'acier à 0,3% de cuivre est plus faible que celle de l'acier sans cuivre.

3.5. Conséquences sur le coefficient d'anisotropie :

Le coefficient d'anisotropie \bar{r} , qui caractérise l'emboutissabilité d'un matériau, est directement relié à l'intensité de la fibre $\{111\}$ par rapport aux composantes $\{200\}$. Le cuivre modifiant les textures, il modifie également la valeur de \bar{r} comme le montre la figure VI.15 où sont portés les résultats obtenus par F. Perrin (LEDEPP, SOLLAC) pour les différentes nuances au cuivre, refroidies pour deux conditions de température de début de refroidissement.

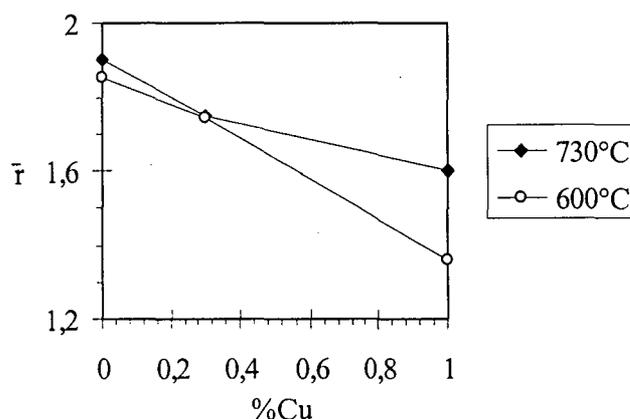


Figure VI.15 : Coefficient d'anisotropie \bar{r} mesuré après laminage à froid à 75% et recuit continu en fonction de la température de bobinage (Mesures F. Perrin (LEDEPP, SOLLAC)).

Le coefficient d'anisotropie diminue lorsque la teneur en cuivre augmente. La température de début de refroidissement basse influe surtout pour des teneurs en cuivre de 1% ; la baisse de \bar{r} est plus grande pour la nuance refroidie lentement à partir d'une plus basse température : le coefficient d'anisotropie vaut 1,6 pour la nuance "bobinée" à 730°C et moins de 1,4 pour l'acier "bobiné" à 600°C. Considérant la texture pour ces deux conditions de traitement, on a une fibre γ moins intense en présence de cuivre, cette intensité diminuant encore en présence de précipités de cuivre plus fins. Les

corrélations entre la texture et \bar{r} sont donc bien retrouvées. Ceci montre que plus la distribution des précipités est fine, plus la diminution de l'emboutissabilité est importante.

4. Conclusions partielles :

Ce chapitre était consacré à l'analyse du rôle du cuivre sur les mécanismes de recristallisation et les conséquences sur les textures associées. A l'issue du laminage à froid, les sous-structures sont différentes : le cuivre a ralenti la formation des cellules si bien que les grains déformés présentent une densité de dislocations élevée. En parallèle, la texture de laminage à froid est plus intense que celle de l'acier sans cuivre ; nous attribuons ces différences, aux différences de sous-structures. L'absence de sous-grains diminue la dispersion des orientations autour de l'orientation moyenne du grain déformé, ce qui a pour effet de renforcer son niveau ; ce mécanisme avait été proposé par Henry [HEN 95] dans le cadre d'un acier IF-Nb.

Au cours du recuit, les cinétiques de restauration et de recristallisation sont liées à la cinétique d'évolution des précipités. Ces derniers créent une force de freinage vis-à-vis du réarrangement des dislocations en cellules, puis de la croissance des sous-grains ; cette force de freinage a été estimée du même ordre de grandeur que les forces motrices. Par conséquent, la cinétique de restauration est inhibée par la présence de précipités. Lorsque la force de freinage diminue (par remise en solution des précipités), la restauration puis la recristallisation peuvent avoir lieu ; à ce stade, la restauration ayant été bloquée, aucune orientation ne possède d'avantage de sous-structures pour la germination. Des germes peuvent se former à la fois dans les grains $\{111\}$, comme cela est observé dans l'acier IF sans cuivre, et dans les grains de la fibre α . Toutefois, la vitesse de germination est, à fraction recristallisée équivalente, plus faible dans la nuance enrichie en cuivre : la présence de précipités diminue le nombre de sites de germination potentiels. Lorsque la recristallisation progresse et atteint 60%, la vitesse de germination ne diminue que légèrement contrairement à ce qui est classiquement observé dans les aciers IF. Cela est dû au fait que de la germination a lieu dans la fibre α . A l'issue de la recristallisation, la texture se compose d'une fibre γ et d'une fibre α résiduelle ; celle-ci se forme par un mécanisme de germination orientée.

Une diminution de la vitesse de chauffage augmente les effets du cuivre ; l'intensité de la fibre α est plus élevée en recuit base. De même, une diminution de la taille des précipités exacerbe tous les effets retardateurs du cuivre, conduisant à une texture où les orientations $\langle 110 \rangle$ ne sont pas négligeables.

CONCLUSION GENERALE

Le but de cette étude était double : d'une part, étudier l'influence du cuivre sur la recristallisation des aciers IF-Ti en terme de cinétique et mécanisme de recristallisation, ainsi que de texture ; d'autre part, de calculer la force motrice associée aux contraintes du second ordre, c'est à dire liées aux incompatibilités de déformation entre grains, afin de comparer les forces de freinage et les forces motrices intervenant lors de la recristallisation.

Deux nuances enrichies en cuivre ont été étudiées (0,3 et 1% de cuivre) et comparées à une nuance de référence sans cuivre. Afin de faire varier l'état structural du cuivre, différents chemins de mise en forme ont été utilisés en faisant varier notamment la température dite de "bobinage". Nous avons montré que l'addition de cuivre retarde les cinétiques de recristallisation et modifie en conséquence les textures de recristallisation. Les propriétés mécaniques d'emboutissage en sont affectées. L'analyse fine de l'effet du cuivre sur les différentes évolutions structurales a alors été entreprise.

Ainsi, à l'issue du laminage à chaud, nous montrons que le cuivre se trouve majoritairement sous forme de précipités et ce, quelle que soit la teneur en cuivre. Dans le cas de l'acier à 0,3% de cuivre, il existe une seule population de précipités au cuivre de rayon moyen 3,5 nm. Pour la nuance à 1% de cuivre, il y a deux familles de précipités, l'une de rayon moyen voisin de 9 nm et l'autre de rayon moyen 2 nm. Ceux-ci vont modifier le comportement de l'acier lors de la mise en forme.

Après laminage à froid, l'acier sans cuivre présente une sous-structure avec des cellules (allongées ou équiaxes) dont les parois sont nettes et la densité de dislocations intracellulaire faible. Pour l'acier enrichi au cuivre, les précipités de cuivre agissent par ancrage des dislocations, ce qui ralentit leur réorganisation. Les « parois » visibles sont constituées d'un enchevêtrement de dislocations et de nombreuses dislocations isolées sont observées. En conséquence, la texture de laminage est modifiée. Ces effets ont été attribués au rôle des précipités de cuivre qui entravent la « restauration dynamique » ; la déformation à l'intérieur d'un grain est plus homogène et les désorientations sont plus faibles que dans le cas de l'acier de référence. Par conséquent, la dispersion des orientations autour de l'orientation moyenne du grain est plus petite : l'intensité de la composante augmente.

Au cours du recuit, l'influence de l'état de précipitation est complexe. En effet, au cours du chauffage, celui-ci évolue, cette évolution étant fonction des conditions de chauffage et de l'état initial. Nous avons montré qu'il y a une forte corrélation entre l'évolution de l'état de précipitation, notamment la dissolution des précipités, et les cinétiques de restauration puis de recristallisation. L'existence des précipités décale les cinétiques. En effet, les précipités exercent une force de freinage vis-à-vis de la

restauration et de la recristallisation. A partir de caractérisations en DNPA, nous avons calculé cette force et montré qu'elle est du même ordre de grandeur, voire supérieure aux forces motrices présentes. Ceci conduit à un fort ralentissement des cinétiques. Ainsi, en recuit continu (à une vitesse de chauffage de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), les gros précipités évoluent peu, tant en taille qu'en fraction volumique. Par contre, la fraction volumique des petits précipités est divisée par un facteur 5 entre l'état initial et la température de 770°C . Cela conduit à une diminution brutale de la force de freinage, ce qui permet à la recristallisation d'avoir lieu

La vitesse de germination est alors plus faible. Par conséquent, à fraction recristallisée équivalente, le nombre de grains recristallisés est plus faible et la taille moyenne, plus grande.

Le décalage des cinétiques de restauration et de recristallisation modifie la formation de la texture. Le mécanisme de formation de la texture est le même dans les aciers avec ou sans cuivre : la texture des premiers grains recristallisés est comparable à la texture finale, ce qui correspond à un mécanisme de germination orientée. Par contre, les textures de recristallisation sont différentes : en présence de cuivre, on note un renforcement des orientations de la fibre α . C'est une conséquence de l'effet retardateur du cuivre sur la restauration au cours du laminage à froid et du recuit. Dans l'acier de référence, les grains $\{111\}$ possèdent un avantage de force motrice par rapport aux autres orientations : dans ces grains, les cellules sont en moyenne plus petites et plus désorientées. En retardant la restauration, les précipités de cuivre diminuent l'avantage des grains $\{111\}$ vis-à-vis de la recristallisation. Aussi, lorsque la recristallisation démarre, la germination est possible à la fois dans les grains γ et dans les grains α . Lorsque la recristallisation progresse et atteint plus de 60%, la vitesse de germination ne chute pas car de nouveaux grains recristallisés peuvent apparaître dans des orientations autres que $\{111\}$.

En chauffage lent, le début de la recristallisation est contrôlé par la cinétique de coalescence des précipités, puis leur dissolution. Les effets du cuivre sur la texture sont encore plus marqués : l'intensité des composantes de la fibre α comprises entre $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$ reste élevée. Là encore, nous avons mis en évidence le rôle des précipités sur la cinétique de restauration pour expliquer ces évolutions.

Un abaissement de la "température de bobinage" se traduit par une diminution de la taille des petits précipités. Par conséquent, la force de freinage exercée par les précipités augmente et les effets du cuivre sur la recristallisation et les textures sont exacerbés.

En conclusion, l'état de précipitation modifie la formation des structures de déformation à froid, puis leur évolution au cours du chauffage. La cinétique d'évolution de cet état de précipitation est un facteur prépondérant pour le contrôle des cinétiques de restauration, puis de recristallisation de l'acier IF au cuivre car les forces de freinage sont fonction de la taille et de la fraction volumique des précipités.

Les cinétiques d'évolution structurale des précipités de cuivre peuvent être décrites, en première approche, par des modèles de dissolution en cours de chauffage rapide. Il est clair qu'une description complète de cette évolution doit prendre en compte l'ensemble des mécanismes de germination-croissance-coalescence de ces précipités au cours du chauffage. De plus, l'effet des dislocations doit également être considéré, comme éventuellement le couplage avec des sous-joints mobiles. Un tel modèle permet alors le calcul des variations des forces de freinage au cours du chauffage, calcul essentiel pour modéliser plus avant les cinétiques de restauration et de recristallisation.

Nous avons également calculé la force motrice associée aux contraintes du second ordre en utilisant un modèle micro-mécanique. Par ce calcul, nous obtenons la même classification de force motrice en fonction de l'orientation des grains que celle observée expérimentalement. Si nous considérons la déformation plastique cumulée, cette hiérarchie est opposée. De plus, nous avons montré que les grains de la fibre α se déforment plus que ceux de la fibre γ , comme cela est observé expérimentalement. Une telle force motrice, qui s'exerce à l'échelle du grain, va bien sûr influencer la mobilité de l'interface au cours de la croissance des grains ou sous-grains. On peut s'interroger quant à son rôle sur l'étape de germination, c'est à dire sur l'ensemble des étapes où les dislocations sont mobiles. Cette force motrice, qui est toujours ignorée, peut venir en addition de celle associée à la densité de dislocations.

Application industrielle :

Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction, le cuivre a été étudié en tant qu'élément résiduel de l'acier, issu de la production par four à arc électrique. La teneur maximale attendue dans les aciers réalisés par cette filière est de 0,3% massique. Les différents résultats ont montré que les propriétés métallurgiques de l'acier à 0,3% de cuivre sont peu affectées ; en recuit continu, la baisse du coefficient d'anisotropie est de 1,75, soit une diminution de 8% par rapport à l'acier sans cuivre.

L'étude réalisée sur la nuance à 1% a mis en évidence le rôle des précipités sur le comportement de l'acier tout au long du processus de mise en forme. En particulier, la présence de fins précipités est néfaste aux propriétés d'emboutissage du matériau. Deux solutions sont envisageables :

1. Tremper les tôles à l'issue du laminage à chaud : la vitesse de trempe doit être suffisamment rapide pour que tout le cuivre reste en solution solide. Au cours du recuit, le chauffage doit être rapide et le maintien effectué à haute température afin d'éviter toute précipitation du cuivre. Cette solution a plusieurs inconvénients : d'une part, compte tenu de l'épaisseur non négligeable des tôles à l'issue du laminage à chaud, il se peut que la microstructure de trempe ne soit pas homogène, conduisant localement à la formation de précipités de cuivre. D'autre part, lors des traitements ultérieurs (laminage à froid et recuit), le cuivre sera en solution solide ; bien que, dans ce cas, les

forces de freinage exercées sont moins grandes que celles liées à la présence de précipités, elles n'en restent pas moins conséquentes. Enfin, cette solution interdit toute condition de chauffage lent.

2. Réduire encore la vitesse de refroidissement au cours du bobinage de manière à ce que le cuivre forme des précipités grossiers dans la matrice. La force de freinage étant inversement proportionnelle à la taille des précipités, elle sera diminuée. La vitesse de chauffage lors du recuit doit également être rapide : cela permet de minimiser les effets des précipités.

Si une addition de 1% de cuivre paraît peu favorable pour l'emboutissabilité des tôles, elle peut apporter d'autres alternatives. En effet, le cuivre est un élément durcissant, notamment lorsqu'il est présent sous forme de précipités. En adaptant le cycle thermo-mécanique de manière à diminuer les effets des précipités sur la recristallisation, les aciers IF-Ti enrichis au cuivre pourraient présenter un bon compromis entre l'emboutissabilité et la résistance mécanique.

Perspectives de cette étude :

A l'issue de cette étude, plusieurs voies de recherche semblent intéressantes à explorer.

A l'issue du laminage à froid, afin de confirmer les hypothèses émises, il serait intéressant d'étudier le lien entre l'intensité de la texture et la morphologie de la sous-structure. Pour une même déformation macroscopique, comment se traduit la réorganisation des dislocations en terme de distribution d'orientations?

Au cours de la déformation, le matériau emmagasine de l'énergie liée à diverses sources : contraintes du second ordre, dislocations intragranulaires organisées ou non en cellules. Le rôle de chacune d'entre elles vis-à-vis de la recristallisation, en terme de formation et évolution des structures de déformation au cours du laminage à froid, puis de la restauration et de la recristallisation des grains, reste une question ouverte. Si, pour la restauration et la recristallisation, l'échelle considérée comme une des plus pertinentes, est "l'état" et la taille de la cellule de dislocations, quel peut être le rôle respectif des contraintes du second ordre et de la densité de dislocations sur ces paramètres?

Enfin, afin de préciser les mécanismes de formation de la texture, il serait bon de pouvoir analyser l'évolution des sous-structures au cours de la restauration pour chaque orientation, en fonction des conditions de traitement thermique. L'étude MET que nous avons réalisée a permis une étude qualitative des cinétiques de restauration ; il serait intéressant de la compléter par une analyse plus quantitative (MET, EBSD).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ABE 74] : H. ABE, T. SUZUKI, F. TOGAWA, *Tetsu-To-hagané*, **60** (1974), p. 217
- [ABE 82] : M. ABE, Y. KOBAKU, Y. HAYASHI, S. HAYAMI, *Trans. JIM.*, **vol. 23 n° 11** (1982), pp. 718-725
- [AKA 94] : M. AKAMATSU-JOUSSET, *Thèse Université Paris-Sud* (1994), n°3028
- [AKI 72] : O. AKISUE, K. TAKASHINA, *J. Jap. Inst. Met.*, **36** (1972), p. 1124
- [ANT 76] : C. ANTONIONE, G. DELLA GATTA, A. LUCCI, G. RIONTINO, G. VENTURELLO, *Acta. Met.*, **18** (1970), pp. 1169-1180
- [ARD 99] : A.J. DE ARDO, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp. 385-392
- [ASH 70] : M.F. ASHBY, *Phil. Mag.*, **21** (1970), p. 399
- [ASH 80] : M.F. ASHBY, *1st Risø National Laboratory* (1980)
- [AUB 75] : P. AUBRUN, P. ROCQUET, *Mém. Sci. Rev. Mét.* (1975), pp. 1-7
- [AUS 59] : K.T AUST, J.W RUTTER, *Trans. Met. Soc. AIME*, **215** (1959), p. 119
- [AVE 56] : B.L. AVERBACH, M.B. BEVER, M.F. COMEFORD, J.S. LEACH, *Acta. Met.*, **4** (1956), p. 477-490
- [BAC 99] : B. BACROIX, A. MIROUX, O. CASTELNAU, *Eng. Comp. Tech.*, **7** (1999), pp. 851-864
- [BAN 96] : S.S.G BANADKOUKI, D. YU, D.P. DUNNE, *ISIJ Int.*, **vol. 36 n°1** (1996), pp. 61-67
- [BAR 97] : M.R. BARNETT, J.J. JONAS, *ISIJ Int.*, **vol. 37 n°7** (1997), pp. 706-714
- [BEA 86] : P.A. BEAVEN, F. FRISIUS, R. KAMPMANN, R. WAGNER, *Atomic Transport and Defects in Metals by Neutron Sacterring*, C. Janot, W. Petry, D. Richter, T. Springer Eds., Springer Proceedings in Physics, **10** (1986), p. 228
- [BER 79] : M. BERVEILLER, A. ZAOUI, *J. Mech. Phys. Solids*, **26** (1979), pp. 325-339
- [BER 80] : M. BERVEILLER, A. ZAOUI, *Communication au Groupe Français de rhéologie* (Décembre 1980), pp. 281-291
- [BER 93] : M. BERVEILLER, A. ZAOUI, *Formation avancée en Mécanique des Polymères (Cluny)*, Ed. C. Gsell, J.H. Haudin (1993), pp. 225-250
- [BRI 50] : P.W. BRIDGMAN, *Rev. Mod. Phys.*, **22** (1950), p. 56-71
- [BUD 62] : B. BUDIANSKY, *Proc. 4th Cong Appl. Rech.* (1962), p. 1175
- [BUN 88] : H.J. BUNGE, H. WEILAND, *Textures and Microstructures*, **7** (1988), pp. 231-263
- [BUS 90] : J.T. BUSWELL, C.A. ENGLISH, M.G. HETHERINGTON, W.J. PHYTHIAN, G.D.W SMITH, G.M. WORRALL, "Effects of Radiation on Materials" : *14th International Symposium* (ASTM STP 1046), NH. Packan, R.E. Stoller and A.S. Kumar, eds, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1990), pp. 127-153

- [CAH 65] : R.W. CAHN, "*Recrystallization, Grain Growth and Textures*", Ed. Metals Park, Ohio (1965), p. 102
- [CHA 96] : L. CHAPUIS, E. PINTO DA COSTA, *Note IRSID MPM n96/676* (1996)
- [COP 95] : J. COPREAUX, H. GAYE, J. HENRY, S. LANTERI, *Rapport IRSID RE 95.037* (1995)
- [COU 72] : P. COULOMB, *Texture in Cubic Materials*, ed. P. Dunod (1972)
- [DÄR 86] : C. DÄRMANN, B. ENGL, *Proc. of 7th Risø Symp.* (1986), pp. 279-284
- [DÄR 91] : C. DÄRMANN, B. ENGL, *Steel Research* 62, 12 (1991), p. 576
- [DIL 72] : I.L. DILLAMORE, P.L. MORRIS, C.J.E. SMITH, W.B. HUTCHINSON, *Proc. R. Soc. Lond. A*, 329 (1972), p. 405
- [DOH 64] : R.D. DOHERTY, J.W. MARTIN, *Trans. Amer. Soc. Metals*, 57 (1964), p. 874
- [DOH 78] : R.D. DOHERTY, "*Recrystallization of Metallic Materials*", Chap. 3, (1978)
- [DOH 97] : R.D. DOHERTY, D.A. HUGUES, F.J. HUMPHREYS, J.J. JONAS, D. JUUL JENSEN, M.E. KASSNER, W.E. KING, T.R. Mc NELLY, H.J. Mc QUEEN, A.D. ROLLET, *Mat. Sci. & Eng.*, A268 (1997), pp. 219-274
- [DUG 75] : B.J. DUGGAN, W.T. ROBERTS, *Met. Sci. J.*, 9 (1975), pp. 449-454
- [DUG 76] : B.J. DUGGAN, W.B. HUTCHINSON, "*Texture and the Properties of the materials*", The Metals Soc. (London, 1976), pp. 292-303
- [ELO 98] : K. ELOOT, K. OKUDA, K. SAKATA, T. OBARA, *ISIJ Int.*, vol. 38 n°6 (1998), pp. 602-609
- [EMR 86] : F. EMREN, U. SCHLIEPPENBACH, K. LÜCKE, *Acta. Met.*, 34 (1986), p. 2105
- [ERA 86] : H. ERA, M. SHIMIZU, T. HIRUTA, *Met. Trans.*, 17 (1986), pp. 621-633
- [ESH 57] : J.D. ESHELBY, *Proc. Roy. Soc. London*, A 241 (1957), pp. 376-379
- [EVE 74] : R.L. EVERY, M. HATHERLY, *Texture*, 1 (1974), p. 183
- [FON 94] : N.M. FONSTEIN, O.A. GIRINA, *Proc. of Int. Forum Physical Metallurgy of IF Steels* (Tokyo, 1994), p. 33-36
- [FRA 80] : P. FRANCIOSI, M. BERVEILLER, A. ZAOUI, *Acta. Met.*, 28 (1980), pp. 273-283
- [FRI 64] : J.P. FRIEDEL, "*Dislocations*", Pergamon Press Ltd (1964)
- [FUK 75] : N. FUKUDA, T. SHIMIZU, *Tetsu-to-Hagané*, 61 (1975), p. 817
- [FUK 77] : N. FUKUDA, M. SHIMIZU, *Trans. ISIJ*, 17 (1977), pp. 339-348
- [GOO 73a] : S.R. GOODMAN, S.S. BRENNER, J.R. LOW Jr, *Met. Trans.*, 4 (1973), pp. 2363-2369
- [GOO 73b] : S.R. GOODMAN, S.S. BRENNER, J.R. LOW Jr, *Met. Trans.*, 4 (1973), pp. 2371-2378
- [GOT 92] : G. GOTTSTEIN, L.S. SHVINDLERMAN, *Scripta. Met.*, 27 (1992), pp. 1515-1520
- [GRO 88] : I. GROMA, T. UNGAR, M. WILKENS, *J. Appl. Cryst.*, 21 (1988)
- [GRU 94] : M. GRUMBACH dans "*Le Livre de l'Acier*", G. Beranger, G. Henry, G. Sanz, ed. Technique et Documentation Lavoisier (1994), p. 218
- [GUI 55] : A. GUINIER, G. FOURNET, "*Small-Angle Scattering of X-Rays*", John Wiley & Sons Inc., New York (1955)

- [GUP 87]: I. GUPTA, T. PARAYIL, L-T. SHIANG, *Proc. Symp. Hot Band and Cold Rolling of Sheet Steels*, eds. R. Pradhan & G. Ludkovsky (Cincinnati, 1987), p. 139
- [HAG 99]: J. HAGA, N. MIZUI, T. NAGAMICHI, A. OKAMOTO, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp. 405-410
- [HAS 98]: N. HASHIMOTO, N. YOSHINAGA, T. SENUMA, *ISJ Int.*, vol. **38** n°6 (1998), pp. 617-624
- [HAY 83]: H. HAYAKAWA, Y. FURUNO, M. SHIBATA, N. TAKAHASHI, *Trans. ISIJ*, **23** (1983), p. B434
- [HAY 97]: Y. HAYAKAWA, J.A. SPUZNAR, *Acta Mater.*, **45** (1997), pp. 2425-2435
- [HEN 95]: J. HENRY, *Thèse Orsay n°3560* (1995)
- [HIL 65a]: R. HILL, *J. Mech. Phys. Solids*, **13** (1965), pp. 89-101
- [HIL 65b]: M. HILLERT, *Acta Met.*, **13** (1965), pp. 227-238
- [HIR 91]: J.R. HIRSCH, W.B. HUTCHINSON, K. LÜCKE, *Textures and Microstructures* (1991), pp. 691-696
- [HOO 73]: R.E. HOOK, A.J. HECKLER, J.A. ELIAS, *Met. Trans. A*, **6** (1973), p. 1683
- [HOO 90]: R.E HOOK, *Proc. Metallurgy of Vacuum Degassed Steel Products* (The minerals, Metals and Materials Society, 1990), p. 109
- [HOR 60]: E. HORNBOGEN, R.C. GLENN, *Trans. AIME*, **218** (1960), pp. 1064-1070
- [HOR 64a]: E. HORNBOGEN, H.P. JUNG, *Z. Metallkde*, vol. **55** n°11 (1964), p. 691
- [HOR 64b]: E. HORNBOGEN, *Trans. ASM*, **57** (1964), pp. 120-132
- [HOS 96]: Y. HOSOYA, Y. NAGATAKI, *Proc. of the 37th MSWP Conf.*, ISS, **33** (1996), pp. 915-925
- [HUM 95]: F.J. HUMPHREYS, "*Recrystallization and Related Annealing Phenomena*", ed. Pergamon Press (1995)
- [HUT 78]: W.B. HUTCHINSON, B.J. DUGGAN, *Met. Sci. J.*, (1978), pp. 372-380
- [HUT 84]: W.B. HUTCHINSON, *Int. Met. Rev.*, **29** (1984), pp.25-41
- [HUT 84b]: W.B. HUTCHINSON, K. USHIODA, *Proc. of ICOTOM 7* (Hollande, 1984), pp. 409-414
- [HUT 89]: W.B HUTCHINSON, *Acta Met.*, vol. **37** n°4 (1989), pp. 1047-1056
- [HUT 90]: W.B. HUTCHINSON, K.I. NILSSON, J. HIRSCH, *Met. of Vacuum Degassed Steel Products* (The Minerals, Metals and Materials Society, 1990), p. 109
- [HUT 94]: W.B. HUTCHINSON, *Proc. of ICOTOM 10* (Aedermannsdorf, 1994), p. 1917
- [HUT 95]: B. HUTCHINSON, L. RYDE, *16th Riso Symp. on Mater. Sci.*, eds. N. Hansen et al. (Denmark, 1995), pp. 105-117
- [HUT 96]: B. HUTCHINSON, L. RYDE, *Thermomechanical Processing in Theory, Modelling and Practice* (TMP2, 1996), pp. 145-161
- [IBE 68]: V.G. IBE, K. LÜCKE, *Archiv für das Eisenhüttenwesen* **39. Jahrgang**, **H9** (1968), pp. 1-11

- [INA 87a] : H. INAGAKI, *Z. Metallkde*, **78** (1987), pp. 431-439
- [INA 87b] : H. INAGAKI, *Trans. JIM*, **28** (1987), pp. 251-263
- [INA 88] : H. INAGAKI, *Z. Metallkde*, **79** (1988), pp. 164-173
- [INA 91] : H. INAGAKI, *Z. Metallkde*, **82** (1991), pp. 265-274
- [JON 92] : J.J. JONAS, L.S. TOTH, *Scripta Met. and Mater.*, **27** (1992), pp. 1575-1580
- [KEH 63] : A.S. KEH, S. WEISSMANN, "Electron Microscopy and Strength of Crystals", eds. G. Thomas and J. Washburn (1963), pp. 231-300
- [KER 84] : R. KERN, J. GREWEN, H.J. BUNGE, *Proc. of ICOTOM 7* (Hollande, 1984) pp. 257-262
- [KES 99] : L. KESTENS, N. YOSHINAGA, D. VANDERSCHUEREN, B.C. de COOMAN, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp. 745-750
- [KIA 96] : M. KIAEI, *Thèse Université Paris-Nord* (1996)
- [KIM 94a] : J.H. KIM, H.C. LEE, Y.B. PARK, K. LÜCKE, *Proc. ICOTOM 10* (1994), pp. 761-766
- [KIM 94b] : J.H. KIM, H.C. LEE, Y.B. PARK, K. LÜCKE, *Proc. of ICOTOM 10* (1994), pp. 983-988
- [KIM 97] : Y. KIMURA, S. TAKAKI, *ISIJ Int.*, vol. **37** n°3 (1997), p. 290-295
- [KIS 90] : K. KISHIDA, O. AKISUE, *Tetsu-To-Hagané*, vol. **76** n°5 (1990), pp. 117-124
- [KIS 95] : K. KISHIDA, *Nippon Steel Technical Report*, **64** (1995), pp. 33-36
- [KOC 69] : U.F. KOCKS, R.O. SCATTERGOOD, *Acta. Met.*, **17** (1969), p. 1161
- [KOI 60] : W.T. KOITER, *Prog. In Sol. Mech.*, **1** (1960)
- [KOJ 94] : N. KOJIMA, N. MIZUI, *Proc. of IF-IFS* (Japon, 1994), pp. 223-226
- [KRA 94] : G. KRAUSS, D.O. WILSHYNSKY, D.K. MATLOCK, *Proc. of Int. Symp. on Interstitial Free Sheet Steels* (Canada, 1991), pp.1-13
- [KRI 63] : M.A. KRIVOGLAZ, K.P. RYABOSHAPKA, *Fizika Metall.*, **15** (1963), p. 18
- [KRÖ 58] : E. KRÖNER, *Zeitschrift für Physics*, **51** (1958), pp. 504-518
- [KRÖ 61] : E. KRÖNER, *Acta. Met.*, **9** (1961), pp. 155-
- [KUH 89] : D. KUHLMANN-WILSDORF, *Mat. Sci. Eng.*, **A113** (1989), pp. 1-41
- [LAH 69] : S.K. LAHIRI, D. CHANDRA, L.H. SCHWARTZ, M.E. FINE, *Trans. AIME*, **245** (1969), p 1865
- [LAN 98] : S. LANTERI, H. REGLE, S. CHABANET, P. ZIMMER, *Proc. of Intenational Symposium on Modern LC and ULC Sheet Steels for Cold Forming : Processing and Properties* (Aachen, 1998), pp. 521-527
- [LEB 75] : J.L. LEBRUN, G. MAEDER, P. PARNIERE, *Proc. of ICOTOM 6* (Tokyo, 1981), p. 787
- [LEB 77] : J.L. LEBRUN, G. MAEDER, F. MOLIEXE, P. PARNIERE, *Rapport IRSID RE 659* (1977)
- [LEM 82] : I. LE MAY, M.R. KRISHNADEN, *Copper in Iron and Steel*, I. Le May and L. McD. Schetky, eds. John Wiley & Sons Inc., p. 8
- [LIF 61] : I.M. LIFSHITZ, V.V. SLYOZOV, *Phys. Chem. Solids*, **19** (1961), pp. 35-50
- [LIN 57] : T.H. LIN, *J. Mech. Phys. Solids*, **5** (1957), pp. 143-149

- [LIN 94] : E. LINDH, B. HUTCHINSON, P. BATE, *ICOTOM 10* (1994), pp. 997-1002
- [LIN 94] : E. LINDH, B. HUTCHINSON, P. BATE, *ICOTOM 10* (1994), pp. 997-1002
- [LIP 89] : P. LIPINSKI, M. BERVEILLER, *Int. J. of Plasticity*, **5** (1989), pp. 149-172
- [LIP 90] : P. LIPINSKI, J. KRIER, M. BERVEILLER, *Rev. Phys. Appl.*, **25** (1990), pp. 361-388
- [LIP 92] : P. LIPINSKI, A. NADDARI, M. BERVEILLER, *Int. J. Solids Structures*, vol. **29** n°14/15 (1992), pp. 1873-1881
- [LIP 93] : P. LIPINSKI, *Thèse Université de Metz* (1993)
- [LIS 92] : A.K. LIS, M. MUJAHID, C.I. de GARCIA, A.J. de ARDO, *Gilbert Speich Symposium Proceedings*, L.G. Kuhn ed. (1992), pp. 129-138
- [LUC 65] : K. LÜCKE, STÜWE, " *Recrystallization, Grain Growth and Textures*", American Society for Metals, Ed. Metals Park, Ohio (1965), p.171-201
- [MAB 96] : P. MABELLY, *Thèse ENSAM Aix-en-Provence n°96-28* (1996)
- [MAN 65] : J. MANDEL, *Int. J. Solids Structures*, **1** (1965), pp. 273-295
- [MAR 97] : J.W. MARTIN, R.D. DOHERTY, B. CANTOR, "*Stability of Microstructure in Metallic Systems. Second Edition*", Cambridge Solid State Science Series (1997), p. 290-293
- [MAT 74] : M. MATSUO, S. HAYAMI, S. NAGASHIMA, "*Advances in X-Rays Analysis*", **14** (1974), p. 214-230
- [MAT 95] : M.H. MATHON, *Thèse CEA, Rapport CEA-R-5701* (1995)
- [MAT 99] : M.H. MATHON, C.H. DE NOVION, *J. Phys. IV*, **9** (1999), pp. 128-145
- [MAU 91] : F. MAURY, N. LORENZELLI, C.H. de NOVION, P. LAGARDE, *Scripta Met. Mat.*, **25** (1991), pp. 1839-1844
- [MAU 94] : F. MAURY, N. LORENZELLI, M.H. MATHON, C.H. DE NOVION, P. LAGARDE, *J. Phys. Condens. Matter*, **6** (1994), p. 569
- [MIL 97] : S. MILOUDI, *Thèse Université Paris Sud n°4980* (1997)
- [MIR 99] : A. MIROUX, L. BADEA, D. ARIZMENDI, B. BACROIX, *Archives Met.*, vol. **44** n°3 (1999), pp. 241-252
- [MIR 99] : A. MIROUX, *Thèse Université Paris 13* (1999)
- [MIU 99] : M. MIURA, I. TSUKATANI, Y. OKANO, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp. 411-416
- [MIZ 94] : N. MIZUI, *Proc. of the International Forum on Interstitial Free Steels* (1994), pp. 119-121
- [MOH 99] : G. MOHAMED, *Thèse Université Paris 13* (1999)
- [MOR 94] : M. MORITA, K. SATO, Y. HOSAYA, *ISIJ Int.*, vol. **34** n°1 (1994), pp. 92-98
- [NAG 96] : Y. NAGATAKI, Y. HOSAYA, *ISJ Int.*, vol. **36** n°4 (1996), pp.451-460
- [NES 76] : E. NES, *Acta. Met.*, **24** (1976), pp. 391-398
- [NES 85] : E. NES, N. RYUM, O. HUNDERI, *Acta. Met.*, **33** (1985), p. 11-22
- [NOR 35] : J.T. NORTON, *Trans. AIME*, **116** (1935), pp. 386-396

- [OKA 84] : M. OKAMOTO, M. MATSUO, Y. LI, G. YANG, *Trans ISIJ*, **24** (1990), p. B187
- [OKU 99] : K. OKUDA, K. SAKATA, K. ELOOT, O. FURUKUMI, T. OBARA, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp.423-428
- [ORO 47]: E. OROWAN, communication à la Société Française de Métallurgie, (octobre 1947)
- [OSA 94] : K. OSAMURA, H. OKUDA, S.OCHIAI, M. TAKASHIMA, K. ASANO, M. FURUSAKA, K. KISHIDA, F. KUROSAWA, *ISIJ Int.*, vol. **34** n°4 (1994), pp. 359-365
- [OTH 91] : P.J. OTHEN, M.L. JENKINS, G.D.W. SMITH, W.J.PHYTHIAN, *Phil. Mag. Letters*, vol. **64** n°6 (1991), pp. 383-391
- [OTH 94] : P.J. OTHEN, M.L. JENKINS, G.D.W. SMITH, *Phil. Mag. A*, vol. **70** n°1 (1994), pp. 1-24
- [PAN 93] : C.S PANDE, M.A. IMAM, C.L. VOLD, E. DANKSTER, B.B. RATH, *Key Ing. Mat*, **84** (1993), pp. 145-174
- [PAR 72] : P. PARNIERE, L. ROESCH, *Rapport IRSID Met. Phys. 653* (Janvier 1972)
- [PAR 81] : P. PARNIERE, *Proc. ICOTOM 6, The Iron and Steel Institute of Japan* (1981), p. 181
- [PAR 86a] : P. PARNIERE, *Rapport IRSID RPF 86* (1978)
- [PAR 86b] : P. PARNIERE, *Rapport IRSID RPF 86 bis* (1978)
- [PAR 94] : Y.B. PARK, S.K. CHANG, D. RAABE, K. LÜCKE, *ICOTOM 10* (1994), pp. 571-576
- [PAR 95] : Y.B. PARK, D.N. LEE, G. GOTTSTEIN, *Proc. 16th RISØ Int. Symp. Of Mat. Sci.*, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, , N. Hansen, eds, Demark (1995), pp.479-484
- [PARE 94] : P. PAREIGE, *Thèse Université de Rouen* (1994)
- [PIC 78] : B. PICKERING, "*Physical Metallurgy and the Design of Steels*", Applied Science Publ., Barking (Angleterre), 1978
- [PIT 97] : V. PITROU, *Rapport IRSID MPM n 97/1138* (1997)
- [PIZ 90] : S. PIZZINI, K.J. ROBERTS, W.J. PHYTHIAN, C.A. ENGLISH, G.N. GREAVES, *Phil. Mag. Letters*, vol. **61** n°4 (1990), pp. 223-229
- [POR 82] : G. POROD, "*Small Angle X-Ray Scattering*", eds. O. Glatter et O. Kratky, Academic press, London, (1982), p. 17
- [RAJ 97] : N. RAJMOHAN, Y. HAYAKAWA, J.A. SPUZNAR, J.H. ROOT, *Acta. Met.*, vol. **45** n°6 (1997), pp. 2485-2494
- [RAN 92] : V. RANDLE, "*Microtexture Determination and its Applications*", The institute of materials (1992)
- [RAY 94] : R.K. RAY, J.J. JONAS, R.E. HOOK, *Int. Met. Rev.*, **39** n°4 (1994), pp. 129-172
- [REA 53] : W.T. READ, "*Dislocations in Crystals*", ed. Mc Graw-Hill (1953)
- [REG 97a] : H. REGLE, S. LANTERI, *Rapport IRSID RE 97.31* (1997)
- [REG 97b] : H. REGLE, S. LANTERI, *Rapport IRSID RE 97.01* (1997)
- [REG 98] : H. REGLE, A. MIROUX, S. LANTERI, *Rapport IRSID RE 98-30* (1998)
- [REU 29] : A. REUSS, *Z. Angew. Math. Mech.*, **9** (1929), pp. 49-58

- [RIC 59] : R.L. RICKETT, W.C. LESLIE, *Trans. ASM.*, **51** (1959), pp. 310-334
- [SAC 28] : G. SACHS, *Z. Verein Dtsch Ing*, **72** (1928), p.734
- [SAL 77] : G. SALJE, F. FELLER-KNIEPMEIER, *J. of Appl. Phys.*, **vol. 48 n°5** (1977), pp. 1833-1839
- [SAM 97a] : I. SAMAJDAR, B. VERLINDEN, P. VAN HOUTTE, D. VANDERSCHUEREN, *Mat. Sci. Eng*, **A268** (1997), pp. 343-350
- [SAM 97b] : I. SAMAJDAR, B. VERLINDEN, P. VAN HOUTTE, D. VANDERSCHUEREN, *Scripta Mater.*, **vol. 37 n°6** (1997), pp. 869-874
- [SAM 98] : I. SAMAJDAR, B. VERLINDEN, P. VAN HOUTTE, D. VANDERSCHUEREN, *ISIJ Int.*, **vol. 38 n°7** (1998), pp. 759-765
- [SAN 77] : R. SANDSTRÖM, *Acta. Met.*, **25** (1977), pp. 905-911
- [SAR 97] : G.B. SARMA, B. RADHAKRISHNAN, T. ZACHARIA, *Proc. Rex'96*, éd. par T.R. Mc Nelly, Monterey(1997), pp. 555-562
- [SAT 86] : S. SATOH, T. OBARA, K. TSUNOYAMA, *Trans. ISIJ*, **26** (1986), pp.737-744
- [SAT 92] : S. SATOH, T. KATOH, *ISIJ Int.*, **6** (1992), p. 764-770
- [SCH 31] : E. SCHMID, G. SIEBEL, *Z. Electrochem.*, **37** (1931), p. 447
- [SCH 86a] : U. VON SCHLIEPPENBACH, F. EMREN, K. LÜCKE, *Acta. Met.*, **vol. 34 n°7** (1986), p. 1289-1301
- [SCH 86b] : U.V. SCHLIEPPENBACH, K. LÜCKE, *Proc. of 7th Risø Symp.* (1986), pp. 541-546
- [SCH 91] : N.H. SCHMIDT, J.B. BILDE-SØRENSEN, *Sca. Micr.*, **5** (1991), p. 637
- [SCH 99] : F. SCHOLZ, J. DRIVER, E. WOLDT, *Scripta Mater.*, **vol. 40 n°8** (1999), pp. 949-954
- [SEA 92] : V.F. SEARS, *Neutrons News*, **vol. 3 n°3** (1992), p. 26
- [SEN 90] : T. SENUMA, H. YADA, R. SHIMIZU, J. HARASE, *Acta. Met. Mat.*, **vol. 38 n°12** (1990), pp. 2673-2681
- [SEN 94] : T. SENUMA, K. KAWASAKI, *ISIJ. Int.*, **vol. 34 n°1** (1994), pp. 51-60
- [SMI 70] : C.J.E. SMITH, I.L. DILLAMORE, *Met. Sci. J.*, **4** (1970), pp. 161-167
- [SMI 72] : C.J.E. SMITH, I.L. DILLAMORE, *Met. Sci. J.*, (1972), pp.
- [SPE 65] : G.R. SPEICH, R.A. ORIANI, *Trans. AIME*, **233** (1965), pp. 623-631
- [SPE 66] : G.R. SPEICH, J.A. GULA, R.M. FISCHER, *The Electron Microprobe*, John Wiley & Sons Inc., New York (1966), pp. 525-542
- [STI 37] : G.R. STIBITZ, *Phys. Rev.*, **49** (1937), p. 862
- [STU 69] : W.F. STUMPS, C.M. SELLARS, *The Mechanism of Phase Transformation in Crystalline Solids*, Institute of Metals, London (1969), p. 120
- [SUB 94] : S.V. SUBRAMANIAN, M. PRYKRIYL, B.D. GAULIN, D.D. CLIFFORD, S.BENINCASA, *ISIJ Int.*, **vol. 34 n°1** (1994), pp. 61-69
- [TAK 94] : H. TAKECHI, *Proc. of Int. Forum Physical Metallurgy of IF Steels* (Tokyo, 1994), p. 1

- [TAK 96] : A. TAKAHASHI, M. IINO, *ISIJ Int.*, vol. 36 n°2 (1996), pp. 241-245
- [TAY 38] : G.I. TAYLOR, *May Lecture to the Institute of Metals*, 18 (1938), pp. 307-324
- [TIT 94] : G. TITHER, C.I. GARCIA, M. HUA, A.J. de ARDO, *Proc. of Int. Forum Physical Metallurgy of IF Steels* (Tokyo, 1994), pp. 293-322
- [TOT 90] : L.S. TOTH, J.J. JONAS, D. DANIEL, R.K. RAY, *Met. Trans. A*, 21 (1990), pp. 2985
- [TSU 98] : I. TSUKATANI, *ISIJ Int.*, vol. 38 n°6 (1998), pp. 625-632
- [URA 94] : T. URABE, J.J. JONAS, *Proc. of International Forum on Interstitial Free Steels* (1994)
- [VAN 94] : D. VANDERSCHUEREN, *Proc. of IF-IFS Symp.*, (1994), pp. 145-148
- [VAN 96a] : D. VANDERSCHUEREN, N. YOSHINAGA, K. KOYAMA, *ISIJ Int.* 36 n°8 (1996), pp. 1046-1054
- [VAN 96b] : D. VANDERSCHUEREN, I. BULTINCK, N. de ROORE, *Proc. of ICOTOM 11* (1996)
- [VER 96] : M. VERDIER, *Thèse INPG* (1996)
- [VIS 75] : R. VISWANATHAN, C.L. BAUER, *Acta. Met.*, 23 (1975), p. 831
- [VOI 89] : W. VOIGT, *Wie Ann.*, 38 (1889), pp. 573-587
- [WAC 67] : P. WACQUEZ, R. VAN DAEHLE, *Sheet Metal Ind.*, vol. 44 n°477 (1967), p.21
- [WAD 83] : H. WADA, Y. HOUBAERT, J. PENNING, J. DILEWIJNS, *ATB Met.*, vol. 23 n°3 (1983), pp. 1-31
- [WAD 85] : H. WADA, Y. HOUBAERT, J. PENNING, J. DILEWIJNS, *Steel Research.*, vol. 56 n°7 (1985), pp. 397-403
- [WAL 98] : E.F. WALKER, R.C. HUDD, *Proc. of International Symposium on Modern LC and ULC Sheet Steels for Cold Forming : Processing and Properties* (Aachen, 1998), pp. 211-224
- [WAR 50] : B.E. WARREN, B.L. AVERBACH, *J. Appl. Phys.*, 21 (1950), p. 595
- [WIL 69] : M. WILKENS, *Acta. Met.*, 17 (1969), p. 1155
- [WIL 76] : D.J. WILLIS, M. HARTHERLY, *Texture and the Properties of Materials*, Metal Soc. (1976), p. 255
- [WIL 78] : D.J. WILLIS, M. HATHERLY, *ICOTOM 5*, eds. Gottstein and Lücke, Springer Verlag, (1978), p. 465
- [WIL 91] : D.O. WILSHYNSKY, G. KRAUSS, D.K. MATLOCK, *Proc. of Interstitial-Free Sheet Steels : Processing, Fabrication and Properties*, ed. L.E. Collins and D.L. Baragar, (CIM Ottawa, Ontario, 1991), pp. 69-79
- [WIL 96] : D.O. WILSHYNSKY-DRESLER, D.K. MATLOCK, G. KRAUSS, *Proc. of the 37th Mechanical Working and Steel Processing (MWSP) Conf.* (ISS, 1996), pp. 927-940
- [WRI 60] : H.A. WRIEDT, L.S. DARKEN, *Trans. AIME*, 218 (1960), pp. 30-36
- [YAM 85] : M. YAMADA, T. OKUNADA, *Trans. ISIJ*, 25 (1985), p. B272
- [YAM 95] : T. YAMADA, M. ODA, O. AKISUE, *ISIJ Int.*, vol. 35 n°11 (1995), p. 1422

[YOS 99] : N. YOSHINAGA, L. KESTENS, D. VANDERSCHUEREN, K. de BLAUWE, B.C de COOMAN, *Proc. of Rex'99*, ed. T. Sakai & H.G Suzuki (The Japon Institute of Metals, 1999), pp. 393-398

[YOU 72] : A. YOULE, B. RALPH, *Met. Sci. J.*, **6** (1972), pp. 149-152

ANNEXE A1 : DIFFUSION DE NEUTRONS AUX PETITS ANGLES

1. Dispositif expérimental :

Dans ce paragraphe, nous décrivons succinctement le dispositif installé au laboratoire Léon Brillouin sur le site du centre d'études du CEA à Saclay.

Les neutrons sont produits dans le réacteur nucléaire Orphée, par fission d'uranium 235 ; à leur sortie, ils ont une longueur d'onde variant entre 0.2 et 2 nm avec une distribution maxwellienne. Ils sont alors acheminés hors du réacteur par un guide d'ondes ; seuls les neutrons ayant un angle d'incidence avec la paroi inférieur à l'angle critique de réflexion totale sont propagés.

La sélection de la longueur d'onde s'effectue grâce à un sélecteur mécanique constitué d'un cylindre de matériau absorbant les neutrons dans lesquelles des fentes hélicoïdales ont été usinées et auquel on impose une vitesse de rotation ω . Seuls les neutrons ayant la bonne longueur d'onde traversent le cylindre en suivant les fentes. En sortie du sélecteur, la dispersion de la longueur d'onde des neutrons varie entre 5 et 20%. Enfin, afin d'assurer une bonne collimation du faisceau, celui-ci traverse un certain nombre de diaphragmes. L'échantillon, placé dans un porte-échantillon en cadmium est positionné après le collimateur.

Après diffusion, les neutrons pénètrent dans une enceinte tubulaire sous vide à l'extrémité de laquelle se trouve le détecteur bi-dimensionnel. Il contient un gaz (BF_3) ayant une forte section efficace de capture des neutrons lents.

2. Eléments théoriques relatifs à la DNPA :

2.1. Equations générales :

Lors d'une expérience de diffusion de neutrons aux petits angles, un faisceau incident I_0 de neutrons est diffusée de façon inélastique par un échantillon et on mesure l'intensité I_d captée par le détecteur en fonction de l'angle de diffusion (cf. figure A1.1).

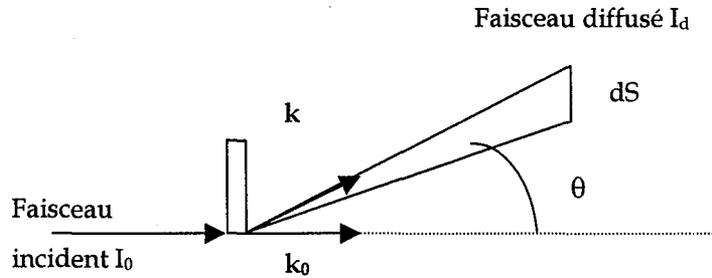


Figure A1.1 : Schéma de principe de la diffusion aux petits angles.

Pour l'analyse des résultats, il faut se ramener à la section efficace différentielle de diffusion du matériau calculée de la manière suivante :

$$\frac{1}{r^2} \frac{d\Sigma}{d\Omega} = \frac{I_d}{I_0} \quad (\text{Eq. A1.1})$$

où I_0 et I_d sont les intensités des neutrons incidents et diffusés.

La section efficace différentielle de diffusion peut également s'écrire comme le carré du module de l'amplitude diffusée par tous les diffuseurs individuels, c'est à dire tous les atomes i qui constituent l'échantillon. Ainsi $A(\vec{q})$ vaut :

$$A(\vec{q}) = \sum_i b_i \cdot \exp(-\vec{q} \cdot \vec{R}_i) \quad (\text{Eq. A1.2})$$

où \vec{R}_i désigne la position de l'atome i et b_i est sa longueur de diffusion. Dans le cas le plus général, b_i est en fait la contribution de deux types d'interactions différents :

- *Une contribution magnétique* : les neutrons possèdent un moment magnétique ; ils sont donc susceptibles d'interagir avec les atomes possédant également un moment magnétique. Le potentiel dipôle-dipôle créé entraîne une diffusion caractérisée par une longueur de diffusion magnétique b^m : elle s'exprime par la loi :

$$b_m = \frac{\gamma \cdot e^2}{2m_0 c^2} f(\vec{q}) \cdot \mu_{\perp} \quad (\text{Eq. A1.3})$$

où :

- $r_0 = \frac{\gamma e^2}{2m_0 c^2} = 2,82 \cdot 10^{-13}$ cm est le rayon classique de l'électron,
- $\gamma = -1,913$ est le moment magnétique du neutron exprimé en magnéton nucléaire
- μ la projection du moment magnétique atomique projeté sur le plan perpendiculaire à q , exprimé en magnétons de Bohr. Dans le cas du fer, $\mu = 2,22 \mu_B$.
- $f(q)$ est le facteur de forme magnétique de l'atome ; c'est une fonction décroissante de q . Néanmoins dans le domaine des petits angles ($q < 1 \text{ nm}^{-1}$), on peut le supposer constant et égal à sa valeur en $q = 0$: $f(q) \approx f(0) \approx 1$.

On obtient ainsi : $b_m = 0,27\mu_{\perp} \cdot 10^{-12}$ cm. Dans le cas du fer, les valeurs de diffusion magnétiques sont de l'ordre de $0,598 \cdot 10^{-12}$ cm.

- *Une contribution d'origine nucléaire* : elle rend compte de l'interaction des neutrons avec le noyau (Cette interaction n'existe pas dans le cas des RX qui interfèrent qu'avec le cortège électronique). b^n varie pour les différents isotopes d'un même élément ; pour l'analyse des résultats, nous avons utilisé les valeurs déterminées expérimentalement par Sears [SEA 92].

Dans le cas où il y a cohérence entre les rayonnements d'origine magnétique et nucléaire, les amplitudes diffusées s'ajoutent ; c'est le cas lorsque les neutrons sont polarisés (c'est à dire que tous leurs moments magnétiques sont parallèles). En général, ce n'est pas le cas et il n'y a alors plus de différence de phase définie entre les deux rayonnements. La section efficace différentielle de diffusion est obtenue en sommant les intensités diffusées :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = |A_m(\vec{q})|^2 + |A_n(\vec{q})|^2 \quad (\text{Eq. A1.4})$$

Si l'on considère un système homogène ayant une distribution de particules diffusantes réparties aléatoirement dans tout le volume, la section efficace de diffusion pourra s'exprimer par la relation :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \left| \int \Delta\rho(\vec{r}) \cdot \exp(i\vec{q} \cdot \vec{R}) \cdot d\vec{r} \right|^2 \quad (\text{Eq. A1.5})$$

Pour obtenir cette relation, nous avons éliminé du signal global diffusé toutes les contributions "parasites" (liées à la présence d'isotopes ou à la nature chimique même du matériau) par soustraction du signal d'un échantillon témoin.

Le terme $\Delta\rho(\vec{r})$ est le contraste de diffusion nucléaire, lié à l'interaction à courte distance entre les neutrons et le noyau atomique des atomes; il est indépendant de l'angle de diffusion. Il est défini par :

$$\Delta\rho = \frac{b^p}{v_{at}^p} - \frac{b^m}{v_{at}^m} \quad (\text{Eq. A1.6})$$

b^p et v^p (respectivement b^m et v^m) désignent la longueur de diffusion moyenne et le volume atomique moyen de l'objet diffusant (respectivement de la matrice). Dans notre étude, les objets diffusants sont des précipités au cuivre.

2.2. Cas d'un matériau à deux phases :

Les aciers étudiés contiennent de faibles teneurs en cuivre ; la longueur de diffusion nucléaire moyenne est sensiblement égale à celle du fer, ainsi que la densité de longueur de diffusion. Aussi, la contribution de la matrice aux petits angles sera quasiment nulle et le signal enregistré sera dû uniquement aux précipités.

Si l'on a N_p précipités par unité de volume et de volume V_p , la section efficace différentielle de diffusion s'écrit :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \left| \sum_{p=1}^{N_p} \int_{V_p} \Delta\rho(\vec{r}) \cdot \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r}) \cdot d\vec{r} \right|^2 \quad (\text{Eq. A1.7})$$

$\Delta\rho(\vec{r}) = \rho_p(\vec{r}) - \rho_M$ est la différence de densité de longueur de diffusion entre la matrice et le précipité.

D'autre part, dans l'hypothèse d'un "système dilué", c'est à dire où les précipités sont suffisamment éloignés les uns des autres pour ne pas interférer et répartis de façon aléatoire dans la matrice, on peut séparer les sections efficaces différentielles de chaque précipité ; il vient alors :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \sum_1^{N_p} \left| \int \Delta\rho(\vec{r}) \cdot \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r}) \cdot d\vec{r} \right|^2 \quad (\text{Eq. A1.8})$$

Enfin, dans l'hypothèse où les précipités sont tous identiques, de volume V_p , de composition chimique et de morphologie identique, l'équation 9 se simplifie :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = N_p \cdot V_p^2 \cdot (\Delta\rho)^2 \cdot |F_p(\vec{q})|^2 \quad (\text{Eq. A1.9})$$

La fonction $F_p(q)$ est le facteur de forme du précipité et vaut :

$$F_p(\vec{q}) = \frac{1}{V_p} \int_{V_p} \exp(i\vec{q} \cdot \vec{R}) \cdot d\vec{r} \quad (\text{Eq. A1.10})$$

Dans le cas de particules sphériques homogènes, il s'exprime par la relation :

$$F_p(q, R) = 3 \cdot \frac{\sin(qR) - qR \cos(qR)}{(qR)^3} \quad (\text{Eq. A1.11})$$

Le nombre de précipités par unité de volume, N_p , pourra être déterminé sous condition de connaître le volume moyen des précipités (V_p) et le contraste $(\Delta\rho)^2$, donc la composition chimique des précipités.

ANNEXE A2 : INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE BOBINAGE

L'étude portant sur la gamme bobinée à 730°C a montré que le paramètre prédominant dans la formation de la texture de recristallisation est l'état de précipitation du cuivre, la précipitation ayant lieu au cours du bobinage. Nous avons donc fait varier la température de bobinage de manière à modifier la distribution des précipités ; nous présentons ci-dessous les résultats obtenus dans le cas où le bobinage a eu lieu à basse température, c'est à dire à 600°C (nous qualifierons cette nuance de « bobinage froid »). Nous avons réalisé les mêmes études que pour la gamme "bobinée chaud" : après avoir caractérisé l'état du matériau après laminage à chaud, nous nous sommes intéressés à l'influence de l'addition de cuivre sur la recristallisation en termes de cinétique et de texture.

1. Etat laminé à chaud :

Après réchauffage à 1250°C pendant une heure, les lopins ont été laminés à chaud en phase austénitique ; le bobinage a été simulé en four à 600°C avec une vitesse de refroidissement de 30°C.h⁻¹. La seule différence dans le processus de mise en forme par rapport à la précédente étude est la température initiale du four (qui est de 730°C pour la gamme bobinée chaud). La figure A2.1 présente les variations de dureté Vickers des tôles à chaud en fonction de la teneur en cuivre et de la température de bobinage.

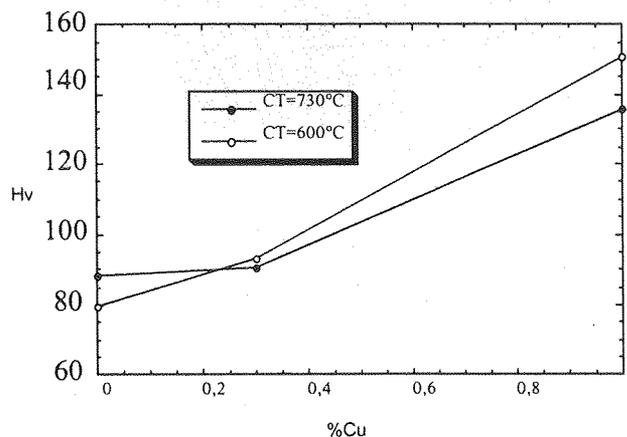


Figure A2.1 : Dureté Vickers des tôles à chaud en fonction de la teneur en cuivre et de la température de bobinage.

Dans les deux conditions de refroidissement, les variations de la dureté avec la teneur en cuivre sont similaires : elle augmente avec la teneur en cuivre et ce, de façon non linéaire. La température de début de refroidissement influe sur la valeur de la dureté. Pour la nuance sans cuivre, la dureté est plus élevée lorsque la température de bobinage augmente, dans le cas de la nuance à 0,3%, la dureté est la même pour les deux températures étudiées. Enfin, pour la nuance à 1% de cuivre, on observe la tendance inverse : la dureté est d'autant plus élevée que la température de "bobinage" diminue.

Ces variations peuvent être reliées à l'état de précipitation.

- Etude de la précipitation de l'acier IF-Ti à 1% de cuivre :

L'état de précipitation de l'acier IF-Ti a été caractérisé par MET et DNPA. Les observations réalisées en MET ont révélé que, dans cette condition de refroidissement, le cuivre a précipité et a formé une unique population de précipités. Comme le montre la figure A2.2, ceux-ci sont très petits (de taille inférieure à 10 nm) ; contrairement à la nuance refroidie à partir de 730°C, aucun précipité de rayon de l'ordre de 10 nm n'est visible.

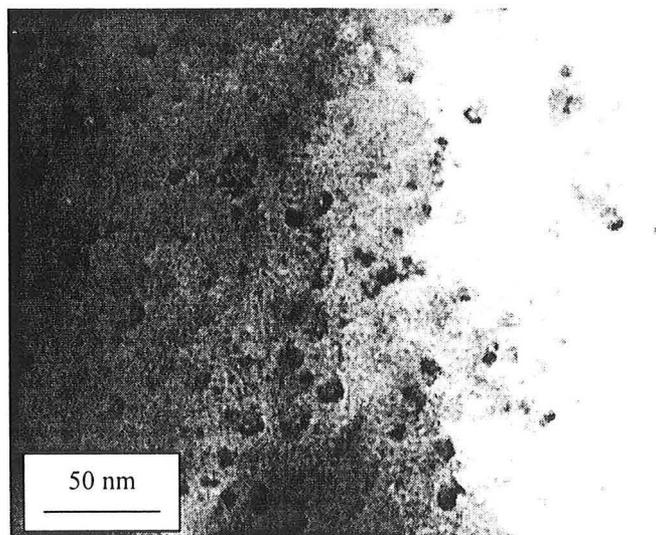


Figure A2.2 : Précipités de cuivre observés sur l'acier IF-Ti à 1% de cuivre après laminage à chaud et refroidissement en four à 600°C (Micrographie MET sur lames minces).

L'analyse en DNPA de cet échantillon a confirmé ces observations : une unique population de précipités est détectée. La figure A2.3 présente la distribution de taille de cette dernière ; à titre de comparaison, nous avons également représenté la distribution de taille des petits précipités mesurée à l'état initial de l'acier à 1% de cuivre refroidi à partir de 730°C.

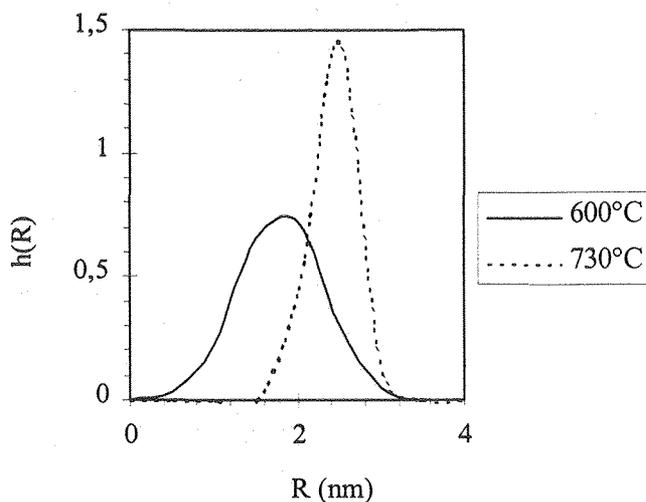


Figure A2.3 : Distribution des rayons des précipités de l'acier à 1% de cuivre en fonction de la température de début de refroidissement.

Le rayon moyen calculé des précipités est de 1,8 nm. La constante d'ajustement est $C_{600^{\circ}\text{C}} = 0,004 \text{ cm}^{-1} \cdot \text{nm}^{-3}$; en considérant que les précipités sont composés de 50% de cuivre et 50% de fer, la fraction volumique correspondante est de 0,6%. Par rapport à la nuance refroidie à plus haute température, la taille moyenne des précipités est plus faible et l'histogramme plus large. La fraction volumique de précipités est également plus faible : elle est de 0,6% après un refroidissement à partir de 600°C, contre 0,7% pour les petits précipités après un refroidissement à partir de 730°C.

Les précipités étant plus fins après un refroidissement à plus basse température, ils sont plus durcissants. Donc la dureté est plus élevée.

2. Cinétique de recristallisation :

Nous nous sommes intéressés à la cinétique de recristallisation dans le cas d'un recuit continu : les échantillons ont été chauffés à $10^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ et trempés à différentes températures afin de pouvoir suivre l'évolution de la fraction recristallisée par le biais de la dureté. La figure A2.3 résume les variations de dureté au cours du chauffage pour les trois nuances étudiées.

On observe une chute de dureté lorsque la température augmente qui est attribuée à la recristallisation. Sans cuivre, la recristallisation a lieu entre 710°C et 770°C. Lorsque la teneur en cuivre augmente, on observe les mêmes effets que dans le cas de la gamme bobinée chaud : le cuivre décale les cinétiques de recristallisation vers les plus hautes températures. Les domaines de recristallisation sont les suivants :

- entre 720°C et 780°C pour l'acier à 0.3% de cuivre,
- entre 740°C et 810°C pour l'acier à 1% de cuivre.

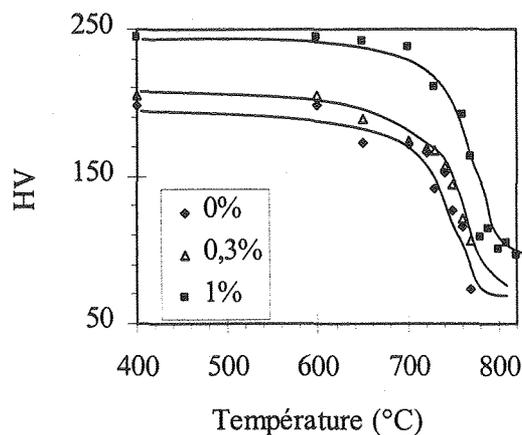


Figure A2.4 : Cinétique d'évolution de la dureté au cours du chauffage en recuit continu (Température de simulation de bobinage : 600°C).

Dans le cas d'un bobinage simulé à 730°C, les domaines de recristallisation en fonction de la teneur en cuivre étaient les suivants :

% Cu	0	0,3	1
ΔT (°C)	710 - 770	720 - 770	770 - 820

Tableau A2.1 : Domaine de recristallisation de la gamme bobinée à 730°C, au cours du recuit continu.

Le tableau montre que la cinétique des aciers faiblement alliés en cuivre (0 et 0,3% de cuivre) n'est pas modifiée par la variation de température de bobinage ; par contre, dans le cas de la nuance riche en cuivre, le décalage de cinétique est moins marqué lorsque le bobinage a lieu à plus basse température : il est de l'ordre de 30°C au lieu de plus de 50°C précédemment. Donc en recuit continu, une diminution de la température de bobinage permet de diminuer les effets du cuivre sur la cinétique de recristallisation.

3. Textures :

Dans ce paragraphe, nous présentons tout d'abord l'influence du cuivre sur la texture de laminage à froid. L'étude des cinétiques a montré que l'addition de cuivre décale la germination vers les plus hautes températures, décalage qui diminue avec la température de bobinage. Nous examinerons donc comment cela se répercute sur la formation des textures au cours de la recristallisation dans le cas d'un recuit continu et d'un recuit base (tels qu'ils ont été définis au chapitre II).

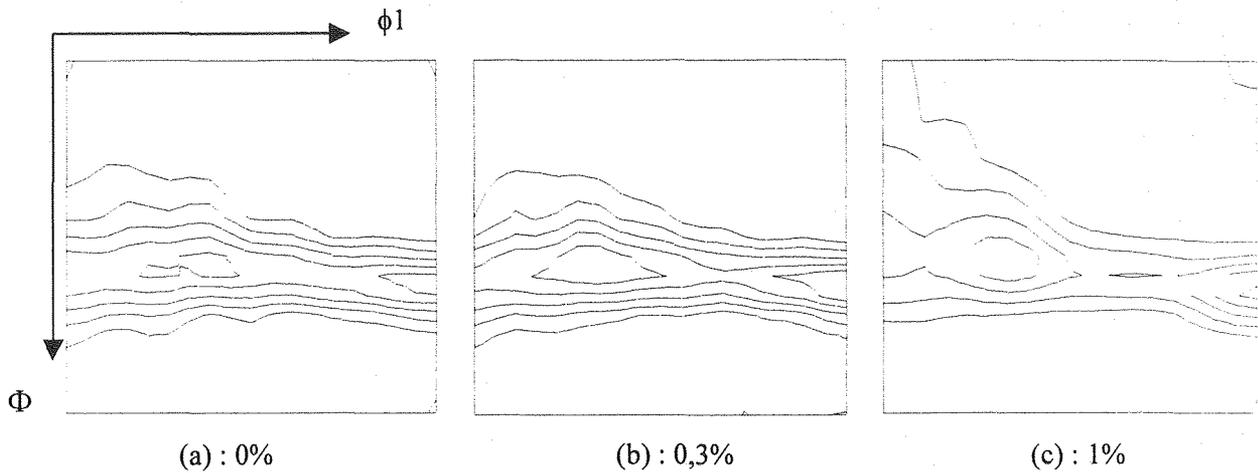


Figure A2.6 : Texture après recuit continu en fonction de la teneur en cuivre (FDO en coupe à $\phi_2=45^\circ$). Niveaux : 2 - 4 - 6 - 8 - 10

Pour la nuance à 1%, on note une forte dégradation de la texture ; en effet, elle est composée d'une fibre γ qui présente des maxima intenses en $\{111\}\langle 112\rangle$, et également d'une fibre α résiduelle : celle-ci est très diffuse avec des composantes qui s'étendent de $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\{111\}\langle 110\rangle$. Ces orientations sont issues de la texture de laminage à froid ; elles n'ont pas été éliminées par le recuit malgré une recristallisation complète du matériau.

Là encore, les effets du cuivre sont comparables à ceux observés sur la gamme bobinée chaud mais, sur la nuance à 1%, ils sont plus marqués malgré un décalage de cinétiques de recristallisation moins important.

3.3. Après recuit base :

Le recuit base est un chauffage à $10^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$, suivi d'un maintien de 10 heures à 700°C et d'une trempe au gaz.

La figure A2.7 montre que pour les nuances à bas taux de cuivre, la texture est constituée d'une fibre γ intense dont les maxima sont en $111\langle 112\rangle$; par rapport au recuit continu, l'intensité de la fibre est plus élevée. Ces résultats concordent avec ceux obtenus sur la gamme bobinée à 730°C et ceux cités dans la littérature : en recuit base, la texture est plus intense du fait de la phase de croissance qui a lieu après la recristallisation primaire [REG 98].

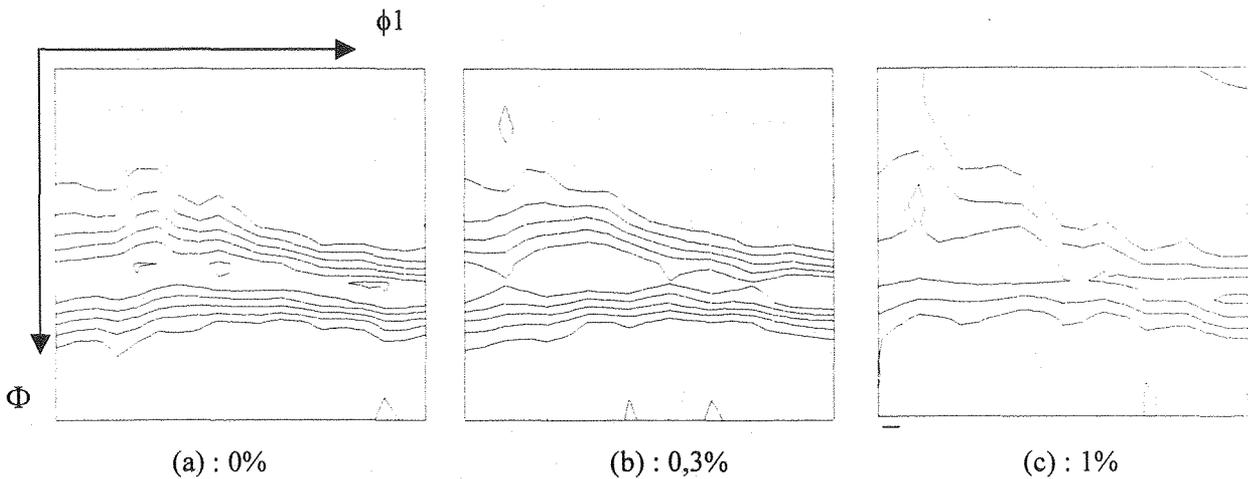


Figure A2.7 : Texture après recuit base en fonction de la teneur en cuivre obtenue sur la gamme bobiné à 600°C (FDO en coupe à $\phi_2=45^\circ$). Niveaux : 2 – 4 – 6 – 8 – 10 – 12.

Pour la teneur en cuivre de 1%, la texture est très différente : elle est peu intense et on conserve une fibre α résiduelle importante dont les orientations s'étalent de $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\{111\}\langle 110\rangle$; la fibre γ est relativement homogène. Cependant, dans ce cas, les observations en MEB (cf. figure A2.8) ont montré que la recristallisation n'était pas complète en fin de recuit contrairement à la nuance bobinée à 730°C ; donc, à traitement thermique équivalent, la nuance bobinée froid recristallise moins que lorsque le bobinage a lieu à plus haute température.

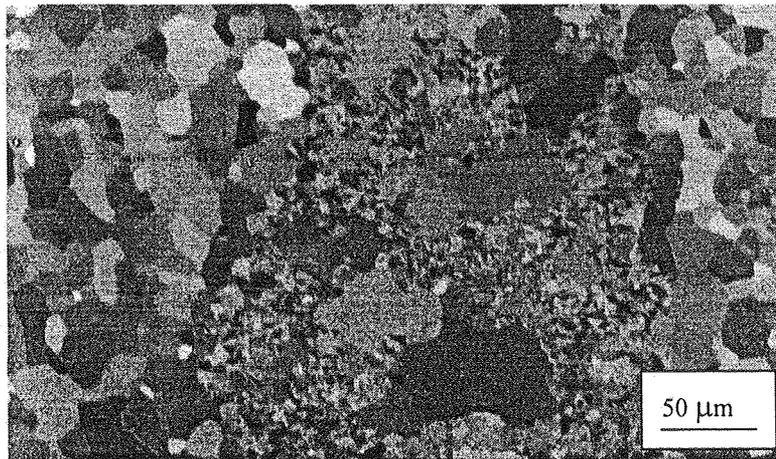


Figure A2.8 : Microstructure de l'acier IF à 1% de cuivre après recuit base (Température de bobinage : 600°C) observée en contraste cristallographique (MEB)

4. Discussion :

Lorsque la température de bobinage diminue, le décalage des cinétiques de recristallisation en recuit continu diminue également et, en parallèle, la texture de recristallisation présente une fibre α plus diffuse et une fibre γ plus homogène. Ces effets sont attribués à la présence de précipités au cuivre, apparus au cours du "bobinage".

4.1. Cinétique de recristallisation :

Lorsque la précipitation a lieu à plus basse température, le rayon critique de germination est plus faible, donc le nombre de germes augmente mais ils sont plus petits. Lors du recuit ultérieur, ces précipités sont susceptibles de se redissoudre notamment au cours du chauffage. Or nous avons vu que cette dissolution est d'autant plus rapide que le rayon initial est faible. Ainsi, en abaissant la "température de bobinage", on diminue la taille moyenne des précipités, et leur température de remise en solution diminue également.

D'autre part, l'étude sur la gamme bobinée chaud a montré que ces petits précipités contrôlent également le début de la recristallisation. Ils agissent par ancrage des joints et sous-joints de grains, diminuant leur vitesse : cela a pour effet de retarder la recristallisation. Cette dernière démarre lorsque la fraction volumique de petits précipités a fortement diminué.

En recuit continu, dans le cas du bobinage froid, nous avons observé un décalage de cinétiques plus faible ; ces observations concordent donc avec les résultats obtenus sur la première gamme : les petits précipités de plus faible taille se remettent en solution à plus basse température, ce qui permet à la recristallisation de démarrer également à plus basse température.

En recuit base, les observations en MEB ont montré qu'à traitement thermique équivalent, la recristallisation est complète dans le cas de l'acier à 1% de cuivre bobiné à haute température et qu'elle n'est que partielle en ce qui concerne l'acier à 1% de cuivre bobiné à 600°C. En outre, nous avons établi, sur la gamme bobinée chaud, que les précipités de cuivre coalescent au cours du chauffage et se redissolvent partiellement ; la recristallisation démarre lorsque on n'a plus qu'une seule population de précipités de rayon moyen voisin de 10 nm. Lorsque la température de bobinage diminue, les précipités sont plus petits ; donc la cinétique de coalescence des précipités va être décalée par rapport à la gamme bobinée à 730°C : il faudra atteindre une température plus élevée après bobinage froid par rapport au bobinage chaud pour avoir une même taille de précipités. Donc les forces de freinage exercées par ces derniers seront plus grandes dans le cas du bobinage froid et seront "actives" sur un domaine de température plus larges. Par conséquent, on observe des effets plus importants sur la recristallisation, ce qui se traduit par un décalage des cinétiques plus important en recuit base lorsque l'on compare les deux gammes.

4.2. Textures :

Le cycle de recuit base utilisé n'ayant pas permis la recristallisation complète de l'échantillon, nous ne discuterons pas la texture obtenue : en effet, elle représente la contribution des grains recristallisés et des zones déformées n'ayant pas eu le temps de recristalliser. Aussi, nous nous limiterons à la texture obtenue en fin de recuit continu.

Bien que le début de la recristallisation ne soit décalé que de 30°C par rapport à l'acier IF sans cuivre, la conséquence sur les textures est bien plus marquée que dans le cas de la gamme bobinée chaud : les orientations appartenant à la fibre α ont des niveaux d'intensité élevée ; la fibre γ est homogène et ne présente plus de maximum localisé en $\{111\}\langle 112 \rangle$ tel qu'il existait sur la texture de la gamme bobinée chaud.

En l'absence de cuivre, les désorientations intragranulaires sont plus grandes et les cellules plus petites dans les grains d'orientation $\{111\}$ (cf. chapitre I), ce qui confère aux sous-grains présents un avantage de croissance par rapport à ceux situés dans des grains d'orientation différente. Ils acquièrent cette configuration au cours du laminage et au début du traitement thermique. Dans les aciers au cuivre, la présence de précipités va gêner le mouvement des joints et des sous-joints, effet qui sera d'autant plus marqué que les précipités seront petits et la fraction volumique élevée. Donc lorsqu'on diminue la température de bobinage (donc la taille moyenne des précipités), les forces de freinage augmentent et les précipités ralentissent les rotations intragranulaires et la formation des cellules : cela conduit à des désorientations plus faibles entre cellules. Aussi, en présence de cuivre, les grains appartenant à la fibre γ voient leur avantage de croissance diminuer du fait d'une baisse des désorientations intragranulaires. Cela est d'autant plus marqué que la taille des précipités est faible. Par conséquent, lorsque la recristallisation démarre, c'est à dire lorsque les petits précipités se sont partiellement remis en solution, les grains $\{111\}$ sont moins favorisés que dans l'acier IF-Ti sans cuivre si bien que la germination est activée dans de nombreuses orientations. Cela conduit à une texture finale moins concentrée le long de la fibre γ et présentant une fibre α d'autant plus intense que les précipités de cuivre sont petits, i.e. que la température de bobinage est basse.

ANNEXE A3 : DESCRIPTION DE LA PRÉCIPITATION

Les théories classiques font apparaître trois étapes lors de la précipitation : la germination, la croissance et la coalescence ; elles peuvent être distinctes ou simultanées. Dans cette partie, nous décrivons successivement ces trois étapes.

1. Germination :

La germination correspond à la formation d'un amas stable de n atomes au sein d'une phase mère ; la stabilité de l'amas est directement fonction de sa taille. Dans le modèle capillaire ou "de la goutte", les germes sont assimilés à des sphères caractérisées par leur taille et leur composition chimique ; cela implique que l'énergie d'interface entre le germe et la matrice dans laquelle il se forme est isotrope.

1.1. Variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe :

Dans les conditions définies ci-dessus, la variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe contenant n atomes est donnée par la relation :

$$\Delta G(n) = nV_p (\Delta g_{ch} + \Delta g_{él}) + A\sigma \quad (\text{Eq. A3.1})$$

où :

- V_p est le volume atomique du précipité
- Δg_{ch} l'énergie chimique de démixtion
- $\Delta g_{él}$ l'énergie élastique due aux contraintes créées par la déformation autour du précipité
- A est la surface du précipité
- et σ est l'énergie d'interface entre le germe et la matrice.

Dans le cas d'un précipité sphérique, le rayon et la surface du précipité A s'expriment en fonction du nombre d'atomes du précipité et de son volume atomique :

$$R = \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi} nV_p} \quad (\text{Eq. A3.2})$$

d'où

$$A = (36\pi)^{1/3} n^{2/3} V_p^{2/3} \quad (\text{Eq. A3.3})$$

La variation d'énergie libre associée à la formation d'un amas sphérique de n atomes s'écrit :

$$\Delta G(n) = nV_p (\Delta g_{ch} + \Delta g_{él}) + (36\pi)^{1/3} V_p^{1/3} n^{2/3} \sigma \quad (\text{Eq. A3.4})$$

La variation d'énergie chimique (ΔG_{ch}) liée à la formation du germe dérive de l'énergie de démixtion d'un système binaire :

$$\Delta G_{ch} = \frac{kT}{V_p} \left[c_p \ln \left(\frac{c_0}{c_\alpha} \right) + (1 - c_p) \ln \left(\frac{1 - c_0}{1 - c_\alpha} \right) \right] \quad (\text{Eq. A3.5})$$

où :

- k est la constante de Boltzman
- T, la température
- c_p , la concentration d'équilibre en cuivre dans le précipité
- c_0 , la concentration nominale
- c_α , la solubilité du cuivre dans la ferrite à la température considérée.

Lorsque le précipité est composé uniquement de cuivre ($c_p \approx 1$), alors l'équation A3.5 peut se simplifier sous la forme suivante :

$$\Delta g_{ch} = \frac{kT}{V_p} \ln \left(\frac{c_0}{c_\alpha} \right) \quad (\text{Eq. A3.6})$$

Le terme d'énergie libre élastique (ΔG_{el}) est lié aux contraintes de cohérence entre le précipité et la matrice. Dans le cas d'un précipité cohérent, il peut être donné par la relation :

$$\Delta G_{el} = 2\mu \frac{1 + \nu}{1 - \nu} \delta^2 \quad (\text{Eq. A3.7})$$

où μ est le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, et δ l'écart paramétrique entre le précipité et la matrice.

L'énergie d'interface σ peut être approchée en réalisant un bilan de paires hétéroatomiques A-B existant à l'interface particule matrice [BEC 38]. Dans l'hypothèse où chaque site occupe une aire égale à a^2 (a étant le paramètre de maille), σ peut être approchée par la formule :

$$\sigma = \varepsilon \frac{(c_p - c_\alpha)^2}{a^2} \quad (\text{Eq. A3.8})$$

où ε désigne l'énergie de paire définie par :

$$\varepsilon = \frac{kT}{z} \frac{\ln \left(\frac{c_\alpha}{1 - c_\alpha} \right)}{2c_\alpha - 1} \quad (\text{Eq. A3.9})$$

z est la coordinence des atomes.

La taille critique de l'amas, caractérisée par un nombre d'atomes critique n^* vérifie la relation :

$$\frac{\delta \Delta G(n)}{\delta n} = 0 \quad (\text{Eq. A3.10})$$

ce qui conduit à l'expression suivante :

$$n^* = \frac{32\pi}{3} \frac{1}{V_p} \left(\frac{\sigma}{\Delta G_{ch} + \Delta G_{el}} \right)^3 \quad (\text{Eq. A3.11})$$

Le rayon critique de l'amas est donc donné par :

$$r^* = \frac{-2\sigma}{\Delta G_{ch} + \Delta G_{el}} \quad (\text{Eq. A3.12})$$

et la variation d'énergie libre associée est :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\sigma^3}{(\Delta G_{ch} + \Delta G_{el})^2} \quad (\text{Eq. A3.13})$$

1.2. Taux de germination :

Le taux de germination est défini par le nombre de germes apparaissant par unité de temps et ayant la taille critique ; il est donné par la relation de Zeldovich [AAR 75]:

$$J^* = Z\beta(n^*)N \exp\left(\frac{-\Delta G^*}{kT}\right) \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (\text{Eq. A3.14})$$

où :

- Z est le facteur de Zeldovich défini par :

$$Z = \sqrt{-\frac{1}{2\pi kT} \frac{\partial^2 G(n)}{\partial n^2}} \Bigg|_{n=n^*} = \frac{1}{n^*} \sqrt{\frac{\Delta G^*}{3\pi kT}} \quad (\text{Eq. A3.15})$$

- $\beta(n)$ est la fréquence d'absorption des atomes par l'amas
- k, la constante de Boltzman
- T, la température
- t, le temps
- τ , le temps d'incubation.

Selon Feder et al [FED 66], $1/Z$ représente la barrière de potentiel $\Delta G(n)$ à une distance kT de son maximum $\Delta G^*(n)$ (cf. figure A3.1) : à l'intérieur de ce domaine, le germe peut se redissoudre. La barrière de potentiel définit la taille que doit avoir l'amas pour que, ayant atteint la taille critique, il puisse croître.

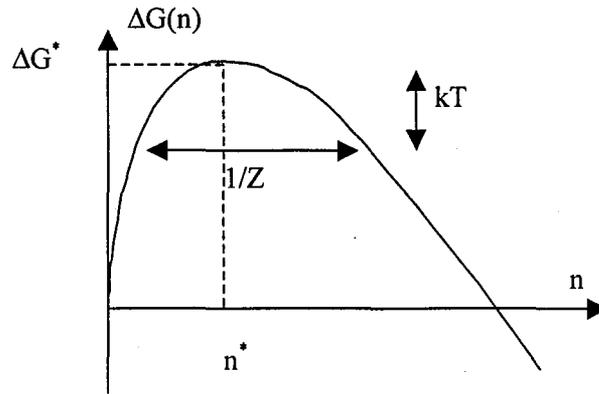


Figure A3.1 : Energie libre de formation des germes en fonction du nombre d'atomes n .

Cette condition est obtenue lorsque $n - n^* = \frac{1}{2Z}$. Le temps nécessaire pour que le germe s'accroisse de $1/2Z$ vaut [AAR 75] :

$$\tau = \frac{1}{2Z^2\beta(n^*)} \quad (\text{Eq. A3.16})$$

C'est une approximation du temps d'incubation. Ce temps peut devenir très grand lorsque la sursaturation est faible (ce qui équivaut à un β faible).

La fréquence d'absorption $\beta(n)$ dépend du processus qui contrôle la capture de l'atome par l'amas :

- si elle est régie par la diffusion du soluté à longue distance, alors : $\beta(n^*) = \frac{2\pi r^* D c_\alpha}{V_p}$
- si la capture de l'atome dépend de la fréquence de saut Γ de l'atome vers l'amas, alors : $\beta(n^*) = 4\pi(r^*)^2 \Gamma c_\alpha^2 a$ où a désigne le paramètre du réseau.

2. Croissance ou dissolution [PHI 87]:

Les équations relatives à la dissolution d'un précipité sont comparables à celles utilisées pour modéliser sa croissance. Seules les conditions initiales varient : à l'instant initial ($t=0$), le rayon du précipité n'est pas nul. Le régime (croissance ou dissolution) dépend du gradient de concentration à l'interface (cf. figure A3.2) : si la concentration y est plus élevée que dans la matrice, le précipité se dissout et réciproquement, il croît si la concentration à l'interface est plus faible que dans la matrice.

Considérons le cas d'un précipité sphérique de rayon R_0 et de concentration c_p , "immergé" dans une solution solide sursaturée homogène et infiniment grande de composition moyenne c_0 . On suppose que la diffusion est le processus le plus lent si bien qu'elle contrôle la croissance (ou la dissolution selon le cas). Il s'établit autour de la particule un gradient de concentration, schématisé en figure A3.2.

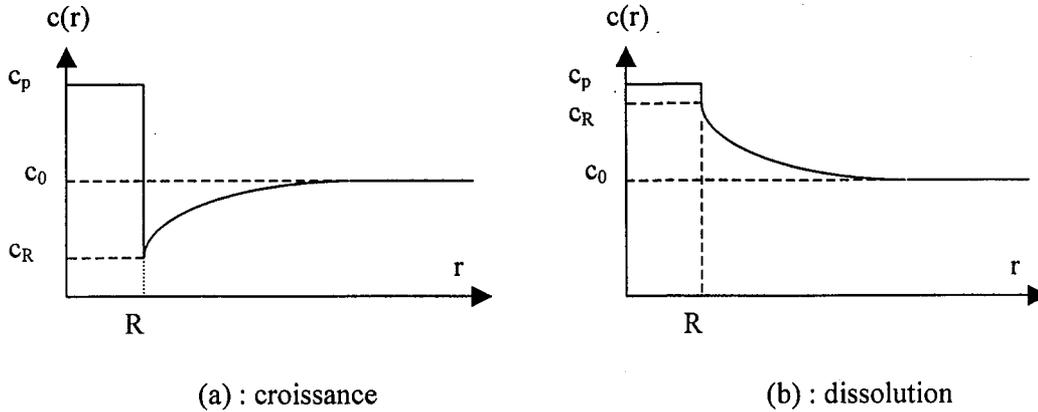


Figure A3.2 : Profil de concentration au voisinage du précipité.

Lorsque l'interface se déplace de dR , la quantité de matière perdue par unité de surface est $(c_p - c_r)dR$; le flux de diffusion à l'interface est donnée par la loi de Fick :

$$J = -D \left. \frac{\partial c}{\partial r} \right|_{r=R} \quad (\text{Eq. A3.17})$$

où D est le coefficient de diffusion du soluté dans la matrice.

Le bilan de matière à l'interface s'écrit :

$$(c_p - c_r)dR = D \left. \frac{\partial c}{\partial r} \right|_{r=R} dt \quad (\text{Eq. A3.18})$$

d'où se déduit la vitesse de dissolution du précipité :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{c_p - c_r} \left. \frac{\partial c}{\partial r} \right|_{r=R} \quad (\text{Eq. A3.19})$$

La résolution de cette équation nécessite de connaître la variation du gradient de concentration en fonction du temps. La seconde équation de Fick permet de la déterminer :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = -\text{div}(J) \quad (\text{Eq. A3.20})$$

Si D est indépendant de la concentration, cela devient :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \Delta c \quad (\text{Eq. A3.21})$$

Cette équation se résout facilement dans l'hypothèse du régime stationnaire $\left(\frac{\partial c}{\partial t} = 0 \right)$.

L'intégration de l'équation (A3.21) conduit à :

$$\frac{\partial^2 c}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial c}{\partial r} = 0 \Rightarrow r^2 \frac{\partial c}{\partial r} = \text{cste} \quad (\text{Eq. A3.22})$$

On suppose que les précipités sont suffisamment éloignés les uns des autres pour que leurs champs de diffusion n'interfèrent pas : loin du précipité, la concentration reste égale à la concentration initiale.

A l'interface, la concentration est donnée par la formule de Gibbs-Thomson :

$$c_R = c_\alpha^0 \exp\left(\frac{2\sigma V_p}{kT} \frac{1}{R}\right) \quad (\text{Eq. A3.23})$$

où c_α^0 est la limite de solubilité du soluté dans la matrice.

En combinant les équations (A3.19) et (A3.22), la vitesse d'évolution du rayon du précipité s'exprime par la relation :

$$\frac{dR}{dt} = D \frac{c_0 - c_R}{c_p - c_R} \frac{1}{R} \quad (\text{Eq. A3.24})$$

Si en première approximation, on assimile la concentration à l'interface à la limite de solubilité (c'est à dire si l'on néglige l'effet Gibbs-Thomson) et que l'on suppose que D est indépendant du temps et de R, alors l'évolution du rayon du précipité au cours du temps suit la loi :

$$R^2(t) - R_0^2(t) = 2D \frac{c_0 - c_\alpha^0}{c_p - c_\alpha^0} t \quad (\text{Eq. A3.25})$$

Donc l'évolution du rayon suit une loi parabolique en $t^{1/2}$.

3. Application au système fer/cuivre :

Les différents paramètres relatifs à la précipitation (germination et croissance-dissolution) ont été estimés dans le cas de l'acier à 1% de cuivre et pour les différents traitements thermiques effectués expérimentalement. Le but de ces calculs n'est pas de modéliser avec précision l'évolution des précipités mais ils permettent de délimiter les "domaines de température critiques" de la précipitation.

3.1. Germination :

Le rayon critique de germination est donnée par la formule :

$$r^* = \frac{-2\sigma}{\Delta G_{ch} + \Delta G_{el}}$$

Le calcul de l'énergie chimique $\Delta g_{ch} = \frac{kT}{V_p} \ln \left(\frac{c_0}{c_\alpha} \right)$ fait intervenir la limite de solubilité du

cuivre dans la ferrite, la concentration nominale et la concentration du cuivre dans le précipité. Bien qu'elle ne soit pas exacte sur tout le domaine de température exploré, nous avons utilisé l'expression de la limite de solubilité établie par Salje et al. [SAL 77]. Le précipité est considéré constitué de cuivre pur ($c_p=1$). Le volume atomique du précipité a été pris égal à celui déterminé par Maury [MAU 91] :

$V_p = 12 \text{ \AA}^3$. L'énergie chimique dépend de la température : elle varie d'environ 2.10^9 J.m^{-3} à 500°C à $7,6.10^7 \text{ J.m}^{-3}$ à 700°C .

L'énergie libre élastique est fonction de l'écart paramétrique δ entre le précipité et la matrice :

$$\delta = \frac{r_{Cu} - r_{Fe}}{r_{Fe}} \quad (\text{Eq. A3.26})$$

Le paramètre de maille de la structure cubique centrée a été estimé par Maury [MAU 94] à $2,89 \pm 0,02 \text{ nm}$. Donc l'énergie élastique $\Delta G_{el} = 2\mu \frac{1+\nu}{1-\nu} \delta^2$ varie entre $2,7.10^6 \text{ J.m}^{-3}$ et 9.10^7 J.m^{-3} .

Elle est inférieure à l'énergie chimique.

L'énergie d'interface σ varie avec la température et reste voisine de $0,11 \text{ J.m}^{-2}$. Cette valeur est inférieure à celles déterminées par d'autres auteurs : ainsi Kampmann et Wagner [KAM 86] l'ont estimée à $0,27 \text{ J.m}^{-2}$, Smetniansky-de-Grande et Barbu [SME 94] obtiennent une énergie d'interface de $0,33 \text{ J.m}^{-2}$.

Tous ces paramètres permettent de calculer l'évolution du rayon critique en fonction de la température.

3.2. Evolution du rayon des précipités :

Les équations relatives à la croissance des précipités font intervenir le coefficient de diffusion D du cuivre dans la ferrite. Il a été déterminé par Salje et Feller-Kniepmeier [SAL 77] pour des températures comprises entre 650°C et 1050°C ; pour le fer paramagnétique ($T > 770^\circ\text{C}$), ils ont établi la formule suivante :

$$D_{\alpha p} (\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}) = 300 \exp(-67800 / RT) \quad (\text{Eq. A3.27})$$

où $R = 1,987 \text{ cal.K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ est la constante des gaz parfaits et T est la température (en Kelvin). Ces auteurs ont observé une singularité du coefficient de diffusion à la température de Curie : lorsque le fer devient ferromagnétique ($T < 770^\circ\text{C}$), D diminue fortement. Pour des températures inférieures à 690°C , il est donné par :

$$D_{\alpha f} \approx 0,55 D_{\alpha p} \quad (\text{Eq. A3.28})$$

Ce sont ces valeurs que nous avons utilisées pour le calcul de la taille des précipités.

La limite de solubilité du cuivre dans la ferrite par la formule de Salje et al. [SAL 77]. La concentration en soluté dans la matrice est déterminée à chaque pas de calcul ; la valeur initiale est celle déduite des résultats de DNPA et est donnée par la relation :

$$c_0 (\%) = 1 - [\text{Cu}]_G - [\text{Cu}]_P \quad (\text{Eq. A3.29})$$

où $[\text{Cu}]_G$ et $[\text{Cu}]_P$ sont les fractions massiques en cuivre précipité respectivement dans les gros précipités et dans les petits précipités. Le calcul est effectué avec l'hypothèse que la population des gros précipités n'évolue pas et que le nombre de petits précipités N_p est constant. Ainsi, à chaque étape du calcul, l'évolution de la concentration en cuivre en solution solide est calculée par :

$$c_0 = 1 - [\text{Cu}]_G - N_p \frac{4}{3} \pi R^3 \quad (\text{Eq. A3.30})$$

où R est le rayon moyen des précipités.

Enfin, la concentration à l'interface est donnée par la relation de Gibbs-Thomson.

Références de l'annexe 3 :

- [AAR 75] : H.I. AARONSON, J.K. LEE, *Lectures on The Theory of Phases Transformations* (1975), pp. 83-115
- [BEC 38] : R. BECKER, *Ann. Phys. (Leipzig)*, **32** (1938), p. 128
- [FED 66] : J. FEDER, K.C. RUSSEL, J. LOTHE, G.M. POUND, *Adv. Phys.*, **15** (1996), p. 111
- [KAM 86] : R. KAMPMANN, R. WAGNER, "*Atomic Transports and Defects in Metals by Neutron Scattering*", Springer Proc. in Physics, eds. C. Janot, W. Petry, D. Richter, T. Springer, **10** (1986), pp. 73-
- [MAU 91] : F. MAURY, N. LORENZELLI, C.H. de NOVION, P. LAGARDE, *Scripta Met. Mat.*, **25** (1991), pp. 1839-1844
- [PHI 87] : J. PHILIBERT, "*Diffusion et Transport de Matière dans les Solides*"; dans " *Eléments de Métallurgie Physique*", Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quéré, éditions de physique (1987), pp. 406-413
- [SAL 77] : G. SALJE, F. FELLER-KNIEPMEIER, *J. of Appl. Phys.*, **vol. 48 n°5** (1977), pp. 1833-1839
- [SME 94] : N. SMETNIANSKY-de-GRANDE, A. BARBU, *Radiation Effects and Point Defects in Solids* (1994)

Role of copper precipitates and their evolution on recrystallization of interstitial free steels stabilized with titanium

Using recycled materials to produce steel can lead to an increasing content of residual metallic elements, which can affect recrystallization kinetics and thus the resulting mechanical properties. We have studied the role of copper on recrystallization of an Interstitial Free (IF) steel micro-alloyed with titanium.

With copper, recrystallization kinetics are shifted towards higher temperatures and associated textures are modified. For the 1%Cu-steel, this leads to a decrease of deep drawability. The magnitude of these variations depends on the copper content and the thermal treatment conditions. These modifications were related to the precipitation state of copper and to its evolution. Copper precipitates (size and volume fraction) were characterized by SANS experiments before cold rolling and in function of the temperature for different heating conditions.

The copper precipitates modify the cold rolling microstructure as observed by TEM, and further slower the recovery and recrystallization kinetics due to the drag force exerted on dislocations mobility as well as on subgrains. During heating, precipitates evolve and dissolve, leading to a decreasing drag force. Its calculation allowed to point out that recovery and recrystallization occur when the drag force lowered, i.e. when small precipitates dissolve.

The formation of the recrystallization texture has been studied by EBSD and X-Ray measurements. An oriented nucleation mechanism has been identified for steels with or without copper. The addition of copper modifies the nucleation kinetics and decreases the orientation selectivity.

Furthermore we have calculated the driving force associated with the second order stresses using a micromechanical modeling (self-consistent approach). The same classification in function of the grains orientation as the experimental ones was obtained.

**AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE**

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Madame BACROIX Brigitte, Directeur de Recherche CNRS, Université Paris Nord,

Monsieur BARBU Alain, Ingénieur CEA-HDR, Ecole Polytechnique de Palaiseau.

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Madame DILIGENT épouse BERVEILLER Sophie

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Rôle des précipités de cuivre et de leur évolution sur la recristallisation des aciers sans
interstitiels stabilisés au titane".**

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : **"SCIENCE & INGENIERIE DES MATERIAUX"**

Fait à Vandoeuvre le, **8 juin 2000**

Le Président de l'IN.P.L.,

J. HARDY



Rôle des précipités de cuivre et de leur évolution sur la recristallisation des aciers sans interstitiels stabilisés au titane

La production de l'acier par la "filrière électrique" peut conduire à la présence d'éléments résiduels métalliques, susceptible d'affecter les cinétiques de restauration /recristallisation, et, par conséquent, les propriétés mécaniques finales. Aussi, nous sommes-nous intéressés à l'influence du cuivre sur la recristallisation d'un acier sans interstitiels (IF, Interstitial Free) microallié au titane.

Nous avons montré que le cuivre décale les cinétiques de recristallisation vers les plus hautes températures et modifie les textures de recristallisation. En présence de 1% de cuivre, cette dernière est moins favorable aux propriétés d'emboutissage. L'amplitude de ces modifications est fonction de la teneur en cuivre et des traitements thermiques subis par le matériau.

Les variations de cinétiques et de texture ont été corrélées à l'état microstructural du cuivre et à ses évolutions. L'état de précipitation a été caractérisé par DNPA avant déformation à froid, et en fonction de la température pour différentes conditions de chauffage.

Par MET, nous avons montré que la présence de précipités de cuivre modifie les structures de déformation à froid, puis les cinétiques de restauration et de recristallisation. Cette variation est associée à la force de freinage exercée tant pour la mobilité des dislocations que des sous-joints. Au cours du chauffage, les précipités évoluent et se remettent en solution solide, ce qui conduit à une diminution de la force de freinage. Le calcul de l'évolution de cette dernière met en évidence que la restauration et la recristallisation se produisent lorsque celle-ci chute.

L'analyse de la formation de la texture de recristallisation par EBSD a montré qu'elle se forme par un mécanisme de germination orientée, avec ou sans cuivre. L'addition de cuivre modifie la cinétique de germination et réduit la sélectivité d'orientation de la fibre γ .

Nous avons également calculé la force motrice associée aux contraintes du second ordre en utilisant un modèle micromécanique (approche autocohérente). Par ce calcul, nous obtenons la même classification de force motrice en fonction de l'orientation des grains que celle observée expérimentalement.

DISCIPLINE : Science et Ingénierie des Matériaux

MOTS-CLES : acier IF-Ti, précipitation du cuivre, cinétiques de recristallisation, texture, contraintes du second ordre, simulation numérique

Laboratoire de Science et Génie des Matériaux Métalliques, UMR CNRS 7584, Ecole des Mines de Nancy, Parc de Saurupt, 54042 Nancy Cedex.