



UNIVERSITÉ DE LORRAINE



NORTHEASTERN UNIVERSITY

THESE

Présentée à Université de Lorraine et Northeastern University

Meishuai LIU 刘梅帅

Spécialité: Sciences de l'ingénieur

Option: Sciences des matériaux

Study on microstructural and crystallographic characteristics of phase transformation induced by ECP in annealed Cu-40%Zn alloy

Thèse soutenue publiquement le 19 juillet 2019 devant le jury composé de :

Werner Skrotzki	Professeur	Technische Universität Dresden, Germany	Rapporteur
Zhanjie Wang	Professur	Shenyang University of Technology, China	Rapporteur
Gang Ji	Chargé de recherche HDR	Université de Lille, France	Examineur
Zheng Liu	Professeur	Shenyang University of Technology, China	Examineur
PingliMao	Professeur	Shenyang University of Technology, China	Examineur
Yudong Zhang	Docteur HDR	Université de Lorraine, France	Directeur de thèse
Benoît Beausir	Maître de conférence	Université de Lorraine, France	Co-directeur
Xiang Zhao	Professeur	Northeastern University, China	Directeur de thèse
Xinli Wang	Maître de conférence	Northeastern University, China	Co-directeur
Claude Esling	Professeur	Université de Lorraine, France	Invité

Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux, LEM3

7 rue Félix Savart, 57070 Metz, France

Résumé

1 Introduction

L'effet des défauts cristallins sur la transformation de phase de matériaux métalliques a été étudié [1-10]. Cependant, certains aspects du mécanisme de transformation induit par les défauts cristallins restent encore à comprendre, comme le mécanisme de dislocation sur les relations d'orientation de la transformation de phase et l'interaction entre les défauts et la nouvelle phase au cours du processus de transformation.

Les alliages Cu-Zn en tant que matériaux métalliques traditionnels sont largement utilisés dans de nombreuses applications en raison de leurs performances remarquables [11-31]. Au cours des dernières années, la phase de chauffe de la transformation de la phase de la structure fcc à la structure bcc dans les alliages Cu-Zn a été réalisée par des traitements à impulsions de courant électrique (ECP) à température ambiante [27-31]. Cependant, peu de chercheurs ont étudié l'effet des défauts cristallins sur la transformation de la phase de chauffage des alliages Cu-Zn et la phase produite à structure cc.

Sur la base d'un tel contexte, les alliages Cu-40% Zn ont été utilisés pour étudier l'effet des défauts cristallins sur la transformation en phase solide dans le présent travail. Une étude approfondie des caractéristiques microstructurales et cristallographiques des phases mère et produite, de l'évolution des défauts cristallins de la phase mère et du mécanisme de transition de structure dans les alliages Cu-40% Zn a été réalisée.

Le contenu principal de ce travail peut être décrit comme suit :

- (1) Etude du mécanisme de transformation de la phase de chauffage (fcc en bcc) en caractérisant les modifications des défauts de la phase parente et de la relation d'orientation au moyen de techniques de diffraction XRD et SEM EBSD. (Chapitre 3)
- (2) Etude de la formation de dislocations induites par la phase produite lors du processus de transformation de la phase de chauffage par TEM. (Chapitre 4)
- (3) Étude du mécanisme de transition de la structure cc vers les structures hexagonales

analysé par MET et par STEM haute résolution. (Chapitre 5)

Ce travail a pour objectif d'approfondir l'étude de l'effet des défauts cristallins sur les transitions de structure de la structure fcc à la structure bcc et de la structure bcc aux structures hexagonales, ainsi que de l'interaction entre les défauts cristallins et la phase produite pour fournir de nouvelles informations sur le chauffage dans les alliages Cu-40% Zn.

2 Matériaux et expériences

Le matériau utilisé dans le présent document est un alliage Cu-40% Zn laminée à chaud ($300 \times 150 \times 1,5$ mm). La composition analysée par fluorescence X est donnée dans le tableau 1.

Table 1 Composition chimique (en poids /%) de l'alliage Cu-Zn laminé à chaud.

Cu%	Zn%	Si%
60.86	39.06	<0.01

Des échantillons de traction avec des dimensions de jauge de 10 mm de long, 2 mm de large et 1,5 mm d'épaisseur, comme indiqué sur la figure 1, ont été découpés dans la partie centrale de la tôle de Cu-40% Zn laminée à chaud obtenue par la technique de décharge par électro-étincelle. Ensuite, ces échantillons ont été traités thermiquement à 500°C dans la région de phase $\alpha + \beta$ pendant 30 min et refroidis à l'air pour augmenter la perfection des cristaux et homogénéiser la microstructure.

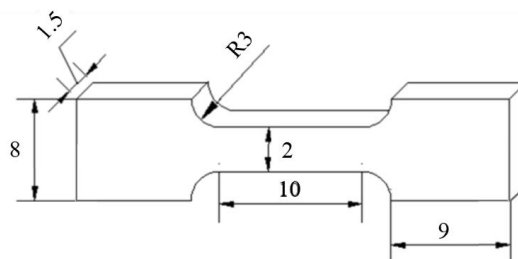


Fig. 1 Illustration schématique de la forme de l'échantillon.

Les échantillons traités thermiquement ont ensuite été traités sous traitement ECP. Une illustration schématique de l'agencement de traitement ECP est donnée à la figure 2 (a). Une seule impulsion de courant électrique a été produite par une décharge des batteries de condensateurs et traverse les échantillons recuits à la température ambiante. La figure 2 (b)

affiche un profil d'onde typique d'une impulsion de courant électrique mesurée. Pendant le traitement, la densité de courant et la durée des impulsions ont été enregistrées instantanément.

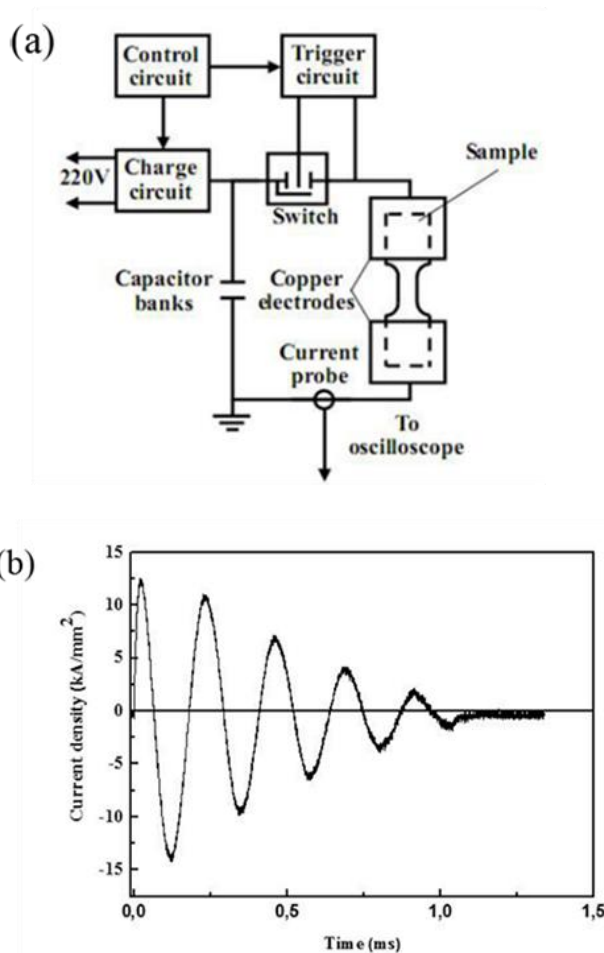


Fig. 2 (a) Illustration du dispositif expérimental ECP; (b) Forme d'onde typique d'un ECP.

Dans ce travail, le traitement ECP a été réalisé à différentes tensions instantanées correspondantes aux densités de courant d'environ 15,12 kA / mm², 15,66 kA / mm², 15,93 kA / mm², 17,01 kA / mm² et 17,28 kA / mm², respectivement, avec une durée d'impulsion de 117 μ s, 118 μ s, 118 μ s, 125 μ s et 150 μ s.

Les constituants de phase et paramètres des mailles avant et après le traitement par ECP ont été analysés par diffraction des rayons X (DRX, Rigaku, Smartlab), en utilisant un rayonnement Cu-K α à température ambiante.

Les analyses de microstructure et les orientations cristallographiques ont été réalisés

dans un microscope électronique à balayage à canon à émission de champ (MEB, Jeol JSM 6500 F) avec une caméra d'acquisition EBSD et le logiciel d'acquisition en ligne Aztec (Oxford Instruments). Les données EBSD ont été analysées avec le logiciel Oxford Channel 5 et le logiciel Atex [32].

Les caractéristiques microstructurales et cristallographiques à l'échelle nanométrique des caractéristiques microstructurales et cristallographiques des phases ont été analysées à l'aide d'un microscopie électronique en transmission (TEM) Philips CM 200 avec un logiciel d'analyse d'orientation automatique - Euclid's Phantasies (EP) [33, 34].

Les microstructures à l'échelle atomique ont été analysées par microscopie électronique à balayage en transmission à haute résolution (STEM), à l'aide d'un TEM JEOL JEM-ARM200F. Des images en champ noir à angle angulaire élevé (HAADF) ont été acquises.

3 Caractéristiques de microstructure et de cristallographie de l'alliage Cu-40 Zn après les traitements ECP

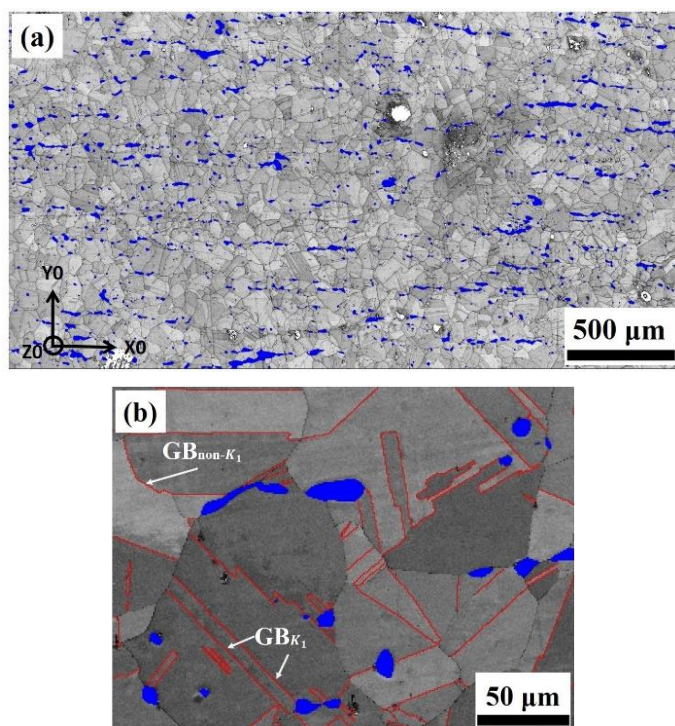


Fig. 3 Micrographies SEM-EBSD de l'alliage recuit de Cu-40% Zn, où la phase β est en bleu, tandis que la phase α est en gris avec le contraste de l'indice de qualité de bande EBSD et les joints de type Σ_3 en rouge. (b).

Les figures 3 (a) et (b) montrent les micrographies EBSD de l'alliage recuit de Cu-40% Zn. La microstructure recuite est principalement composée de phase α . La phase β est beaucoup moins présente. Dans les grains α , il y a toujours des Joints de grain longs et droits $\Sigma 3$ ($\langle 111 \rangle 60^\circ$), comme indiqué en rouge dans la Fig. 3 (b). Cela indique que les grains α contiennent des mâcles $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle$.

Pour étudier les détails de la sous-structure de la phase α dans l'alliage recuit de Cu-40% Zn, des mesures TEM ont été effectués. Les résultats de cette analyse révèlent que la matrice α recuite possédait deux types de défauts cristallins. Le premier type est des réseaux de dislocations $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$ principalement situés sur les joints des grains α , comme le montrent les figures 4 (a) et (b). L'autre type de défaut est sont des fautes d'empilement $\{111\} \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$ situés à l'intérieurs de grains α , comme indiqué sur les figures 4 (c) et (d).

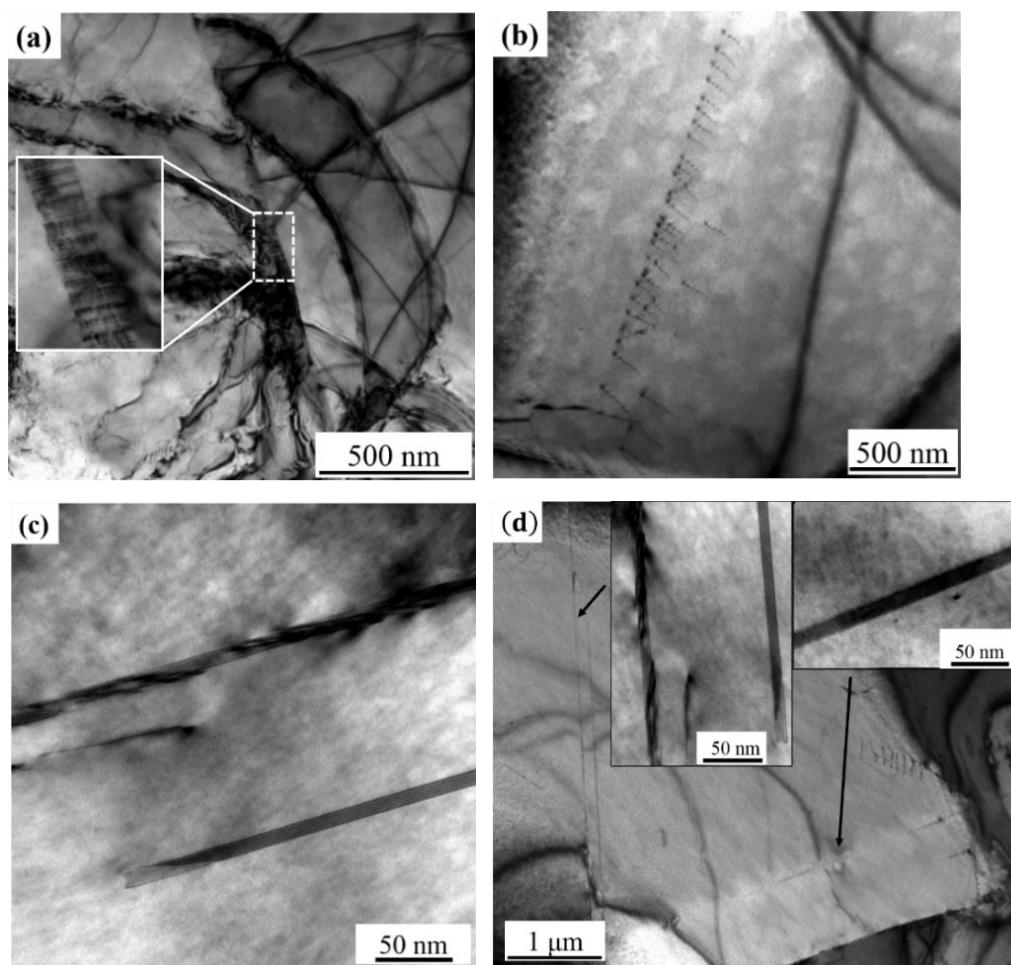


Fig. 4 Micrographies à champ clair TEM de deux types de défauts cristallins sur les joints de grains α et dans les intérieurs de grains α . (a) et (b) des réseaux de dislocations, (c) et (d) des fautes d'empilement.

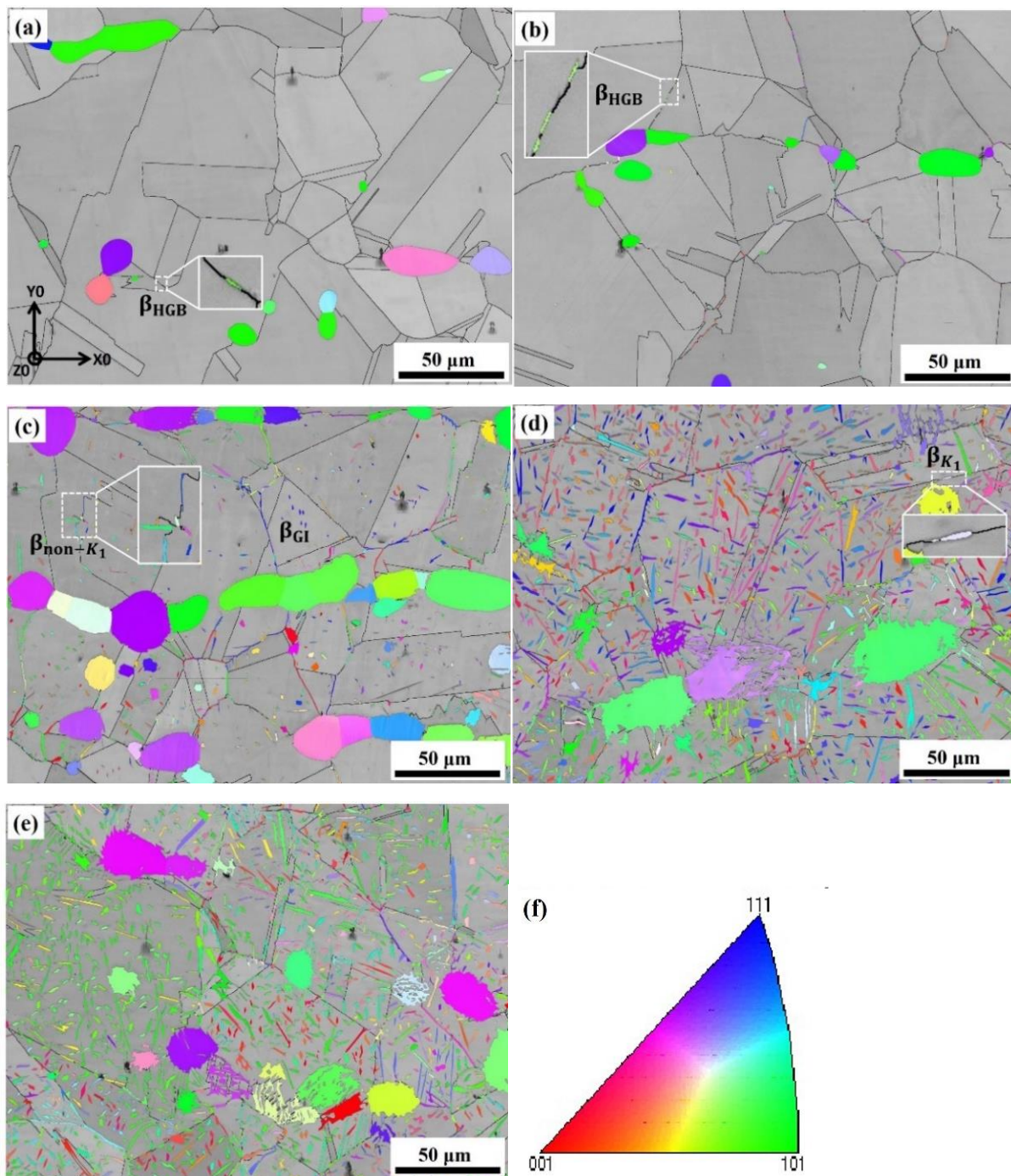


Fig. 5 Micrographies SEM-EBSD de l'alliage Cu-40% Zn après traitement ECP où les grains α sont en gris selon les indices de qualité des bandes EBSD et la phase β en couleur selon son orientation cristallographique par rapport à l'axe X0 (figure de pôle inverse (IPF)). (a) Densité de l'ECP $j_{\max} = 15,12 \text{ kA} / \text{mm}^2$ (b) $j_{\max} = 15,66 \text{ kA} / \text{mm}^2$ (c) $j_{\max} = 15,93 \text{ kA} / \text{mm}^2$ (d) $j_{\max} = 17,01 \text{ kA} / \text{mm}^2$ (e) $j_{\max} = 17,28 \text{ kA} / \text{mm}^2$ et (f) le code de couleur X0 IPF. Le sens du courant électrique est dans la direction X0.

La figure 5 montre les micrographies EBSD de l'alliage Cu-40% Zn après les traitements ECP. En comparant avec l'échantillon recuit (figure 3 (b)), on peut constater que des

précipités β fins apparaissent dans la phase α . Il est à noter que pour ces précipités β fins, la quantité de précipités augmente avec l'augmentation de densité de courant électrique. Avec l'augmentation de la quantité de précipités, les sites de formation des précipités augmentent également, à partir des joints aléatoires des grains α (Fig. 5 (a) et (b)) à faible densité de courant, jusqu'aux joints non- K_1 - $\Sigma 3$ (Fig. 5 (c)) et les intérieurs de grains α (Fig. 5 (c) à (e)), puis jusqu'aux joints K_1 - $\Sigma 3$ (Fig. 5 (d)) à la densité de courant élevée. Une telle séquence de nucléation d'une densité de courant faible à élevée, démontre que les joints de grains α sont les sites de formation préférés des précipités β .

Par analyses cristallographiques, nous avons trouvé qu'une partie des précipités β précipite selon N-W avec la phase α environnante, tandis que l'autre partie précipite en KS OR avec la phase α voisine, les deux avec certains écarts angulaires (jusqu'à 5°), comme indiqué dans Fig. 6 (a) et (b)

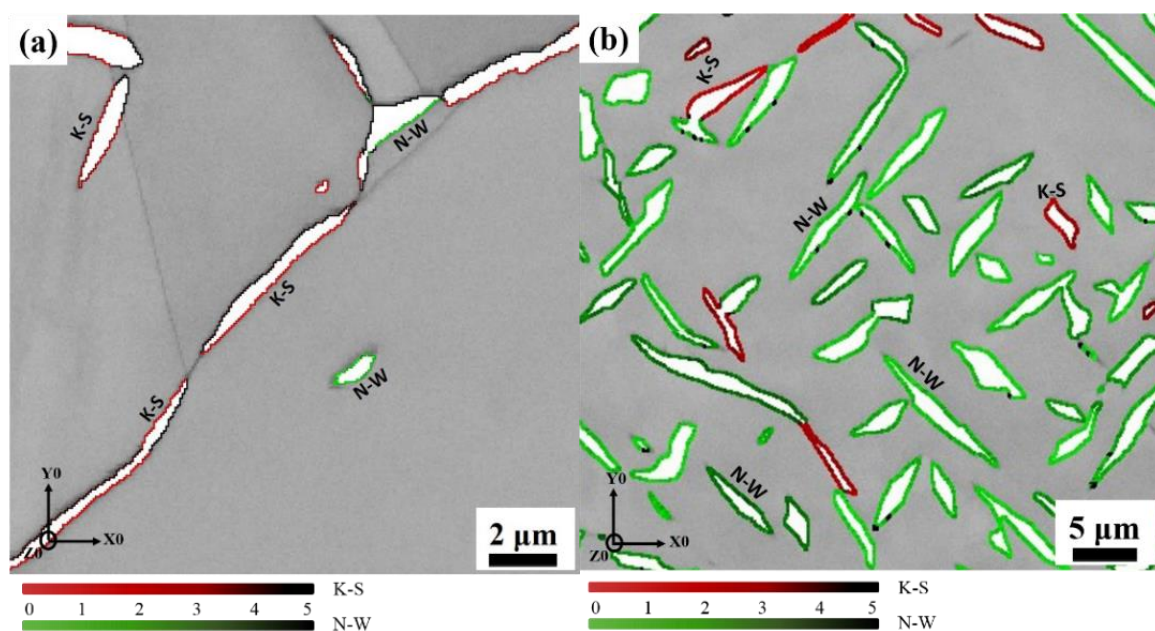


Fig. 6 Micrographie SEM-EBSD des précipités α et β dans du alliage Cu-40% Zn après traitement par ECP. Les grains α sont en gris contrastant avec les indices de qualité de bande EBSD et les grains β en blanc. Les lignes de contour colorées autour des précipités β indiquent les déviations angulaires par rapport aux OR exactes. (a) β_{GB} le long des joints de grains α , (b) β_{GI} dans les intérieurs de grains α .

Pour visualiser les différentes populations des précipités β par rapport aux deux OR, les déviations de tous les β sélectionnés précipitant en N-W OR idéal ($42.85^\circ < 0.968 \ 0.178$

0.178>) ainsi que du KS OR idéal ($42.85^\circ < 0.968 \ 0.178 \ 0.178 >$) sont présentés dans les histogrammes de la Fig. 7. On voit que le plus grand nombre de β_{GB} respecte la K-S OR, tandis que la plupart des β_{GI} obéissent au N-W OR. Ces résultats démontrent que la transformation OR des précipités β induits par ECP est plutôt sélective, en fonction du lieu de formation.

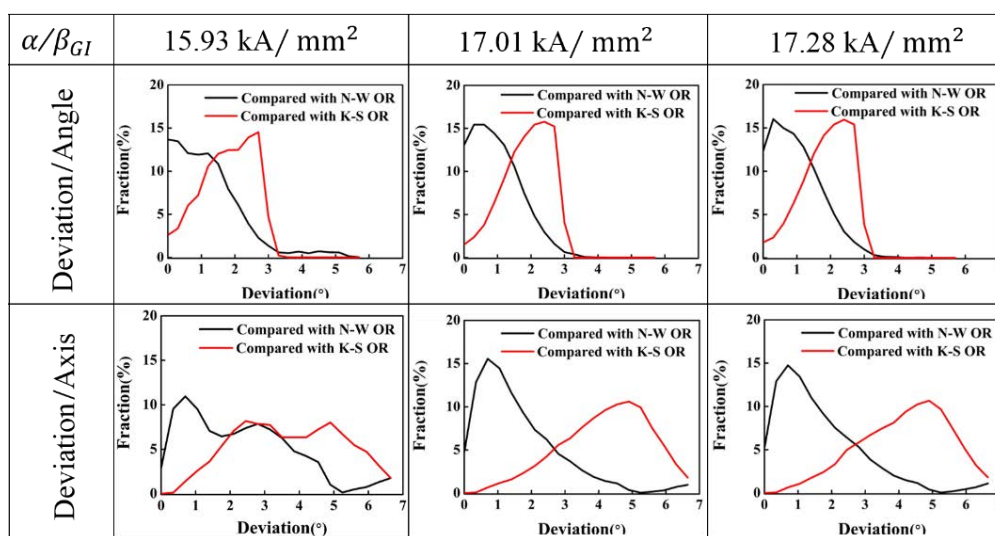
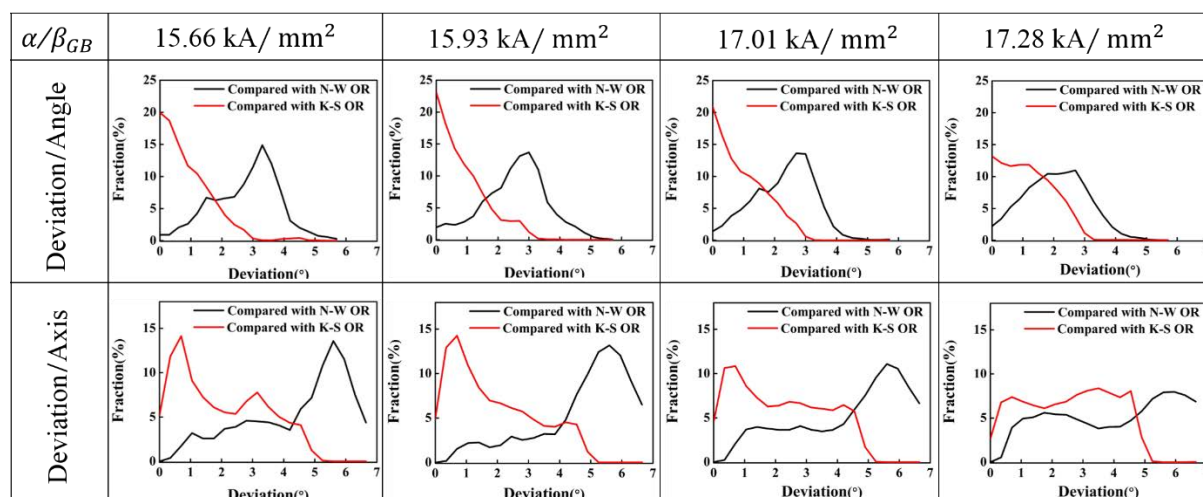


Fig. 7 Variations des fractions de longueur de joint de phase β / α de tous les β_{GB} et β_{GI} sélectionnés avec les écarts par rapport au N-W OR idéal (en noir) et également au K-S OR idéal (en rouge) sous différents traitements ECP.

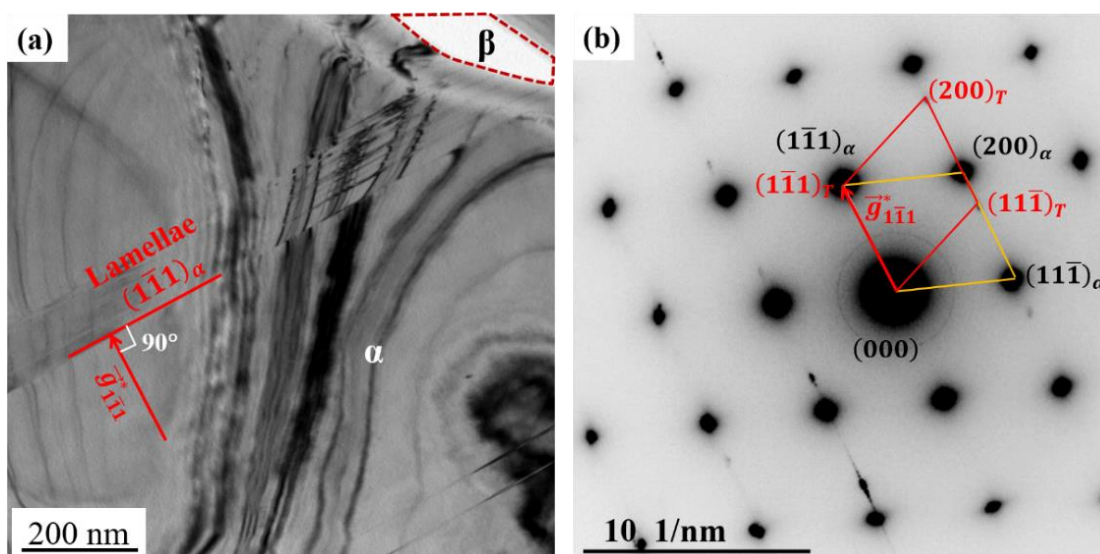
Les résultats ci-dessus suggèrent que la distorsion du réseau permettant de réaliser la transformation de la structure de la phase α à la phase β se déroule de différentes manières et exploite différents défauts cristallins. L'analyse de la déformation du réseau de transformation

présentée dans le tableau 2 a révélé que la résistance principale est la contrainte de cisaillement sur le plan $\{111\}_\alpha$ et dans la direction $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$, alors que pour le chemin NW, l'obstacle principal est le cisaillement sur le plan $\{111\}_\alpha$ dans la direction $\langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$. Ainsi, les réseaux de délocalisations existants $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$ fournissent les pré-contraintes favorables pour faciliter la formation des précipités β via le chemin K-S. Les fautes d'empilement existantes $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$ offrent les pré-contraintes favorables pour la formation des précipités β via la chemin NW, ce qui conduit à la sélection des OR pour la transformation de phase α à β .

Table 2 Déformation du tenseur gradient de déformation de la structure pour former les précipités β sous les K-S et sous les N-W OR, respectivement.

OR	Deformation Gradient Tensor
K-S	$i // [\bar{1}\bar{1}2] \quad j // [1\bar{1}0] \quad k // [111]$
	$\begin{bmatrix} 1.0634 & 0 & 0.1880 \\ -0.1880 & 0.9767 & 0.2658 \\ 0 & 0 & 0.9767 \end{bmatrix}$
N-W	$i // [1\bar{1}0] \quad j // [11\bar{2}] \quad k // [111]$
	$\begin{bmatrix} 1.1279 & 0 & 0 \\ 0 & 0.9209 & 0.3256 \\ 0 & 0 & 0.9767 \end{bmatrix}$

4 Défauts cristallins produits par la transformation de la phase α en β pendant ECP dans l'alliage Cu-40 Zn



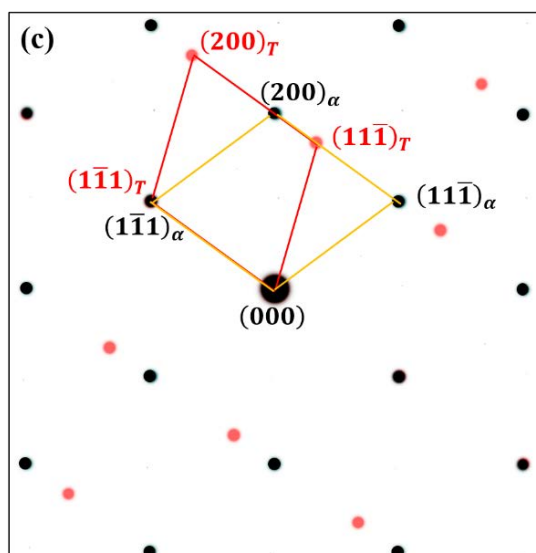
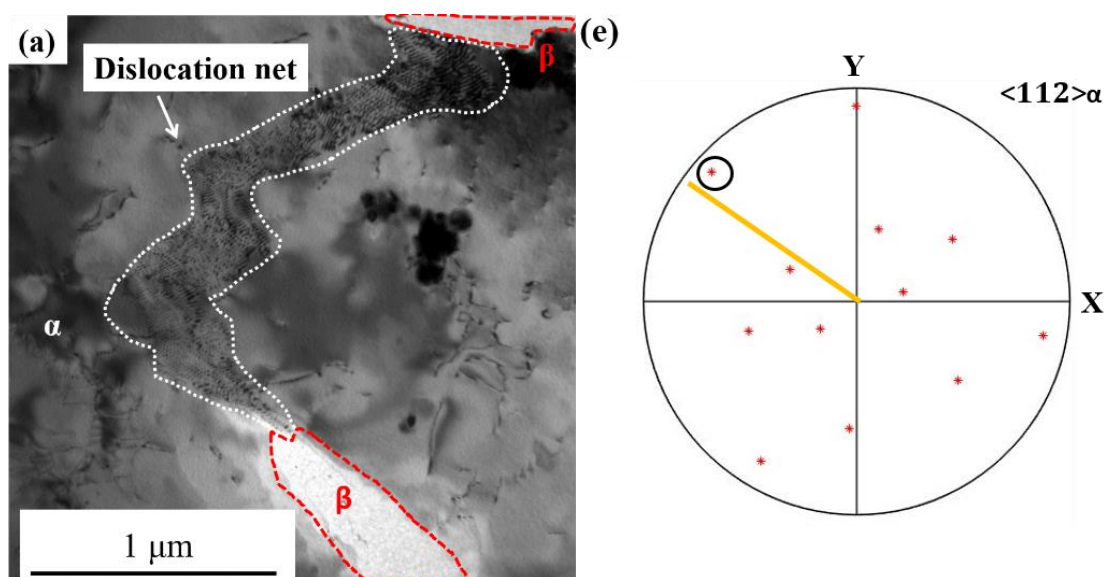


Fig. 8 (a) Micrographies MET à champ clair du grain α dans les échantillons de Cu-40% Zn analysés à $J_{max} = 15,66 \text{ kA} / \text{mm}^2$. (b) Le motif de diffraction électronique en zone sélectionnée (SAED) de l'axe de la zone $[011]_{\alpha}$ correspondant au grain α . (c) Modèles SAED simulés du grain avec des nano-mâcles.

Après le traitement ECP à $j_{max} = 15,66 \text{ kA} / \text{mm}^2$, une grande quantité de fines lamelles droites parallèles est apparue dans la matrice α , comme le révèle le contraste de diffraction MET dans la Fig. 8 a). La figure 8 (b) montre le motif axe SAED correspondant de l'axe de zone $[011]_{\alpha}$ contenant les fines lamelles. Les motifs SAED simulés des mâcles et des matrices α sont illustrés sur la figure 8 (c). La bonne concordance confirme que les fines lamelles sont des mâcles $\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$ de la matrice α .



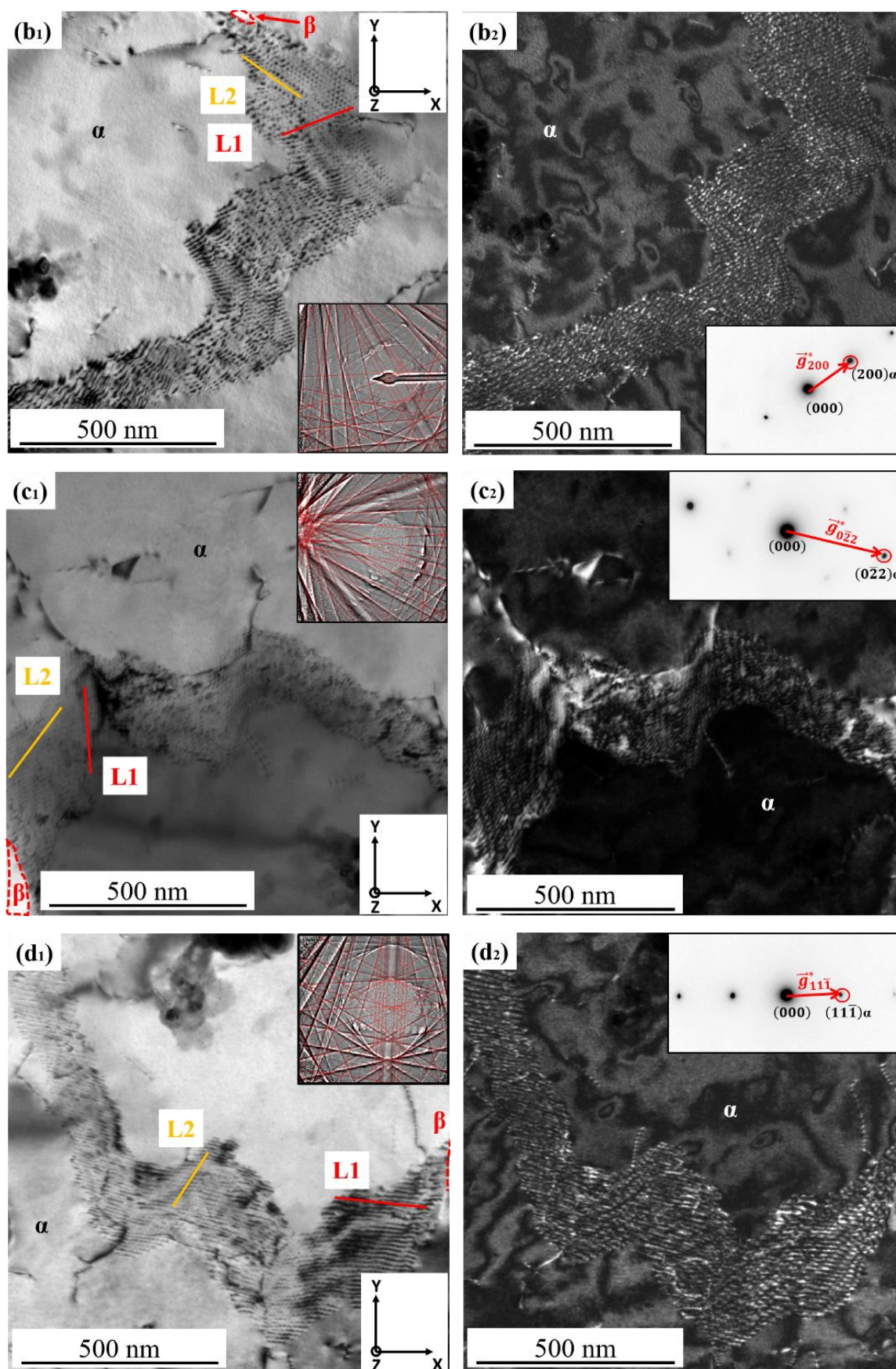


Fig. 9 (a) Micrographie en MET champ clair du réseau de dislocations dans la phase α dans les alliages de Cu-40% Zn de l'ECPed à $j_{\max} = 17,01 \text{ kA} / \text{mm}^2$. (b) - (d) Les micrographies

agrandies à fond clair et à fond noir du réseau de dislocations. (e) Figure de pôle de la direction $\langle 112 \rangle_\alpha$.

Lorsque la densité de courant a atteint $j_{\max} = 17,01 \text{ kA / mm}^2$, une grande quantité de réseaux de dislocations s'est formée, comme indiqué sur la figure 9 (a). Les figures 9 (b1), (c1) et (d1) montrent les micrographies à champ clair du réseau de dislocations à trois positions de faisceau dans l'échantillon. On voit que le réseau de dislocations sur la figure 9 est composé de lignes de dislocations orientées de deux manières différentes qui sont notées L1 et L2. Les micrographies correspondantes sur fond noir du réseau de dislocations ont été obtenues, comme indiqué sur les figures 9 (b2), (c2) et (d2). Pour la dislocation L1, elle est présente sur les Fig. 9 (b2) et (d2) mais pas sur la Fig. 9 (c2), alors que pour la dislocation L2, elle est présente sur les Fig. 9 (c2) et (d2), mais pas sur la figure 9 (b2).

L'extinction caractéristique des lignes de dislocation permet de trouver le type de dislocation et son vecteur de Burgers b . Les résultats sont donnés dans le tableau 3. Il est évident que le réseau de dislocations est composé de deux types de dislocations, l'un étant composé de dislocation parfaite avec une normale $\mathbf{b} // \langle 110 \rangle_\alpha$ et l'autre étant une dislocation de Frank $\mathbf{b} // \langle 111 \rangle_\alpha$.

Table 3 Verification de $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ pour l'extinction des lignes de dislocation sous différentes réflexions.

bg	\vec{g}_{200}^*	\vec{g}_{022}^*	\vec{g}_{111}^*
[111]	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$
$[\bar{1}11]$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$
$[1\bar{1}1]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[11\bar{1}]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
[110]	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
[101]	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$
[011]	$=0$	$=0$	$=0$
$[\bar{1}10]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$
$[10\bar{1}]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$

$[01\bar{1}]$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[112]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$
$[121]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[211]$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$
$[\bar{1}12]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[\bar{1}21]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$
$[\bar{2}11]$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$
$[1\bar{1}2]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[1\bar{2}1]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[2\bar{1}1]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$
$[11\bar{2}]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[12\bar{1}]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$[21\bar{1}]$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$

Un examen plus approfondi près des régions à faces larges des précipités β intra-granulaires a révélé l'existence de réseaux de dislocations s'empilant devant l'interface α/β , comme le montre la figure 10. Une analyse cristallographique supplémentaire a montré que les lignes de dislocation sont de types coins $\{111\}_\alpha \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$. Les résultats ci-dessus indiquent que la formation de ces dislocations doit être liée à la formation des précipités de β_{GI} .

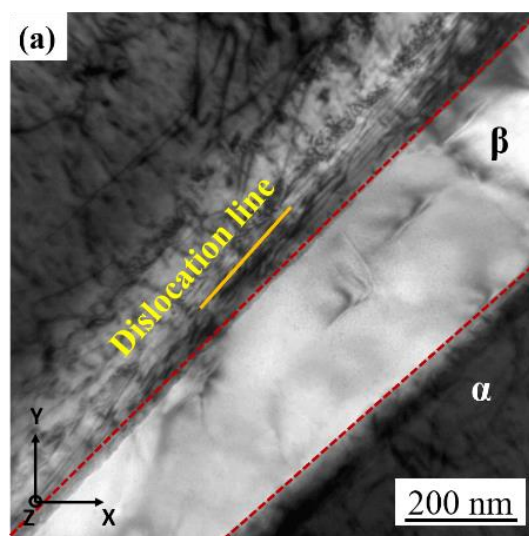
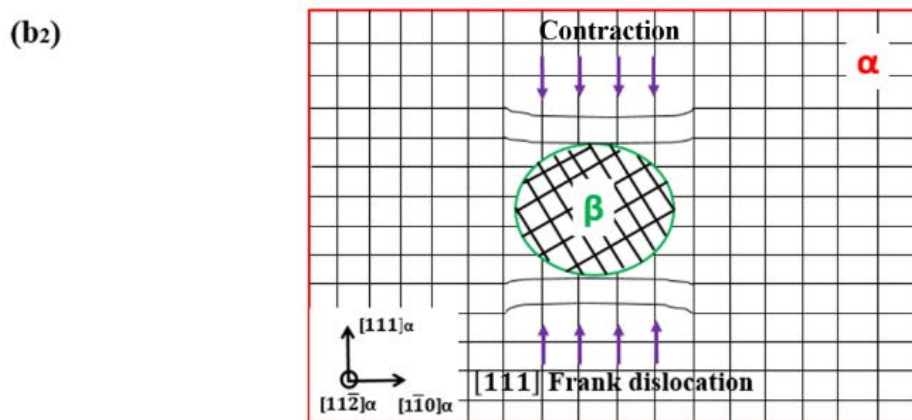
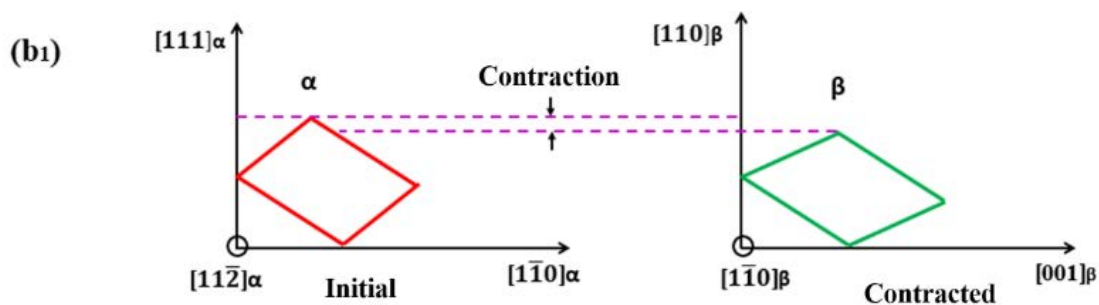
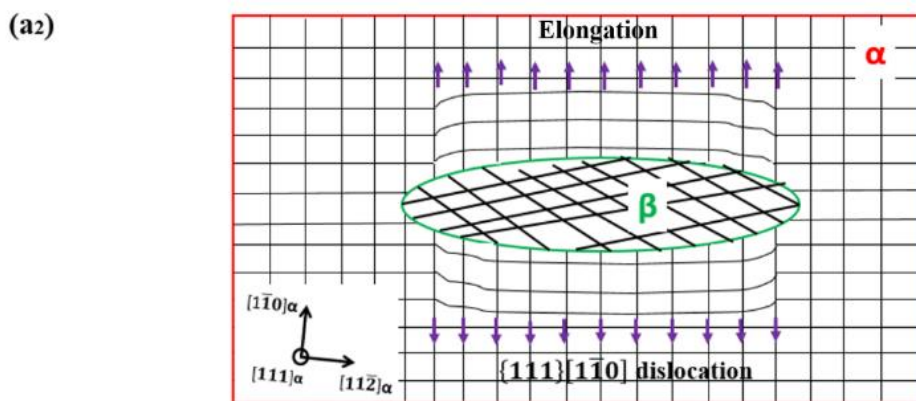
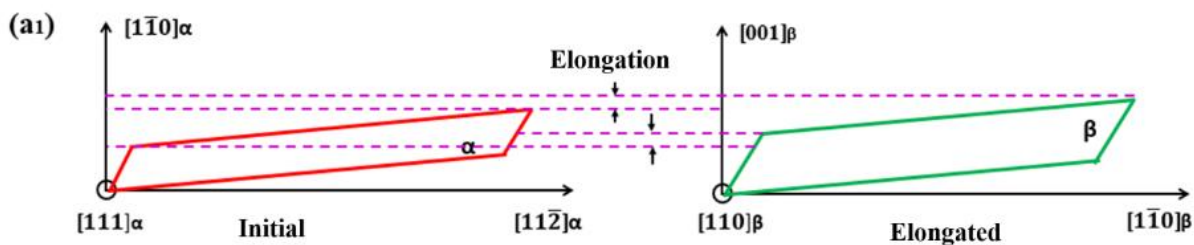


Fig. 10 Micrographies MET à champ clair de réseaux de dislocations parallèles à l'interface α / β dans l'échantillon Cu-40% Zn analysés à $j_{max} = 17,01 \text{ kA} / \text{mm}^2$.

Afin de mieux révéler les mécanismes de formation des dislocations et du réseau de dislocations, la déformation du réseau pour réaliser la transformation α en β a été analysée.



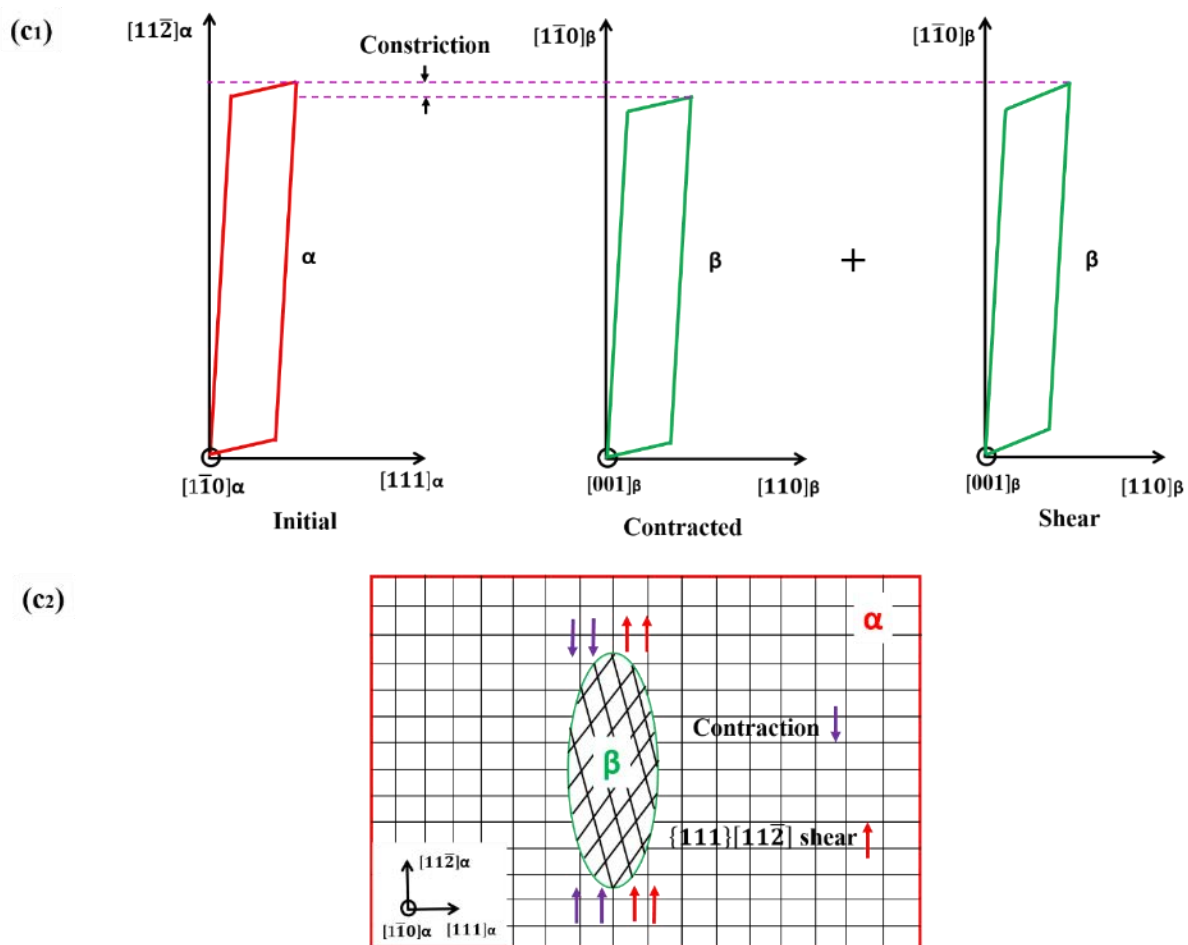


Fig. 11 Projections 2D et illustrations du précipité β dans la matrice α dans les directions des vecteurs de base du système de référence N-W OR. Dans les directions (a) $[111]_{\alpha}$, (b) $[11\bar{2}]_{\alpha}$ et (c) $[1\bar{1}0]_{\alpha}$. Le cadre rouge représente le volume α qui se transformera en phase β ; tandis que le vert encadre le précipité β .

Comme le montre le tenseur de gradient de déformation du tableau 2, la transformation nécessite un allongement de la phase α le long de la direction $[1\bar{1}0]_{\alpha}$ pour former le précipité β , ce qui entraîne la formation du réseau de dislocations de type coins $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle_{\alpha}$ comme sur la figure 11 (a). De plus, la phase α devait être contractée le long de la direction $[111]_{\alpha}$ pour former le précipité β induit par la formation des dislocations de type Frank, comme illustré sur la figure 11 (b). Cependant, deux composantes de la contrainte évoquent un changement de dimension opposée dans la direction $[11\bar{2}]_{\alpha}$. Ainsi, le changement de dimension dans cette direction est grossièrement annulé, comme illustré sur la figure 11 (c). Ainsi, des réseaux de dislocation se forment le long des bords des grandes faces du précipité β lorsque les deux types de réseaux de dislocation se rencontrent dans ces régions.

5 Sous-structure de précipités β formés par traitement ECP dans un alliage Cu-40% Zn

La figure 12 montre un diagramme MET SAED typique de l'axe de la zone β des précipités β induits par la ECP. Deux ensembles de points de diffraction sont visibles. Le premier provient de la phase BCC ordonnée β . Les autres sont composés de points diffus de faible intensité et situés aux positions de réflexion $1/2\{130\}_\beta$ de la phase η , comme indiqué par les cadres en pointillés de la figure 12 (a). Cette structure est hexagonale. Un examen cristallographique supplémentaire a confirmé que la structure η est liée à la structure β en B OR, à savoir, $\{110\}_\beta // \{0001\}_\eta, \langle 1\bar{1}1 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\eta$.

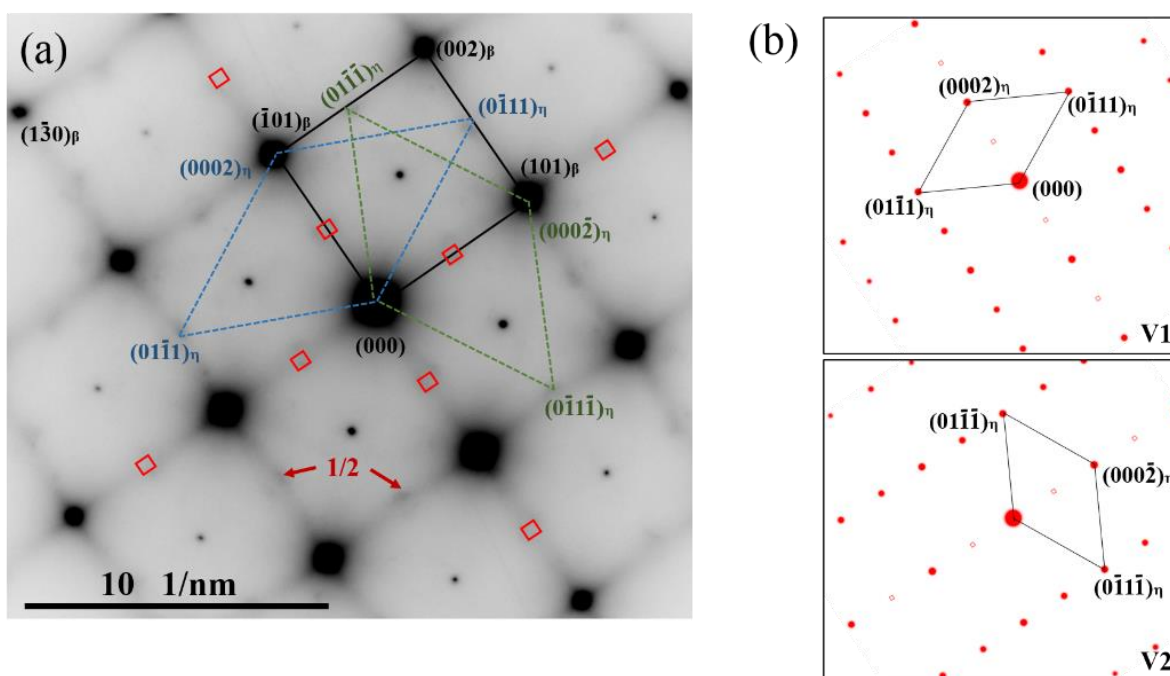


Fig. 12 (a) Diagramme TEM SAED $[010]_\beta$ d'axe de zone des échantillons de précipités β Cu-40%Zn après traitements par ECP. (b) Diagramme SAED simulés de la structure η à partir de deux variantes d'orientation cristallographique.

La figure 13 montre un diagramme MET SAED typique d'axe de zone $[011]_\beta$ des précipités β induits par ECP. Deux séries de points de diffraction ont été observées. Le premier ensemble est issu de la structure β ordonnée. Le second ensemble est constitué de points de faible intensité, apparaissant aux positions de réflexion $1/3$ et $2/3 \{112\}_\beta$ d'une structure ω , comme indiqué par les cadres en pointillés. Il a une structure hexagonale. Un examen cristallographique ultérieur a confirmé que la structure ω est liée à la structure β avec

le Blackburn OR, à savoir, $\{111\}_\beta // \{0001\}_\omega, \langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\omega$.

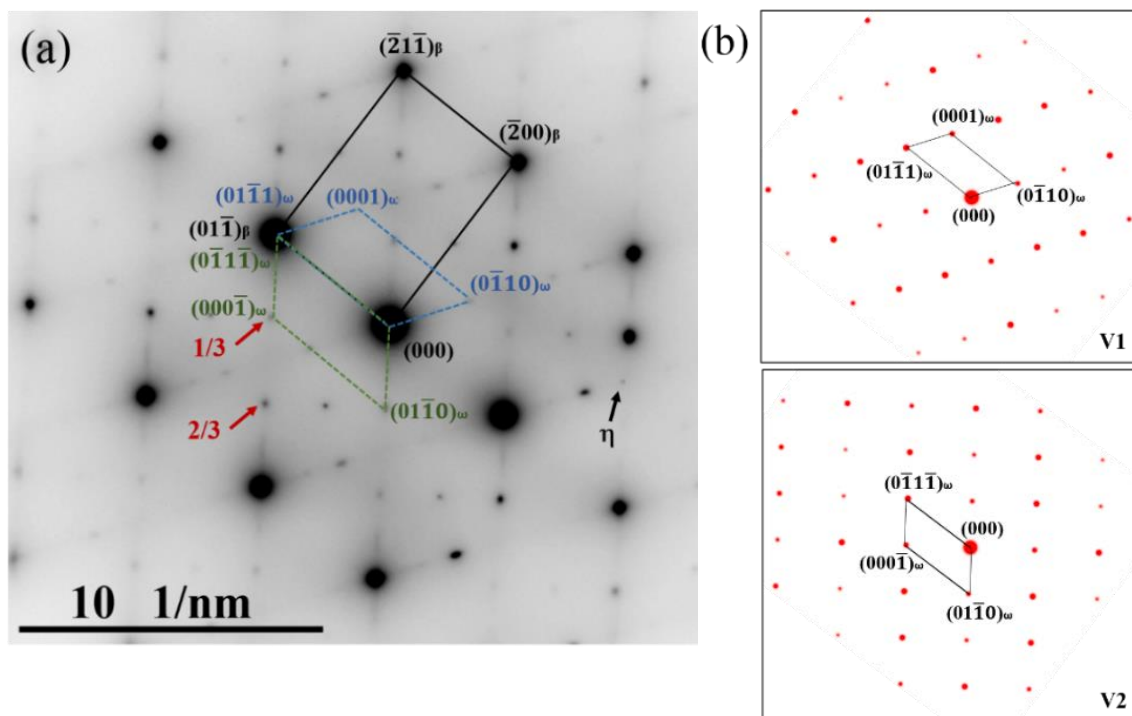


Fig. 13 (a) Diagramme MET d'axe de zone $[011]_\beta$ SAED des précipités β dans les échantillons de Cu-40%Zn après traitement par ECP. (b) Diagrammes SAED simulés des deux variantes.

Les figures 14 et 15 présentent plusieurs diagramme caractéristiques MET SAED d'axe de zone β ($[010]_\beta$ - $[011]_\beta$ in **Fig. 14** and $[111]_\beta$ - $[113]_\beta$ in **Fig. 15**). Un examen systématique a révélé qu'il existe un déplacement ou un brassage atomique sur les plans $\{110\}_\beta$ et $\{112\}_\beta$ dans la phase β .

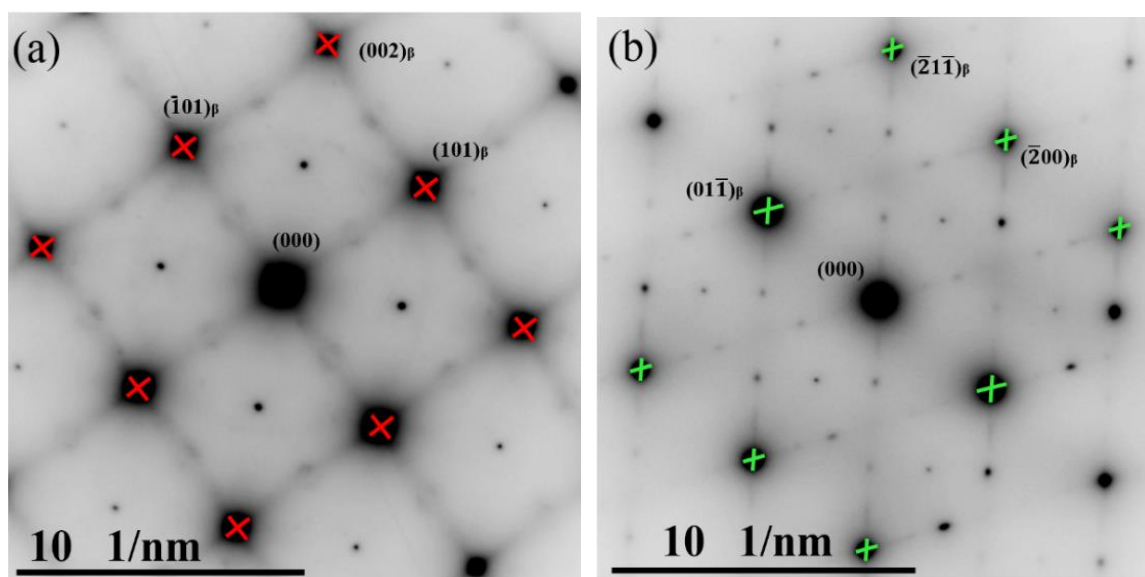


Fig. 14 Diagrammes MET SAED des axes (a) $[010]_{\beta}$ et (b) $[011]_{\beta}$ des précipités β induits par la ECP. Les $\langle 110 \rangle_{\beta}$ sont marquées en rouge et les $\langle 112 \rangle_{\beta}$ sont en vert.

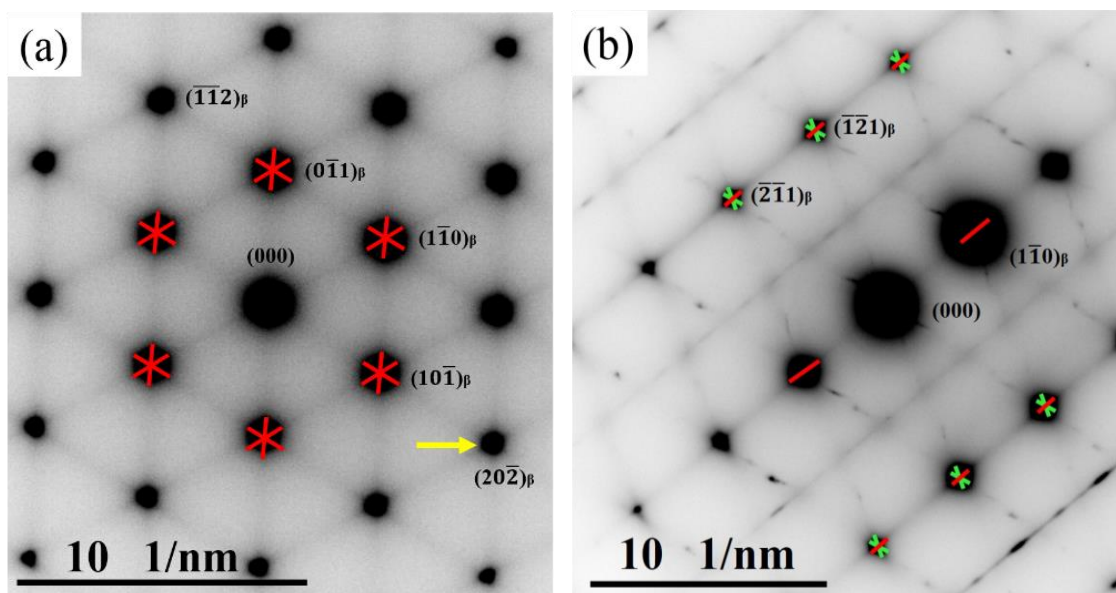


Fig. 15 Diagrammes MET SAED des axes de zones (a) $[111]_{\beta}$ et (b) $[113]_{\beta}$ des précipités β induits par la ECP. Les $\langle 110 \rangle$ sont marquées en rouge et les $\langle 112 \rangle$ sont en vert.

Pour déterminer les vecteurs de déplacement possibles sur les deux plans par défaut, l'invisibilité de tous les vecteurs de Burgers de dislocation est vérifiée. Les résultats montrent que l'extinction des $\langle 110 \rangle_{\beta}$ provient du déplacement $\langle 011 \rangle_{\beta}$ sur le $\{110\}_{\beta}$ et les $\langle 112 \rangle_{\beta}$ provient du déplacement atomique sur le plan $(11\bar{2})_{\beta}$ dans la direction $[111]_{\beta}$ comme indiqué dans les tableaux 4 et 5.

Table 4 g.u réflexions dans les diagrammes de diffraction des axes des zones $[010]_{\beta}$ et $[011]_{\beta}$ dans la phase β induite par la ECP.

Shear plane	Zone axis ug	$[010]_{\beta}$			$[011]_{\beta}$		
		$(101)_{\beta}$	$(002)_{\beta}$	$(\bar{1}01)_{\beta}$	$(\bar{2}1\bar{1})_{\beta}$	$(\bar{2}00)_{\beta}$	$(01\bar{1})_{\beta}$
$(01\bar{1})_{\beta}$	$[011]_{\beta}$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	=0	=0	=0
$(1\bar{1}0)_{\beta}$	$[110]_{\beta}$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$(110)_{\beta}$	$[\bar{1}10]_{\beta}$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$(011)_{\beta}$	$[0\bar{1}1]_{\beta}$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$
$(10\bar{1})_{\beta}$	$[101]_{\beta}$	$\neq 0$	$\neq 0$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$(101)_{\beta}$	$[\bar{1}01]_{\beta}$	$=0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$

Table 5 g.u réflexions dans les diagrammes de diffraction des axes des zones $[111]_{\beta}$ et $[113]_{\beta}$ dans la phase β induite par la ECP.

Shear plane	Zone axis	$[111]_{\beta}$				$[113]_{\beta}$		
	ug	$(10\bar{1})_{\beta}$	$(1\bar{1}0)_{\beta}$	$(0\bar{1}1)_{\beta}$	$(\bar{1}\bar{1}2)_{\beta}$	$(1\bar{1}0)_{\beta}$	$(\bar{2}\bar{1}1)_{\beta}$	$(\bar{1}\bar{2}1)_{\beta}$
$(11\bar{2})_{\beta}$	$[111]_{\beta}$	=0	=0	=0	=0	=0	≠0	≠0
$(\bar{2}11)_{\beta}$	$[\bar{1}11]_{\beta}$	≠0	≠0	=0	≠0	≠0	≠0	=0
$(121)_{\beta}$	$[1\bar{1}1]_{\beta}$	=0	≠0	≠0	≠0	≠0	=0	≠0
$(112)_{\beta}$	$[1\bar{1}\bar{1}]_{\beta}$	≠0	=0	≠0	≠0	=0	≠0	≠0

Sur la base des systèmes révélés et des relations d'orientation entre les précipités β parents et les deux structures, les correspondances atomiques des structures de transition avec les deux structures hexagonales (η and ω) ont été ensuite établies, comme illustré aux Fig. 16 et 17.

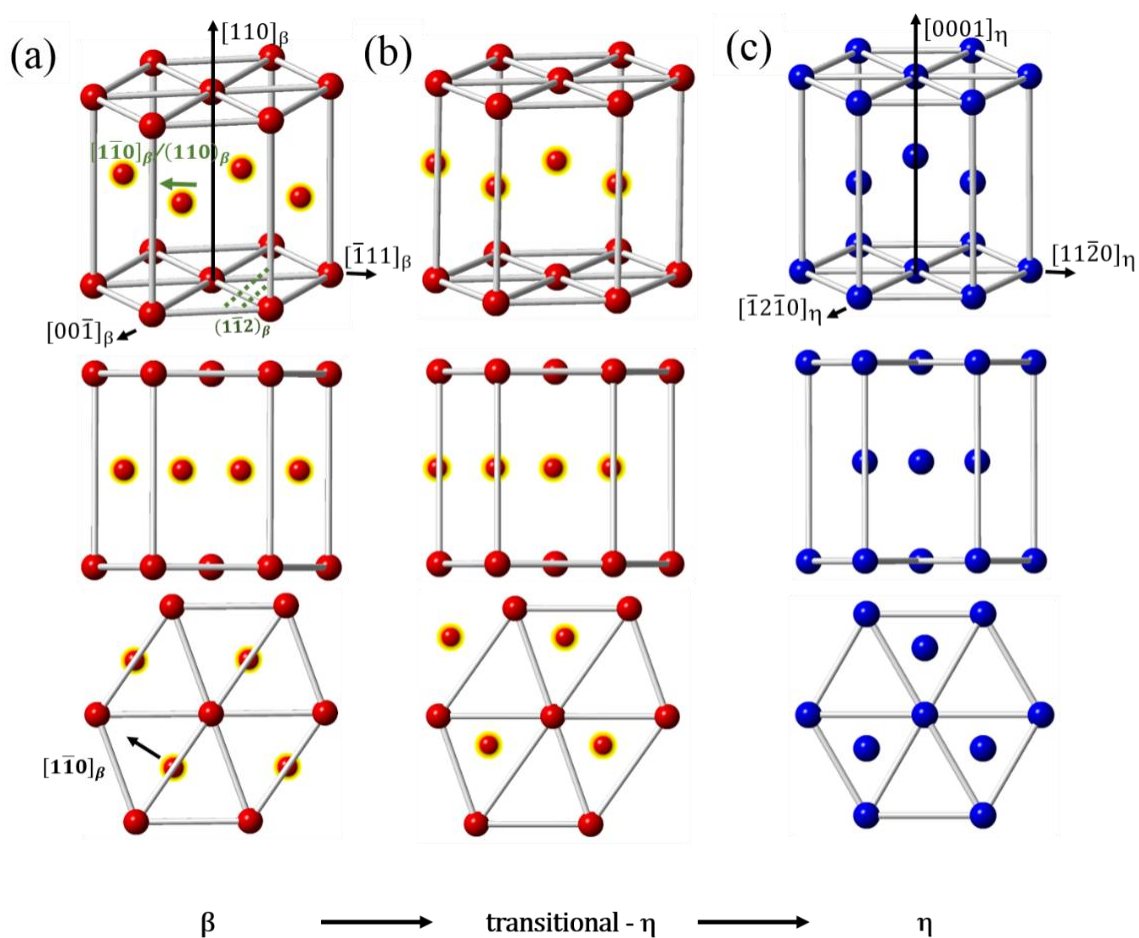


Fig. 16 3D, front view and top view of the lattice correspondences from β (a) to η (c) structure under the Burgers OR.

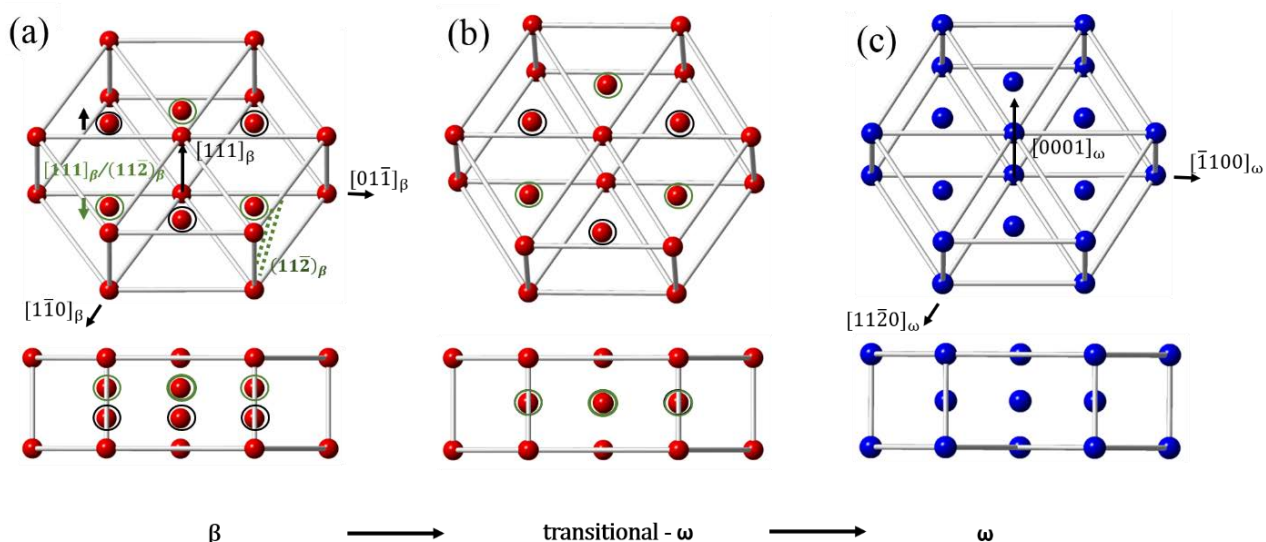


Fig. 17 3D and front view of the lattice correspondences from β (a) to ω structure (c) under the Blackburn OR.

En examinant attentivement la distorsion du réseau, nous pouvons constater que chaque changement de structure implique deux étapes de déplacement atomique. Pour la structure η , la première étape est le brassage atomique de chaque second plan $\{110\}_\beta$ dans la direction $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta$ et la seconde est un changement de structure principalement par un cisaillement sur le $\{1\bar{1}2\}_\beta / \langle \bar{1}11 \rangle_\beta$. Pour la structure ω , le premier est un mélange atomique de chaque second et troisième plan $\{11\bar{2}\}_\beta$ dans les directions $\pm[111]_\beta$ puis les déformations normales dans trois directions perpendiculaires ($\langle 111 \rangle_\beta$, $\langle 11\bar{2} \rangle_\beta$ and $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta$).

6 Conclusions

Ce travail porte sur les caractéristiques microstructurales et cristallographiques des alliages Cu-40%Zn traités par Electric Current Pulse (ECP). La relation d'orientation (RO) de transformation de phase et sa corrélation avec les défauts cristallins ont été étudiés. Les mécanismes de formation des défauts cristallins dans la phase mère et des sous-structures dans les précipités β induit par L'ECP ont également été étudiés. Sur la base de l'observation expérimentale et des calculs théoriques, les principales conclusions peuvent être tirées comme suit:

La transformation de la phase α en β peut être induite par un traitement ECP avec

formation de précipités fins β pouvant persister à température ambiante. Avec l'augmentation de la densité de courant électrique, la quantité de précipités et les sites de formation augmentent des joints de grains α à l'intérieur des grains. Les précipités β suivent différentes RO en fonction du site de formation. Les joints de grains β sont en RO Kurdjumov-Sachs(KS); tandis que les β intragranulaires sont en Nishiyama-Wasserman (NW). Dans les premiers sites, on observe des dislocations $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$, alors que dans les seconds, les fautes d'empilements $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$ sont présentes. Les analyses de déformation de transformation ont révélé que, en RO KS, la déformation maximale du réseau requise est un cisaillement sur le système $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$, tandis qu'en NW, la déformation maximale correspond à un cisaillement sur le système $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$. Ainsi, les dislocations $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$ existants le long des joints de grains α fournissent la précontrainte requise par la transformation KS, alors que les fautes d'empilement $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$ entourées par les dislocations partielles $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$ offrent une précontrainte facilitant la transformation NW.

Différents types de défauts cristallins sont formés dans la matrice α par les traitements ECP en fonction de la densité de courant. À faible densité, une grande quantité de fautes d'empilement $\{111\}_\alpha / \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha$, puis des nano-mâcles sont produites dans la matrice α . A haute densité, des réseaux de dislocations sont formés à proximité des précipités β composés de dislocations coins parfaites $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$ et des dislocations de Frank. La différence de volume entre le phases α et β analysée avec la déformation de transformation révèle que cette dernière nécessite une dilatation dans la direction $[1\bar{1}0]_\alpha$ et une contraction dans la direction $[111]_\alpha$. La première entraîne l'apparition de dislocations coins $\{111\}_\alpha / \langle 1\bar{1}0 \rangle_\alpha$ devant les larges faces $\{3\bar{1}1\}_\alpha$ et la dernière induit la formation des dislocations de Frank devant les larges faces $\{121\}_\alpha$. Ainsi, des réseaux de dislocations se forment le long des bords des grandes faces des précipités β où les deux types de dislocations se rencontrent.

De plus, les précipités β contiennent deux types d'agrégats atomiques de taille nanométrique de structure η en RO Burgers et de structure ω en RO Blackburn avec la matrice β . Ils ont été formés par un déplacement atomique en deux étapes. Pour la structure η , la première étape est le brassage atomique de chaque second plan $\{110\}_\beta$ dans la direction

$\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\beta}$ et la seconde consiste en un changement de structure principalement par un cisaillement selon $\{1\bar{1}2\}_{\beta}/\langle \bar{1}11 \rangle_{\beta}$. Pour la structure ω , le premier est un mélange atomique sur chaque deuxième et troisième plan $\{11\bar{2}\}_{\beta}$ dans les directions $\pm[111]_{\beta}$, puis des déformations normales dans trois directions perpendiculaires ($\langle 111 \rangle_{\beta}$, $\langle 11\bar{2} \rangle_{\beta}$ et $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\beta}$). L'apparence concomitante des deux structures réside dans le fait que l'augmentation de volume accompagnant la formation de η peut être annulée par la diminution de volume accompagnant la distorsion ω , ce qui minimise l'énergie de déformation de transformation.

7 Références

1. Bogers A J, Burgers W G. Partial dislocations on the $\{110\}$ planes in the BCC lattice and the transition of the FCC into the BCC lattice[J]. *Acta Metallurgica*, 1964, 12(2): 255-261.
2. Olson G B, Cohen M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations[J]. *Journal of the Less Common Metals*, 1972, 28(1): 107-118.
3. Christian J W. A theory of the transformation in pure cobalt[J]. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 1951, 206(1084): 51-64.
4. Anantharaman T R, Christian J W. The existence of a macroscopic shear in the transformation in cobalt[J]. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 1952, 43(347): 1338-1342.
5. Votava E. Electron microscopic investigation of the phase transformation of thin cobalt samples[J]. *Acta Metallurgica*, 1960, 8(12): 901-904.
6. Waitz T, Karnthaler H P. The fcc to hcp martensitic phase transformation in CoNi studied by TEM and AFM methods[J]. *Acta Materialia*, 1997, 45(2): 837-847.
7. Hitzenberger C, Karnthaler H P. Weak-beam TEM study of the hcp to fcc martensitic phase transformation lamellae in CoNi[J]. *Philosophical Magazine A*, 1991, 64(1): 151-163.
8. Aufrecht J, Leineweber A, Duppe V, et al. Transformation–dislocation dipoles in Laves phases: A high-resolution transmission electron microscopy analysis[J]. *Journal of Materials Research*, 2010, 25(10): 1983-1991.
9. Seeger A, *Metallk Z.* 44, 247 (1953); CAS| Web of Science® Times Cited: 129 Z[J]. *Metallk*, 1956, 47: 653.
10. Bollmann W. On the phase transformation of cobalt[J]. *Acta Metallurgica*, 1961, 9(10): 972-975.

11. Li S, Imai H, Atsumi H, et al. Characteristics of high strength extruded BS40CrFeSn alloy prepared by spark plasma sintering and hot pressing[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, 493(1-2): 128-133.
12. Li S, Imai H, Kondoh K. Microstructure, Phase Transformation, Precipitation Behavior and Mechanical Properties of P/M Cu40Zn–1.0 wt% Ti Brass Alloy via Spark Plasma Sintering and Hot Extrusion[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, 29(11): 1018-1024.
13. Peng K, Su L, Shaw L L, et al. Grain refinement and crack prevention in constrained groove pressing of two-phase Cu–Zn alloys[J]. *ScriptaMaterialia*, 2007, 56(11): 987-990.
14. Zhang Z J, Duan Q Q, An X H, et al. Microstructure and mechanical properties of Cu and Cu–Zn alloys produced by equal channel angular pressing[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(12): 4259-4267.
15. Cornelis I, Wayman C M. Phase transformations in metastable β' CuZn alloys—I. Martensitic transformations[J]. *ActaMetallurgica*, 1974, 22(3): 291-300.
16. Cornelis I, Wayman C M. Phase transformations in metastable β' CuZn alloys—II. Isothermal transformations[J]. *ActaMetallurgica*, 1974, 22(3): 301-311.
17. Dames G J, Kallend J S, Morris P P. The quantitative prediction of transformation textures[J]. *ActaMetallurgica*, 1976, 24(2): 159-172.
18. Yasuda H Y, Sakata T, Umakoshi Y. Variant selection in transformation texture from the β to α phase in Cu–40 mass% Zn alloy[J]. *ActaMaterialia*, 1999, 47: 1923-1933.
19. Sakata T, Yasuda H Y, Umakoshi Y. Formation process of transformation texture from the β to α phase in Cu-42mass% Zn alloy[J]. *Scriptamaterialia*, 2000, 5(43): 411-416.
20. Stanford N, Bate P S. Crystallographic variant selection in α – β brass[J]. *Actamaterialia*, 2005, 53(3): 859-867.
21. Troiani H E, Pelegrina J L, Ahlers M. The bcc-to-fcc phase transformation during dezincification of β -phase Cu–Zn[J]. *Philosophical Magazine A*, 1998, 78(6): 1253-1267.
22. Hu H, Smith C S. The formation of low-energy interfaces during grain growth in alpha and alpha-beta brasses[J]. *ActaMetallurgica*, 1956, 4(6): 638-646.
23. Mapelli C, Venturini R. Dependence of the mechanical properties of an α/β brass on the microstructural features induced by hot extrusion[J]. *Scriptamaterialia*, 2006, 54(6): 1169-1173.
24. Troiani H E, Baruj A. In situ optical microscopy study of a phase transformation induced by the dezincification of beta Cu–Zn[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 454: 441-445.
25. Hsu Y F, Wang W H. The effect of α_1 plates on the martensitic transformation and shape memory effect in a β Cu–Zn alloy[J]. *Materials characterization*, 2001, 46(5): 381-388.

26. Baruj A, Larochette P A, Sommadossi S, et al. Surface phase transformation induced by the dezincification of a beta Cu–Zn alloy on highly deformed systems[J]. *Applied Surface Science*, 2007, 254(1): 72-75.
27. Zhou Y Z, Zhang W, Guo J, et al. Diffusive phase transformation in a Cu–Zn alloy under rapid heating by electropulsing[J]. *Philosophical magazine letters*, 2004, 84(5): 341-348.
28. Wang X, Wang Y, Wang Y, et al. Oriented nanotwins induced by electric current pulses in Cu–Zn alloy[J]. *Applied Physics Letters*, 2007, 91(16): 163112.
29. Dai W, Wang X, Zhao L, et al. Formation of nanotwins in cold-rolled Cu-Zn alloy by electric current pulses[J]. *Materials Transactions*, 2011, 52(11): 2022-2026.
30. Wang X, Dai W, Wang R, et al. Enhanced phase transformation and variant selection by electric current pulses in a Cu–Zn alloy[J]. *Journal of Materials Research*, 2014, 29(8): 975-980.
31. Wang X, Liu M, Dai W, et al. Effect of electric current direction on the microstructural evolution and mechanical properties of a cold-rolled Cu–Zn alloy during the phase transformation induced by electric current pulses[J]. *Journal of Materials Research*, 2015, 30(16): 2500-2507.
32. B. Beausir, J.-J. Fundenberger, Université de Lorraine - Metz, 2017, ATEX - software, Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, www.atex-software.eu
33. Fundenberger J J, Morawiec A, Bouzy E, et al. Polycrystal orientation maps from TEM[J]. *Ultramicroscopy*, 2003, 96(2): 127-137.
34. Morawiec A, Fundenberger J J, Bouzy E, et al. EP—a program for determination of crystallite orientations from TEM Kikuchi and CBED diffraction patterns[J]. *Journal of Applied Crystallography*, 2002, 35(2): 287-287.