

Université Paris 13 – Ecole doctorale Galilée (ED 146)
LSPM-CNRS (UPR3407)

THÈSE DE DOCTORAT

pour l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR

Spécialité : « Mécanique mention Matériaux »

Présentée par : **Bermane BÉUCIA**

« Étude des liens entre écrouissage/restauration et croissance de grains dans les polycristaux métalliques thermomécaniquement transformés »

Soutenance prévu le : 25 Mai 2016

Devant un jury composé de :

(Rapporteur)	Nathalie BOZZOLO	Professeur (Mines Paris-Tech)
(Rapporteur)	Frédéric CHRISTIEN	Professeur (Mines Saint-Etienne)
(Examineur)	Brigitte BACROIX	Directrice de recherche, LSPM/Université Paris 13
(Examineur)	Patrick FRANCIOSI	Directeur de Recherche, CNRS/Université Paris 13
(Examineur)	Yannick CHAMPION	Directeur de recherche CNRS
(Examineur)	Sylvain QUEYREAU	Maitre de conférence, Université Paris 13

Remerciements

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	7
INTRODUCTION	9
CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	13
1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	15
1.1 GENERALITES SUR LES JOINTS DE GRAINS.....	17
1.1.1 Description géométrique d'un joint de grain	17
1.1.2 Description mécanique d'un joint de grain en termes de dislocations intrinsèques	19
1.1.3 Joints de grains en tant qu'unités structurales.....	21
1.1.4 Les défauts cristallins des joints de grains.	21
1.1.5 Désorientation de joints de grains	22
1.2 ENERGIE ET MOBILITE DES JOINTS.	22
1.2.1 Mobilité et migration des joints de grains	25
1.2.2 Energie stockée et migration des joints	29
1.3 TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES METTANT EN ŒUVRE LA MOBILITE DES JOINTS	31
1.3.1 La restauration	31
1.3.2 La recristallisation	33
1.3.3 Croissance des grains	36
1.3.3.1 Le mécanisme SIBM	37
1.3.3.2 Croissance normale et anormale	40
1.4 FACTEURS AFFECTANT LA CROISSANCE DES GRAINS	41
1.4.1 Influence de la gravure thermique.....	41
1.4.2 Influence des jonctions triples.	42
1.5 PLASTICITE	43
1.5.1 Déformation plastique et énergie stockée	45
1.5.2 Interactions dislocations et joints de grains	46
1.6 CONCLUSION	48
CHAPITRE 2 : DEMARCHE EXPERIMENTALE	51
2 DEMARCHE EXPERIMENTALE	53
2.1 PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	53
2.1.1 Le laminage à froid	53
2.1.2 Découpe des échantillons pour traitement thermomécanique.....	54
2.1.3 Polissage.....	54
2.1.4 Attaque chimique.....	56
2.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION.....	57
2.2.1 La microscopie électronique à balayage.....	57
2.2.1.1 Imagerie	58
2.2.1.2 Analyse EBSD	59
2.2.1.3 Analyse en spectrométrie par dispersion d'énergie de rayons X	61
2.2.2 Essais thermomécaniques	62
2.2.2.1 Les essais in situ	62
2.2.2.2 Les essais de dureté.....	63
2.2.3 Analyse par microscopie à force atomique	63
2.3 PROTOCOLE EXPERIMENTAL.....	65
2.4 OUTILS DE TRAITEMENT DES DONNEES	68
2.4.1 Cartographie d'orientation.....	68
2.4.2 Cartographie en Indice de qualité (IQ).....	68
2.4.3 Calcul de la taille de grains.....	69
2.4.4 Désorientations des joints	70
2.4.5 Traitement AFM.....	70

CHAPITRE 3 : RESULTATS EXPERIMENTAUX	73
3 RESULTATS EXPERIMENTAUX	75
3.1 CARACTERISATION DU MATERIAU INITIAL	76
3.2 RECRISTALLISATION DES ECHANTILLONS LAMINES A 85% ET 90%	78
3.2.1 Détermination de la température de recuit des échantillons S85 et S90	78
3.2.1.1 Analyse de l'échantillon S90.....	78
3.2.1.2 Analyse de l'échantillon S85 après recuit R1.....	81
3.2.1.3 Comparaison des deux échantillons	83
3.3 ÉTUDE DES ECHANTILLONS APRES L'ETAPE DE PETITE DEFORMATION PLASTIQUE	84
3.3.1 Echantillon S85	84
3.3.1.1 Première étape de déformation de 3%	84
3.3.1.2 Deuxième étape de déformation de 3% (R2 + 3%)	86
3.3.2 Echantillon S90 déformé de 3% (R1+ 3%)	91
3.4 EVOLUTION DES MICROSTRUCTURES IN SITU LORS DES RECUITS DE CROISSANCE (R2 ET R3)	93
3.4.1 Echantillon S85 après recuit R2	93
3.4.2 Echantillon S85 R3.....	96
3.4.3 Echantillon S90 R1.....	98
3.5 ANALYSE DES MICROSTRUCTURES A LA FIN DU RECUIT DE CROISSANCE	100
3.5.1 Echantillon S85 étape 1	100
3.5.2 Echantillon S85 étape 2	102
3.5.3 Echantillon S90 après le recuit R2.....	104
3.6 OBSERVATIONS EN PROFONDEUR.....	106
3.7 BILAN DES RESULTATS	110
CHAPITRE 4 : ANALYSE DE LA MOBILITE DES JOINTS DE GRAINS.....	111
4 ANALYSE DE LA MOBILITE DES JOINTS DE GRAINS.....	113
4.1 METHODOLOGIE DE TRAITEMENT D'IMAGE	114
4.2 SIMULATION NUMERIQUE DE LA PLASTICITE DES GRAINS ETUDIES.....	117
4.2.1 Résultats de la simulation numérique.....	119
4.3 MOBILITE ET DENSITE DE DISLOCATIONS	120
4.4 EFFETS DE LA DESORIENTATION ET DE LA COURBURE SUR LA MIGRATION DES JOINTS DE GRAINS ...	122
4.4.1 Étude de la désorientation des joints de grains.....	123
4.4.2 Étude de l'énergie de courbure des joints de grains	124
4.5 INFLUENCE DE L'ENERGIE STOCKEE PAR LA DEFORMATION ET DE LA COURBURE SUR LA MIGRATION DES JOINTS	126
4.6 ÉTUDE 2D DES CAS PARTICULIERS DU DIAGRAMME DE MOBILITE.....	134
4.6.1 Effet de la gravure thermique	135
4.6.2 Les points triples	137
4.7 ÉTUDE 3D DES CAS PARTICULIERS	140
4.7.1 Analyse 3D par AFM.....	140
4.7.1 Étude de la profondeur	146
4.8 ÉVALUATION DE LA VITESSE DE MOBILITE DES JOINTS EN FONCTION DU DEPLACEMENT DES JOINTS	148
CONCLUSION PARTIELLE.....	153
CHAPITRES : CONCLUSION GENERALE.....	155
5 CONCLUSION ET PERSPECTIVES	157
5.1 CONCLUSION	157
5.2 PERSPECTIVES	159
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	161
ANNEXES A	167
ANNEXE A1.....	167

ANNEXE A2	171
ANNEXE A3	175
ANNEXES B	179
ANNEXE C	185
ANNEXE D	187

Introduction générale

Introduction

La métallurgie existe depuis que les premiers hommes ont su extraire de la terre les métaux qu'ils ont progressivement appris à travailler pour les besoins de leur vie quotidienne. Les métaux sont travaillés à la masse, au feu et à l'eau, le second rendant le travail de la première plus facile et le troisième calmant l'effet du second plus vite que l'air. Depuis toujours, la mise en forme des métaux d'abord plus ou moins purs puis délibérément alliés de diverses manières a constitué une activité fondamentale de toutes les sociétés humaines, au travers des civilisations, en temps de paix comme en temps de guerres.

Comme dans les autres domaines, la connaissance empirique initiale des traitements les mieux appropriés selon les applications visées et le matériau disponible a été progressivement améliorée grâce aux approches plus rationnelles des sciences et grâce aux progrès des techniques de caractérisation, dont l'un des avènements fondamentaux récents est celui de la microscopie optique, puis la microscopie électronique à balayage et à transmission. Sans cette capacité à aller observer au plus près des structures fines de ces matériaux, les raisons de leur comportement (résistance, fragilité, rupture...), il n'aurait jamais été possible de faire accomplir à la métallurgie le parcours menant à sa modernité et efficacité actuelle.

Que la structure des métaux fut celle d'un assemblage de grains s'observa bien avant que l'on sache à quoi était due leur capacité à se déformer et à garder quasiment la forme imposée. En effet, on sait bien aujourd'hui que les tailles de ces grains de métal sont assez grandes parfois pour être visibles à l'œil nu. Aujourd'hui, on parlera plus volontiers de croissance anormale dès lors que des grains de métal ont une taille supérieure à une ou deux centaines de microns. Car, il fut également observé très tôt que pour un métal donné (tous les métaux – fer, cuivre, bronze, etc. - ne se valant pas), plus petite était la taille de grains, plus dur était de déformer le matériau, ce qui peut avoir ses avantages mais aussi ses inconvénients.

Les grains ultrafins qui conduisent à l'indéformabilité sous l'effort ne sont qu'un épisode contemporain de cette histoire millénaire. Les mécanismes de cette déformation irréversible sauf à renverser l'effort fourni pour la produire, dite plastique, furent l'objet d'études théoriques qui elles aussi prirent leur essor au vingtième siècle en combinant réflexions et observations.

La ou plutôt les structures cristallines des grains de métal furent le premier élément déterminant de cette compréhension de la plasticité. La clé vint cependant d'avoir compris que le cristal parfait aurait une résistance à la déformation plastique bien supérieure à celle couramment constatée, et que ses imperfections étaient donc à l'origine de cette mise en forme accessible. L'idée de dislocation, défaut linéaire du réseau cristallin, prima – comme souvent dans les grandes découvertes – sur son observation. Les défauts ponctuels (lacunes ou impuretés de toutes sortes) firent également au long des siècles l'objet d'intenses investigations de par le monde. À l'heure actuelle, la plasticité des métaux et alliages s'appuie sur des modélisations qui savent prendre en compte, sur des échelles allant de l'atome à l'objet macroscopique, l'essentiel des mécanismes élémentaires responsables, en mettant en mouvement ces défauts et les faisant interagir et se multiplier ou se résorber, selon les sollicitations thermomécaniques appliquées.

De tous ces mécanismes élémentaires associés aux défauts présents dans un métal, le plus mal connu ou ce qui résiste le plus à la compréhension d'une part et à la représentation (modélisation) d'autre part est celui des défauts surfaciques que constituent les frontières séparant les grains voisins d'un métal, les joints de grains.

Si l'on a compris que plus leur réseau est dense (plus les grains sont petits) plus ils confèrent au métal une résistance élevée à température donnée, les mécanismes se compliquent lorsqu'ils se mettent à être mobiles, qu'ils participent à la déformation (par du glissement aux joints par exemple), qu'ils absorbent (s'il y en a) des dislocations dans leur mouvement, parfois pour en réémettre, parfois pour au contraire en débarrasser drastiquement l'intérieur des grains. Tous ces phénomènes sont thermiquement activés et nécessitent que la température subie par le métal soit une fraction substantielle de sa température de fusion. Pour certains métaux (plomb, étain, aluminium...), cela se produit à des températures relativement basses.

Le présent travail est une contribution à l'étude de ces défauts encore mal connus que sont les joints de grains, dans un type particulier de sollicitation où ils sont susceptibles de se déplacer et qui combine les effets de déformation plastique et de température.

Par rapport à l'immense quantité de travail les concernant depuis quelques décennies, preuve d'un enjeu capital pour les prochaines avancées de la métallurgie, nous nous sommes fixé l'objectif d'évaluer la principale loi de mobilité de joints de grains actuellement en usage. Dans un premier temps, nous avons tenté d'apprécier si, de manière statistique, elle s'applique

sur une séquence simple, voire ordinaire, de petite déformation plastique suivie d'un traitement thermique de mise en mobilité. Dans un second temps, nous avons examiné un certain nombre de sites (de joints), et notamment, ceux pour lesquels cette loi de mobilité semblait en défaut. Ce travail, s'il s'appuie sur quelques simulations numériques de plasticité de polycristaux, reste essentiellement expérimental et est réalisé sur l'aluminium pur exclusivement.

Le chapitre 1 rassemble une bibliographie orientée conformément à notre objectif. Nous présentons les généralités sur les joints de grains, les grandes catégories de joints et les énergies de joints. Nous verrons les différents mécanismes intervenant lors des traitements thermomécaniques liés à la mobilité des joints de grains. Quelques exemples de résultats déjà obtenus sur la migration des joints de grains de divers métaux notamment l'aluminium seront également présentés. Nous présentons les bases de la plasticité des polycristaux dont nous aurons besoin. Pour conclure, nous donnons le cadre dans lequel cette étude se place.

Le chapitre 2 présente la méthodologie expérimentale. La méthode de préparation des échantillons, les techniques de caractérisation ainsi que le mode de fonctionnement des différents matériels utilisés sont détaillés. Le protocole expérimental qui est utilisé pour suivre la migration des joints de grains est exposé. Les outils de traitement de données expérimentales utilisés sont également présentés.

Le chapitre 3 présente les résultats obtenus. Nous avons d'abord présenté la microstructure du matériau initial, puis la microstructure obtenue après chaque étape de traitement thermomécanique pour les deux types d'échantillons dont on a suivi la croissance des grains. Les résultats expérimentaux de la croissance des grains sont présentés de manière détaillée.

Dans le chapitre 4, nous présentons l'analyse des résultats. La loi de la mobilité des joints de grains est confrontée aux mesures et estimations faites pour l'ensemble des joints étudiés. Pour ce faire, les données expérimentales sont utilisées pour calculer l'énergie de courbure des joints de grains. Un code de calcul est utilisé pour estimer les densités de dislocations provenant de la déformation plastique. Après avoir examiné différentes variations possibles de cette loi de mobilité, les joints de grains qui ne semblent pas suivre cette loi de mobilité sont analysés plus en détail.

Le chapitre 5 présente la conclusion du travail ainsi que des perspectives adjacentes.

Chapitre 1 : Étude bibliographique

1 Étude bibliographique

L'intérêt pour l'étude des interfaces date de plus de 150 ans. Une littérature très abondante existe où différents auteurs cherchent à comprendre le mécanisme qui gouverne la mobilité des joints de grains dans les matériaux métalliques. Une bonne compréhension des mécanismes intervenant dans la croissance des grains est un prérequis fondamental pour contrôler la microstructure et les propriétés mécaniques de métaux selon le traitement métallurgique appliqué. Décrire le mouvement des interfaces n'est pas très simple parce qu'il dépend de nombreux paramètres tels que la structure atomique (type et désorientation), le taux de déformation plastique (l'énergie stockée), la température de recuit, etc. Parvenir à relier tous ces paramètres est nécessaire pour la compréhension du processus de migration des joints de grains lors des traitements thermomécaniques.

Dans ce premier chapitre, nous rassemblons d'abord les différentes définitions des joints de grains, et nous nous attardons sur les deux grandes catégories de joints couramment trouvées dans la littérature (partie 1.1). La section suivante (partie 1.2) présente les différents termes de l'énergie d'un joint, liés à sa structure, sa désorientation, et aux défauts de type dislocations présents dans son voisinage. Cette énergie est en partie responsable de la mobilité des joints. Les principales forces motrices de la croissance de grain sont examinées dans ce travail. Nous verrons ensuite les différents types de traitements thermomécaniques associés à la mobilité des joints de grains (partie 1.3). Dans la partie 1.4, nous présentons les différents facteurs affectant la croissance des grains : la température, le taux de déformation, la texture initiale, la gravure thermique et les points triples (jonctions). Ces deux derniers sont examinés plus en détail. Nous présentons en partie 1.5 les bases de la plasticité des polycristaux dont nous aurons besoin. Pour conclure cette partie, nous donnons le cadre dans lequel cette étude se place, celui de la migration de joints induite par déformation plastique, en anglais « Strain Induced Boundary Migration » (SIBM).

1.1 Généralités sur les joints de grains

Un joint de grain est une interface entre deux cristaux de même structure. La structure d'un joint de grains peut être définie selon la limite de résolution des instruments d'analyse. Le joint est rectiligne ou courbé à l'échelle micrométrique. Par contre, à l'échelle atomique, on observe des zones de dislocations dans l'interface (Gleiter 1969). Plusieurs théories sont utilisées pour la description d'un joint de grains. Parmi ces approches, on distingue : l'approche purement géométrique, l'approche en termes de dislocations, et l'approche en termes d'unités structurales.

1.1.1 Description géométrique d'un joint de grain

Neuf paramètres géométriques ou degrés de liberté sont nécessaires pour décrire pleinement un joint de grain : six paramètres définissent l'opération d'interface qui relie les deux cristaux adjacents et 3 paramètres déterminent le plan de l'interface (Priester 2011).

En considérant le joint de grain du bicristal présenté dans la Figure 1.1-1, la géométrie globale d'un joint est définie par l'orientation du plan du joint AB par rapport à l'un des deux cristaux (deux degrés de liberté) et par la plus petite rotation (θ) nécessaire pour faire coïncider les deux cristaux (trois degrés de liberté). Il existe ainsi cinq degrés de liberté macroscopiques qui définissent la géométrie du joint.

La périodicité du réseau cristallographique est rompue au niveau du joint de grains. Dans cette zone de désordre, on parle de volume libre qui correspond à l'espacement entre les positions atomiques dans les deux grains adjacents. Dans le cas des structures cubiques à faces centrées par exemple, cette distance est supérieure ou égale à la distance interatomique minimale.

De plus, la structure du joint dépend de quatre degrés de liberté microscopiques. Les quatre paramètres microscopiques sont d'une part les trois paramètres définissant la translation entre les grains (translation dans le plan du joint et expansion perpendiculaire au joint) et d'autre part le paramètre permettant de positionner l'interface sur la normale au plan du joint. Ces paramètres microscopiques sont dits énergétiques, ils se définissent généralement à partir de la structure atomique calculée la plus stable ou celle qui est observée expérimentalement par

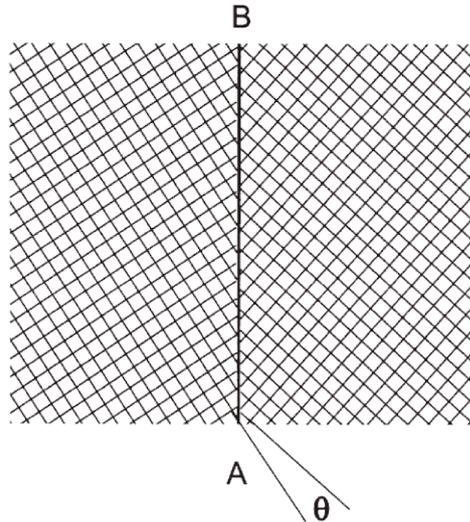


Figure 1.1-1 : Joint de grain désorienté d'un angle de 8° autour de l'axe normal à la page.
(F. Humphreys et Hatherly 2004)

microscopie électronique (Priester 2011). Un résumé de ces neuf paramètres géométriques est présenté dans le Tableau 1.1-1.

	Paramètres macroscopiques		Paramètres microscopiques	
	Nombre	Type	Nombre	Type
Opérations d'interface	2	Axe de rotation [uvw]	2	Translation dans le plan du joint t1 et t2
	1	Angle de rotation θ	1	Expansion normale au plan t3
Plans d'interface	2	Orientation du plan du joint n	1	Position du plan d
				$ d < n $

Tableau 1.1-1 : Les neuf degrés de liberté d'un joint de grains

Bollmann a développé la notion de coïncidence pour une description géométrique plus complète des joints de grains en faisant appel à la notion de bicristallographie où les deux réseaux sont interpénétrés (Bollmann 1970). Pour certaines opérations d'interface, les nœuds des réseaux sont dans des positions dites de coïncidence. Le réseau CSL (Coïncidence Site Lattice) est constitué par les nœuds communs aux deux réseaux adjacents.

Le degré de coïncidence, noté Σ , est le rapport du volume de la maille de coïncidence CSL et le volume de la maille primitive du cristal. Il peut aussi être considéré comme l'inverse de la fraction de nœuds communs entre les deux réseaux. En d'autres termes, un $\Sigma 5$ par exemple correspond à une désorientation telle qu'un nœud sur 5 à l'interface appartient aux réseaux des deux cristaux voisins. Ce degré de coïncidence peut se retrouver dans le joint de grain lorsqu'il est orienté de manière à contenir les sites communs comme illustré dans la Figure 1.1-2. Σ est un entier, impair pour les matériaux cubiques, qui varie d'une manière discontinue avec θ . Les joints de grains sont souvent caractérisés en se référant à cette notion de coïncidence.

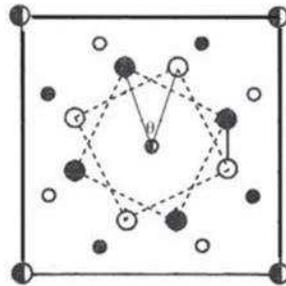


Figure 1.1-2 : Exemple de CSL $\Sigma 5$ dans un bicristal de structure cubique.

1.1.2 Description mécanique d'un joint de grain en termes de dislocations intrinsèques

Un joint de grain peut être décrit en termes de dislocations intrinsèques. Le joint constitue un défaut par rapport au cristal parfait. Un modèle de structure de joints de faible désorientation a été proposé par Read et Shockley (Read et Shockley 1950) et consiste en une distribution périodique de dislocations permettant l'accommodation d'une petite désorientation entre les deux grains adjacents.

Les dislocations introduites sont dites intrinsèques car elles sont nécessaires pour reproduire la structure du sous-joint. Un mur de dislocations coins distants de $\langle d \rangle$ et de même vecteur de burgers $\langle b \rangle$ accommode donc une désorientation $\theta = b/d$ (Figure 1.1-3) ; il forme un sous-joint de flexion symétrique.

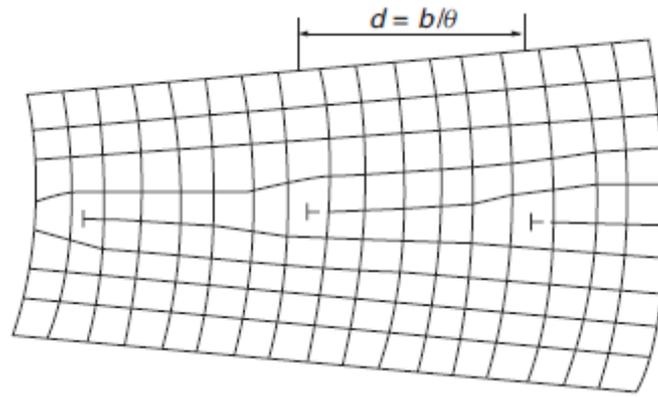


Figure 1.1-3 : modèle de sous joint de Read et Shockley

Le modèle de Read et Shockley a permis aussi de calculer l'énergie du joint comme la somme des énergies des dislocations présentes :

$$\gamma = \gamma_0 \theta (A - Ln\theta) \quad \text{Équation 1.1-1}$$

A et γ_0 sont des constante qui sont données par les équations 1.1-2 et 1.1-3

$$A = 1 + Ln\left(\frac{b}{2\pi r_0}\right) \quad \text{Équation 1.1-2}$$

$$\gamma_0 = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)} \quad \text{Équation 1.1-3}$$

r_0 est le rayon de cœur des dislocations et b est le vecteur de burgers ; μ est le module de cisaillement, ν est le coefficient de Poisson.

L'Équation 1.1-1 est valable pour les joints de faibles désorientations inférieures à 15° , valeur à laquelle la distance entre les dislocations est en général tel que les cœurs se touchent. Le modèle de Read et Shockley a été par la suite généralisé à tout joint de grain. Une approche continue a été proposée par Franck (Franck 1950) et Bilby (Bilby 1955), elle est fondée sur une distribution continue de dislocations accommodant la désorientation. Cette approche décrit toute interface comme une surface de dislocations caractérisée par une densité de vecteur de burgers ou par un tenseur du second rang de surface de dislocations.

1.1.3 Joints de grains en tant qu'unités structurales

L'arrangement atomique dans les joints de grains a aussi été décrit en termes d'unités structurales (Hornstra 1959; Hornstra(b) 1960). Le modèle des unités structurales stipule que tout joint est constitué d'unités structurales qui sont des polyèdres réguliers plus ou moins complexes. Si le joint est périodique, les unités structurales se reproduisent périodiquement.

Les joints de types AAA constitués d'une seule unité structurale sont dits favorisés et correspondent à des minima d'énergie : ce sont par exemple des joints de flexion symétrique $\Sigma = 3 \{111\}$ et $\Sigma = 11 \{113\}$ dans les matériaux cubique à face centrées. Les joints coïncidents non favorisés sont dits singuliers et possèdent une courte période constituée de plusieurs unités structurales par exemple ABAB. Les joints généraux ont une séquence complexe d'unités structurales.

La description en termes d'unités structurales s'applique principalement à des joints de flexion autour d'axe de bas incidences ; les joints de torsion sont plus difficiles à décrire en ces termes (Schwartz, Vitek, et Sutton 1985). Dans les joints de plans à hautes incidences, on ne peut pas discriminer parmi les structures multiples possibles celle qui sera la plus probable.

1.1.4 Les défauts cristallins des joints de grains.

Il existe trois types de défauts cristallins qui peuvent déranger la structure d'un joint de grains. Il s'agit :

- ✓ des défauts ponctuels qui sont des lacunes, les atomes interstitiels et substitutionnels, des
- ✓ défauts linéaires qui sont les dislocations extrinsèques, des
- ✓ défauts volumiques qui sont les précipités, les inclusions, etc.

Les défauts ponctuels présentent souvent une plus grande densité aux joints. Ils peuvent se former au moment de l'élaboration du matériau ou provenir d'une redistribution entre les cristaux et les différents sites des joints de grains lors d'un traitement thermique. Il s'agit d'un phénomène de ségrégation. La ségrégation intergranulaire affecte les structures, les énergies des joints ainsi que leurs défauts et leurs comportements.

Les défauts linéaires jouent un rôle privilégié dans le comportement mécanique d'un matériau. Cependant, leurs interactions avec les deux autres défauts, ponctuels et volumiques, entraînent une modification notable de leurs effets sur la déformation plastique et sur la rupture d'un polycristal.

1.1.5 Désorientation de joints de grains

Les joints de grains peuvent être divisés en deux grandes catégories : ceux dont la désorientation (θ) est supérieure à 15° qu'on appelle joints de grains de forte désorientation, HAGB (High Angle Grain Boundary) et ceux dont la désorientation est inférieure à 15° appelés joints de grains à faible désorientation, LAGB (Low Angle Grain Boundary).

En général, les LAGB sont ceux qui peuvent être considérés comme composés de réseaux de dislocations et dont la structure et les propriétés varient en fonction du défaut d'orientation. Les deux principaux joints de grains de faible désorientation sont des joints de flexion et des joints de torsion.

Un joint est dit de flexion si l'axe de rotation est contenu dans le plan du joint. Le joint est dit de torsion si l'axe de rotation est perpendiculaire au plan du joint. Le joint est dit mixte si l'axe est incliné.

En général, la structure et les propriétés d'un joint de grain HAGB ne dépendent pas de la désorientation. Cependant, certains joints de grains de forte désorientation ont des structures et des propriétés particulières, c'est le cas des joints spéciaux appelés également joints coïncidents.

1.2 Energie et mobilité des joints.

Les joints de grains sont classés en fonction de leur énergie. Suivant ce classement, on distingue plusieurs types de joints : général, singulier et vicinal.

Un joint est dit général si son énergie est maximale et si celle-ci varie peu avec le paramètre géométrique considéré. Le critère de désorientation est le critère qui est généralement retenu.

Un joint est dit singulier s'il correspond à un minimum très profond dans la courbe qui relie l'énergie des joints à un des paramètres macroscopiques.

Un joint est dit vicinal si son énergie est proche de celle du joint singulier.

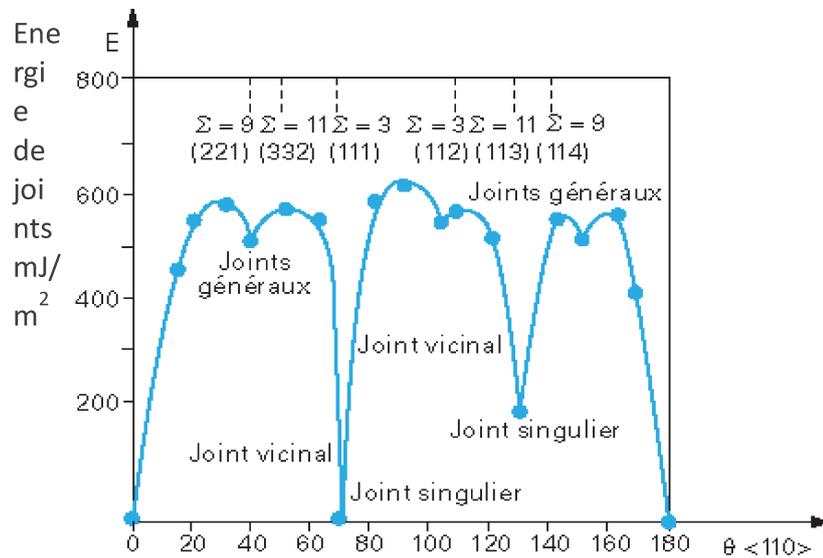


Figure 1.1-4 : Energie des joints en fonction de la désorientation.

L'énergie d'un joint faible désorientation est donnée par la formule de Read et Shockley (Read et Shockley 1950), donnée par l'Équation 1.1-1 et rappelée ici :

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

Soit $\theta = b/d$ (voir la Figure 1.1-3)

En se basant sur l'Équation 1.1-1, on constate que l'énergie du joint de faible désorientation augmente avec θ . La Figure 1.1-5 montre que quand θ augmente, l'énergie liée aux dislocations intrinsèques diminue tandis que l'énergie d'un joint de grain augmente.

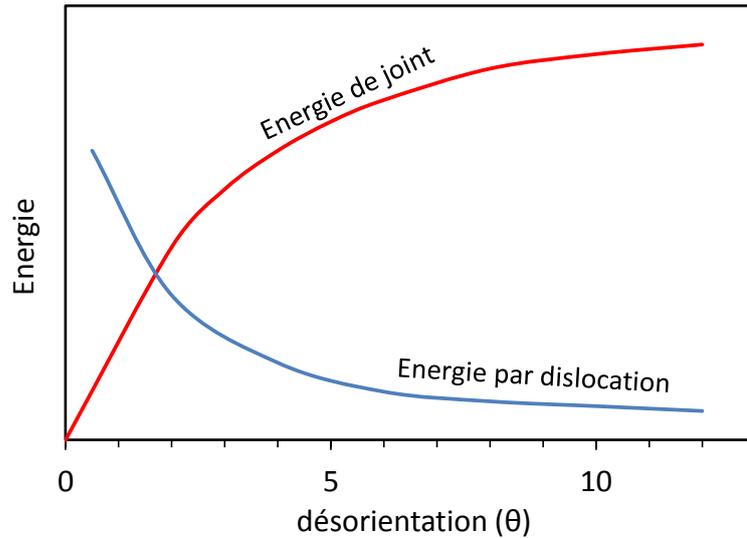


Figure 1.1-5 : *Energie d'un joint de flexion et l'énergie par dislocation en fonction de la désorientation*

L'Équation 1.1-1 ne peut pas être utilisée pour les joints de grains de grande désorientation. À partir de 15° les cœurs des dislocations se chevauchent cette équation devient inappropriée.

L'énergie du joint (γ_s) et la désorientation (θ) sont donc normalisées par (γ_m) et (θ_m) respectivement (Read 1953). Ce sont des paramètres pour $\theta = 15^\circ$, c'est la frontière communément reconnue entre joint de faible et forte désorientation.

L'Équation 1.1-1 devient :

$$\gamma = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m}\right) \quad \text{Équation 1.1-4}$$

$\gamma_m = 0.324 \text{ J/m}^2$ pour les joints généraux dans l'aluminium (Murr 1975)

$\gamma_m = 0.075 \text{ J/m}^2$ pour les joints coïncidents cohérents qui correspondent à des minima d'énergie.

Au-delà de la simple corrélation entre énergie de joint et désorientation, cette énergie dépend également fortement de la structure du joint. Des simulations numériques ont été faites dans les matériaux CFC sur la structure d'un joint de grains et son énergie en prenant en compte les cinq paramètres macroscopiques qui définissent sa géométrie (Hasson et al. 1972; Wolf(b) 1998; Schwartz, Bristowe, et Vitek 1988; Schmidt et al. 2009; Schwartz, Vitek, et Sutton 1985).

Ces simulations montrent que le plan du joint doit être pris en compte dans la définition de l'énergie des joints.

D'autres études ont été faites pour étudier le lien entre le plan d'un joint et son énergie. Ces études considèrent des joints de grains ayant des plans $\{111\}$ et $\{100\}$, des joints de grains ayant des plans $\{110\}$ et $\{113\}$, des joints de flexions symétriques et asymétriques, et des joints $\Sigma 3$ (Wolf(e) 1989; Wolf(b) 1998; Tschopp et McDowell 2007; Wolf(c) 1990; Schmidt et al. 2009). Plus récemment, des travaux expérimentaux ont été faits en vue de déterminer la structure d'un joint de grain en fonction de sa géométrie dans l'aluminium (Yang, Rollett, et Mullins 2001). Toutes ces études montrent qu'il existe une relation entre le plan du joint et l'énergie du joint. L'énergie du joint varie quand le plan change.

Des résultats de simulations obtenus par Olmsted et al. sur les propriétés des joints de grains dans les métaux CFC montrent que des joints de grains peuvent avoir des énergies différentes s'ils ont des plans différents (Olmsted, Foiles, et Holm 2009). 41 joints $\Sigma 3$ ayant tous la même désorientation, mais des plans de joints différents, ont été étudiés. Les joints $\Sigma 3$ dans le nickel ont des énergies variant de 0.06J/m^2 à 1.0J/m^2 suivant le plan étudié. L'énergie d'un joint $\Sigma 11$ peut passer du simple au double quand le plan du joint change, et même être multipliée par 10 pour un joint $\Sigma 3$ dans le plan $\{112\}$ au lieu du plan $\{111\}$. L'énergie d'un joint $\Sigma 3$ cohérent est plus petite que celle d'un joint $\Sigma 3$ non cohérent. Les joints de torsion de plan $\{111\}$ et $\{110\}$ ont systématiquement de faibles énergies et ils suivent le modèle de l'énergie des joints de grains de Read et Shockley. Les joints de flexion symétriques $\Sigma 11$ 50.48° de plan $\{110\}$ ont également des énergies faibles.

1.2.1 Mobilité et migration des joints de grains

La migration des joints de grains est un phénomène qui est couramment observé lors des traitements thermomécaniques des métaux. Lors de ces traitements, il peut y avoir de plus la création de nouveaux joints : des joints de grains de faible désorientation s'obtiennent en général suite à un processus de restauration, tandis que les joints de grains de forte désorientation proviennent d'un processus de recristallisation (germination de nouveaux grains). Des processus atomistiques se produisent rapidement au cours de la migration des joints de grains à haute température, ce qui rend difficile la compréhension du mécanisme

expérimentalement. Il n'est donc pas facile de déterminer la mobilité intrinsèque d'un joint de grains.

Le mécanisme de la migration des joints de grains dépend de plusieurs paramètres comprenant la structure et le plan du joint. Il dépend également des conditions expérimentales comme le taux de déformation, la température de recuit, et des impuretés dans le matériau.

La migration des joints de faible désorientation peut donc être interprétée par la théorie des dislocations. Le processus de base de la migration des joints de grains de faible désorientation résulte d'un transfert d'atomes d'un grain à l'autre à travers le joint. La migration d'un joint est liée au mouvement des dislocations intrinsèques d'un joint. Dans certains cas, la mobilité du joint de grains peut provenir de réarrangements sans diffusion, ce processus implique le mouvement coopératif d'un groupe d'atomes (F. Humphreys et Hatherly 2004).

La mobilité des joints de grains de faible désorientation est en général plus petite que celle des joints de forte désorientation. La mobilité des joints augmente avec la désorientation (Fridman, Kopesky, et Shwindlerman 1975), celle-ci est donc illustrée dans la Figure 1.1-6. L'énergie d'activation nécessaire pour la mobilité des joints de grains est également sensible à la désorientation des joints de grains (Figure 1.1-7).

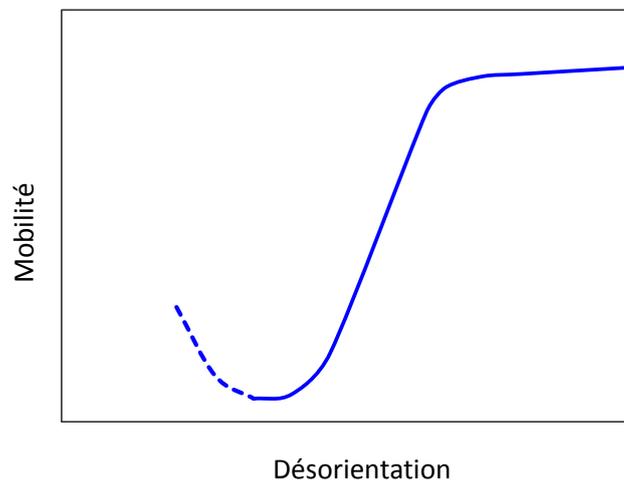


Figure 1.1-6 : Diagramme schématisé de la mobilité des joints de faible désorientation en fonction de la désorientation (F. Humphreys et Hatherly 2004)

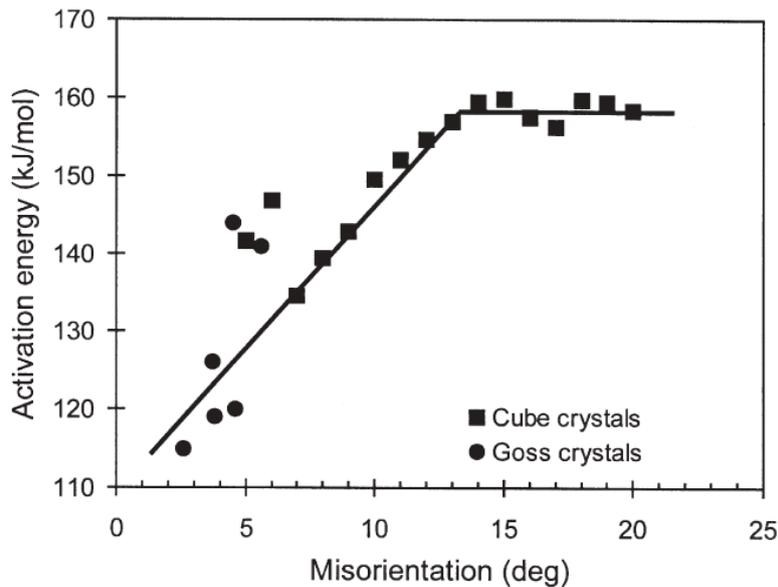


Figure 1.1-7 : L'effet de la désorientation sur l'énergie d'activation nécessaire pour la migration des joints de grains de faible désorientation dans un alliage Al-0.05%Si. (Huang et Humphreys 2000)

La migration des joints de grains à forte désorientation dépend de l'énergie stockée, de la température, de l'orientation des grains ainsi que des impuretés dans le matériau. Les modèles de la migration des joints de grains sont généralement basés sur l'hypothèse que les atomes sont constamment détachés des grains (par exemple A et B) par activation thermique et se déplacent dans la région plus désordonnée du joint de grains lui-même. Les atomes sont ensuite réattachés à l'un des grains, lorsque le flux d'atomes dans les deux directions est égal le joint est statique. Cependant, s'il y a une force motrice pour la migration, le flux sera plus grand dans une direction.

Dans les métaux purs, un changement de mobilité ainsi que de l'énergie d'activation peut être observé à haute température, soit $0.7T_f$ à $0.9T_f$. Il est ainsi proposé deux explications possibles à cela :

- ✓ des changements dans la structure du joint de grains, dans lequel les sites de coïncidence ou joints ordonnés peuvent devenir plus désordonnés et ainsi perdre leurs propriétés particulières (Rutter et Aust 1965; Ferran, Cizeron, et Aust 1967).
- ✓ Le mécanisme de migration de joint est différent à haute température. Gleiter a constaté qu'à température élevée, soit $0.7T_f$ et $0.8T_f$, des comportements différents sont observés dans les joints de flexion $\langle 100 \rangle$ dans le plomb (Gleiter(b) 1970). Ces observations ont

été confirmées par (Gottstein et Shvindlerman 1999; Sutton et Balluffi 1995). La température élevée est caractérisée par une faible valeur d'énergie d'activation. Ce phénomène est interprété par un changement dans le mécanisme de migration des joints de grains qui se manifeste par des réarrangements coopératifs à l'échelle atomique. La Figure 1.1-8 qui présente la mobilité réduite¹ en fonction de la désorientation illustre bien l'effet de la température sur la mobilité des joints dans l'aluminium.

La migration des joints à grande désorientation implique un processus de diffusion à travers le joint. La structure spécifique de chaque joint joue un rôle important dans sa mobilité individuelle. Beck et al. ont trouvé une très grande mobilité des joints de grains 40° autour d'un axe <111> dans l'aluminium pur qui a été légèrement déformé par laminage (Beck et Sperry 1950).

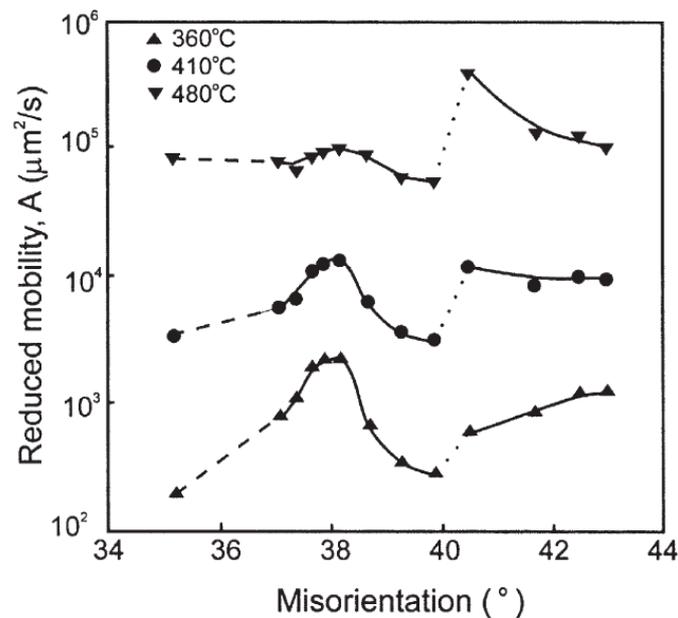


Figure 1.1-8 : Effet de la température sur la mobilité (F. Humphreys et Hatherly 2004)

Le Tableau 1.1-2 ci-dessous résume les orientations de joints associées à une mobilité élevée généralement trouvée dans l'aluminium.

¹ La mobilité réduite est le produit de la mobilité et l'énergie surfacique de joint

Sigma	Rotation	Axe	Référence
$\Sigma 7$	38-45	$\langle 111 \rangle$	(Liebmann, Lucke, et Masing 1956)
$\Sigma 13a$	23	$\langle 100 \rangle$	(May et Erdmann-Jesnizer 1959)
$\Sigma 17$	30	$\langle 100 \rangle$	(Fridman, Kopesky, et Shwindlerman 1975)

Tableau 1.1-2 : Désorientations associées aux joints de grains ayant une mobilité élevée, observée expérimentalement dans l'aluminium

Il est à noter que la mobilité des joints de grains de forte désorientation dépend également des impuretés présentes dans le matériau. Ceci ne sera pas développé dans le manuscrit car, nous travaillons sur l'aluminium pur.

1.2.2 Energie stockée et migration des joints

Un joint de grains se déplace avec une vitesse (V) en réponse à l'énergie totale stockée ($P = \Sigma P_i$) sur le joint. Il est généralement admis que la vitesse de mobilité d'un joint est directement proportionnelle à l'énergie stockée. La vitesse de migration du joint est donc donnée par l'Équation 1.1-5:

$$V = MP \tag{Équation 1.1-5}$$

M est le coefficient de proportionnalité qui représente la mobilité du joint.

Des résultats cohérents avec l'Équation 1.1-5 ont été obtenus pour l'aluminium (Viswanathan et Bauer 1973; Demianczuk et Aust 1975). Des travaux plus récents sur la mobilité des joints de grains dans l'aluminium ont confirmé cette relation par des mesures in situ dans le MEB (Huang et Humphreys 1999).

La mobilité des joints de grains dépend de la température et suit donc une loi Arrhenius de la forme :

$$M = M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \tag{Équation 1.1-6}$$

Q est l'énergie d'activation nécessaire à la migration des joints, et R est la constante des gaz parfait. M_0 est le facteur pré-exponentiel de la mobilité.

L'énergie stockée P contient plusieurs termes qui sont principalement, en dehors de contraintes appliquées au matériau, la différence d'énergie stockée provenant de la déformation plastique et donc liée aux dislocations ($E_{\Delta\rho}$), l'énergie de courbure (E_C), et la force d'ancrage de Zener. Cette dernière force qui dépend exclusivement des impuretés ne fera pas l'objet de notre étude. Nous considérons seulement ces deux termes principaux de l'énergie stockée, tel que P peut s'écrire :

$$P = E_{\Delta\rho} + E_C \quad \text{Équation 1.1-7}$$

Nous allons voir brièvement l'expression de ces deux forces motrices pour la migration des joints.

La plus grande partie du travail fourni lors de la déformation plastique s'évacue du matériau sous forme de chaleur, une énergie stockée s'accumule sous forme de dislocations. L'énergie stockée est principalement liée aux dislocations générées lors de la déformation et à leur organisation. L'énergie stockée dans le matériau est donnée par l'Équation 1.1-8 ci-dessous :

$$E_{\Delta\rho} = \frac{1}{2} \mu b^2 \Delta\rho \quad \text{Équation 1.1-8}$$

où μ est le module de cisaillement, $\mu = 26000 \text{ MPa}$

b : vecteur de Burgers, $b = 2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}$

$\Delta\rho$ est la différence de densités de dislocations de part et d'autre d'un joint entre un grain A et un grain B voisin.

En ne considérant que l'effet de ce terme, la migration du joint s'effectue du grain de plus faible densité vers le grain de plus forte densité. Cette différence de densités de dislocations n'est pas nécessairement associée à une différence d'écrouissage ni à une différence de déformation plastique, allant dans le même sens, car ces dislocations peuvent être distribuées sur des systèmes de glissement en nombre et en arrangements différents de part et d'autre du joint, nous y reviendrons. Pour l'aluminium, un écrouissage plutôt isotrope en première approximation autorise à considérer que l'écrouissage est en proportion à la densité totale de dislocations ρ^T , selon la loi de Taylor (Taylor 1934) $\tau_c = \alpha \mu b \sqrt{\rho^T}$, où τ_c est la cission

critique de glissement, b le vecteur de Burgers du système de glissement, μ le module de cisaillement et α un coefficient de l'ordre de 0.3, nous y reviendrons.

La cinétique de croissance des grains a été déterminée pour la première fois par (Burke 1949; Burke et Turnbull 1952). Ils ont supposé que la force motrice d'un joint de grain provient de ses rayons de courbure R_1 et R_2 , avec $R_1 = R_2$, en considérant qu'un joint de grains est localement une partie d'une sphère de rayon R . Selon cette hypothèse, l'énergie stockée au niveau du joint est égale à :

$$E_c = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) = \frac{2\gamma}{R} \quad \text{Équation 1.1-9}$$

où γ est l'énergie du joint de grains :

$$\text{Pour } \theta < 15^\circ, \quad \gamma = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right)$$

θ_m : étant fixé à 15°

$$\gamma_m = 0,324 \text{ J/m}^2 \text{ (Murr 1975).}$$

Pour $\geq 15^\circ$ on a donc , $\gamma = \gamma_m$

1.3 Traitements thermomécaniques mettant en œuvre la mobilité des joints

Dans cette partie nous allons voir les différents traitements thermomécaniques couramment utilisés pour activer la migration des joints dans les matériaux métalliques.

1.3.1 La restauration

Le terme de restauration se réfère à des changements dans la microstructure d'un matériau déformé qui se produisent avant la recristallisation. Au cours de la restauration, l'énergie stockée dans le matériau diminue par la suite du mouvement des dislocations. Il y a deux transformations importantes qui se produisent : l'annihilation et le réarrangement des dislocations en des configurations d'énergies plus faibles.

Le phénomène de restauration est principalement attribuable à des changements dans la structure des dislocations dans le matériau. Les différents changements de la microstructure pour arriver à la formation d'un sous-grain lors de la restauration sont schématisés dans Figure 1.3-1.

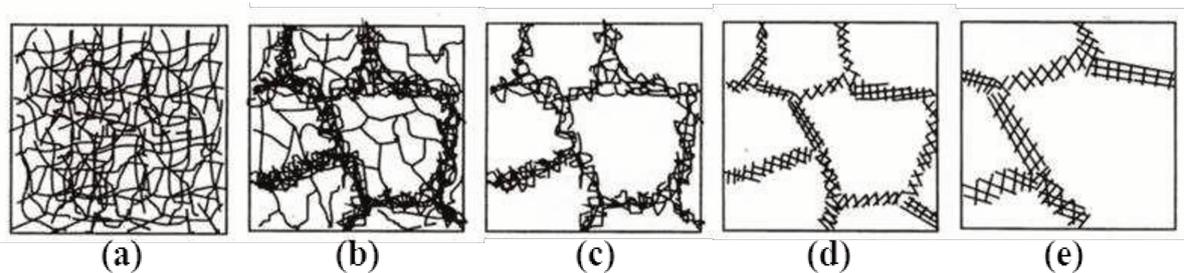


Figure 1.3-1 : Différents stades de restauration pour former des sous-grains. (a) Enchevêtrement de dislocations, (b) formation de cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation de sous-grains et (e) croissance de sous-grains (F. Humphreys et Hatherly 2004).

Une restauration complète peut avoir lieu dans des polycristaux faiblement déformés (Michalak et Paxton 1961). Toutefois, pour les matériaux fortement déformés, la recristallisation peut intervenir avant toute restauration significative dans le matériau (FJ Humphreys et Martin 1968). Ce processus s'explique par le comportement au cours d'un recuit de différents types de structure de dislocation produits lors de la déformation.

La restauration dépend de la température de recuit. Une température plus élevée est susceptible de donner une restauration plus complète. La nature du matériau est un des paramètres importants qui joue dans la restauration du matériau. L'énergie de faute d'empilement qui affecte l'annihilation et la montée des dislocations jouent un rôle important dans la restauration.

Dans les métaux de faible énergie de faute d'empilement tels que le cuivre, ou l'acier austénitique inoxydable, la montée de dislocation est difficile, et peu de restauration se produit normalement avant la recristallisation. Cependant, dans les métaux de haute énergie de défaut d'empilement -tel que l'aluminium et le fer- α la montée de dislocations est rapide, et la restauration est donc significative. Le Tableau 1.3-1 suivant montre la comparaison de l'énergie de faute d'empilement dans l'aluminium par rapport à d'autres matériaux.

Metal	γ_{SFE} (mJm ⁻²)	Metal	γ_{SFE} (mJm ⁻²)
Aluminium	166	Zinc	140
Copper	78	Magnesium	125
Silver	22	91Cu:9Si	5
Gold	45	Zirconium	240
Nickel	128	304 Stainless steel	21
Cobalt (fcc)	15	70Cu:30Zn	20

Tableau 1.3-1 : *L'énergie de fautes d'empilement de divers matériaux (Murr 1975)*

Généralement, on n'observe pas de structures de sous grains dans les métaux de faibles énergies de faute d'empilement du fait du processus de recristallisation qui intervient avant toute restauration significative.

1.3.2 La recristallisation

La recristallisation, nommée aussi recristallisation primaire, est une étape entre la restauration et la croissance normale de grains. La recristallisation permet de revenir à un état thermodynamiquement plus stable par diminution de l'énergie stockée au sein du matériau. Elle se caractérise par la germination et la croissance de nouveaux grains présentant une faible densité de dislocations. Une définition précise de la recristallisation a été donnée récemment par (Doherty et Hughes 1997). Ils appellent recristallisation « la formation d'une structure granulaire nouvelle à partir d'une matrice déformée par création de migrations de joints de grains de forte désorientation, sous l'effet de l'énergie stockée.

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres : les conditions de déformation (le mode de déformation, le taux de déformation ...), les conditions du traitement thermique (la température, la vitesse de chauffage ...) et le matériau (la taille de grains initiale avant les traitements thermomécaniques, la présence d'une seconde phase ...) (F. Humphreys et Hatherly 2004). La recristallisation de la microstructure déformée est souvent appelée recristallisation primaire. Au début du processus de la recristallisation, la microstructure est divisée en régions recristallisées ou non recristallisées comme le montre la Figure 1.3-2.

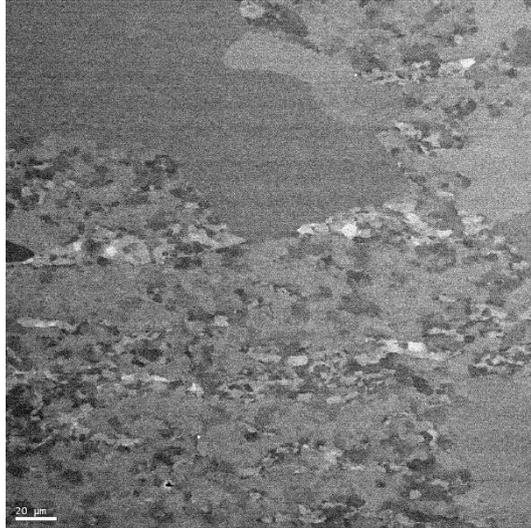


Figure 1.3-2 : *Micrographie MEB à électrons rétrodiffusés de l'aluminium montrant des grains qui croissent dans la structure de sous grains restaurés.*

La recristallisation primaire se divise en deux régimes : la nucléation qui correspond à la première apparition de nouveaux grains de la microstructure et la croissance au cours de laquelle les nouveaux grains remplacent le matériau déformé. Bien que ces deux événements se produisent consécutivement pour tout grain particulier, à la fois nucléation et croissance peuvent se produire à tout moment dans l'échantillon.

Il ne faut donc pas le confondre avec le processus de croissance anormale des grains qui peut se produire dans un matériau entièrement recristallisé et qui est parfois appelé recristallisation secondaire. Nous utiliserons dans ce manuscrit le terme recristallisation pour parler de la recristallisation primaire.

Un concept important du processus de recristallisation est le germe de recristallisation. Un grain recristallisé peut se former à condition qu'il y ait apparition d'un germe et que ce germe soit susceptible de croître aux dépens de la matrice déformée. Ce germe doit respecter trois conditions (Gottstein et Mecking 1985):

- ✓ Sa taille doit être supérieure à une taille critique pour qu'il soit stable thermodynamiquement ;
- ✓ La densité de dislocations à l'intérieur du germe doit être inférieure à la densité moyenne au sein de la matrice. Cette différence de densités de dislocations a un rôle de force motrice sur le joint ;

- ✓ Il doit avoir au cours de sa formation un joint de forte désorientation pour que la mobilité du joint permette la croissance du germe de recristallisation.

Les germes sont d'autant plus nombreux que le taux d'écroutissage est élevé, et sont en fait des cristaux à l'état embryonnaire autour desquels les atomes viennent se rassembler. En conséquence, plus le taux d'écroutissage est important, plus la dimension des cristaux formés à la suite du recuit est faible.

Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice ou ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres et à ce stade, la recristallisation primaire proprement dite est achevée et on entre dans le stade appelé croissance des grains.

Lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cette dernière est suivie d'un remaniement de la structure, au cours duquel certains grains grossissent tandis que d'autres grains disparaissent simplement. Certains grains de petite taille issus de la recristallisation primaire et caractérisés par une certaine orientation cristallographique se mettent soudainement à croître, d'où le nom souvent utilisé de recristallisation secondaire.

La recristallisation est influencée par divers facteurs notamment : le taux de déformation, l'orientation des grains, la taille de grains du matériau initial, et les conditions de recuit.

- ✓ Le taux de déformation ainsi que le mode de déformation affectent considérablement le nombre de sites disponibles pour la germination. La recristallisation intervient pour des taux de déformations supérieurs à 3%. En dessous de ce taux de déformation, il n'y a pas de formation de germes comme sites potentiels pour la recristallisation. Dans les matériaux polycristallins, il est évident que la vitesse globale de la recristallisation peut être dépendante à la fois de la texture² de départ du matériau et de la texture finale de déformation. Les travaux de Blade dans l'aluminium (Blade et al. 1975) ont montré que la cinétique de recristallisation d'un matériau laminé à chaud et recuit est différente du matériau laminé à froid puis recuit.

² On appelle « texture » la distribution des orientations cristallines des grains dans un polycristal.

- ✓ La microstructure ainsi que l'énergie stockée dans un grain déformé dépendent fortement des systèmes de glissements actifs qui sont eux-mêmes dépendant de l'orientation du grain. Par conséquent, l'orientation initiale d'un grain affectera à la fois les sites de nucléation et la force motrice nécessaire pour la recristallisation. Beaucoup de travaux expérimentaux ont montré que l'énergie stockée après déformation dépend fortement de l'orientation des grains. Ce qui a une très grande influence sur la recristallisation (Mohamed et Bacroix 2000; Driver 1995; Godfrey, Jensen, et Hansen 2001). Il faut noter que pour les polycristaux, la recristallisation sera également influencée par les types de joints présents dans le matériau.
- ✓ La taille de grain a en général une influence significative sur la recristallisation d'un matériau. Des observations expérimentales montrent que les matériaux ayant des tailles de grains plus petites ont une vitesse de recristallisation plus rapide que les matériaux à gros grains. Hutchinson et al. ont montré que le cuivre très faiblement alliés avec des petits grains (15 μm) a une croissance 20 fois plus élevée que le même matériau à plus gros grains (50 μm) à la même température (Hutchinson, Jonsson, et Ryde 1989).
- ✓ La température de recuit affecte profondément la cinétique de recristallisation des matériaux. La vitesse de recuit affecte également la recristallisation. Une température de recristallisation faible est censée faciliter la restauration et par conséquent retarder la recristallisation. Dans le cas des matériaux purs, la migration des joints de grains de forte désorientation est contrôlée par la diffusion du joint et la restauration est contrôlée par la diffusion du réseau, il est donc attendu qu'une vitesse de recuit faible favorisera la recristallisation.

Il faut noter que la recristallisation peut être influencée par d'autres facteurs comme la température de déformation, la vitesse de déformation, la nature du matériau, la présence des impuretés dans le matériau, etc.

1.3.3 Croissance des grains

Estimer et contrôler la croissance des grains n'est pas facile en raison du nombre de paramètres à prendre en compte dans l'analyse des expériences. La croissance des grains est conditionnée par l'énergie stockée emmagasinée et est influencée par la température ainsi que la pureté dans le matériau. Le contenu de cette partie va se focaliser sur la croissance de grains

produite par différentes sources d'énergie stockée dans le matériau. Ces énergies sont de deux types : l'énergie de la déformation plastique et l'énergie de courbure.

L'énergie provenant de la déformation plastique permet d'étudier l'influence de la densité de dislocations dans la croissance des grains du matériau. L'application de faibles déformations sur un matériau métallique implique le gonflement d'une partie du joint sous la pression qui résulte d'une différence d'énergie stockée entre les deux grains. C'est le mécanisme SIBM qui va être développé dans la partie ci-dessous.

L'énergie disponible pour la croissance des grains est donnée par l'Équation 1.1-8 vue précédemment. Elle est reliée aux densités de dislocations dans les grains.

1.3.3.1 Le mécanisme SIBM

Humphreys et Hatherly rapportent que certains matériaux faiblement déformés à froid et ensuite traités thermiquement présentent des grains isolés grossissants beaucoup plus que les autres grains (F. Humphreys et Hatherly 2004). Ce sont des grains qui sont souvent moins déformés que leurs voisins à cause leur orientation cristallographique. Ceci produit des gradients de densités de dislocations provoquant des migrations de joints de grains favorables à leur croissance. C'est le phénomène de la migration de joints de grains générée par la déformation : la SIBM (*Strain Induced Boundary Migration*).

Ce mécanisme de SIBM a été observé pour la première fois par Beck et Sperry dans l'aluminium de haute pureté après laminage à froid (Beck et Sperry 1950). Dans le processus de SIBM, le gonflement d'une partie d'un joint de grain préexistant se produit laissant une région sans dislocations derrière lui. Comme le montre la Figure 1.3-3a, quand l'énergie stockée E_1 du grain 1 est inférieure à celle du grain 2 ($E_1 < E_2$), le joint peut migrer vers le grain 2, pour minimiser l'énergie totale du système.

Beck a constaté que la SIBM était particulièrement importante après de faibles déformations. Le mécanisme est prédominant pour des déformations inférieures à 20% de réduction en laminage et à partir de 40% de taux de réduction le mécanisme est remplacé par un processus de recristallisation ordinaire impliquant la formation de germes. Ainsi, la SIBM est définie comme un mécanisme impliquant de la croissance de grains sans nucléation.

La principale différence entre migration lors recristallisation «normale» et SIBM est que, dans le premier cas, les orientations des grains peuvent être différentes de celles de la matrice, alors que, dans le second, le gonflement du joint de grain préexistant se développe dans une région contenant plus de dislocations. Selon des études sur un bicristal d'aluminium déformé à chaud, la cinétique de SIBM dépend aussi de la mobilité du joint qui est liée à sa nature (Theyssier et Driver 1999).

On distingue trois types de SIBM qui sont schématisés sur les Figure 1.3-3b à d. La Figure 1.3-3b montre le gonflement d'un joint qui laisse derrière lui une région (B) contenant encore des dislocations. Cette situation a été observée par Bailey et al. dans le cuivre (Bailey et Hirsch 1962).

Des auteurs ont étudié la cinétique de SIBM, en introduisant une taille critique R_{crit} nécessaire à son amorçage (voir Équation 1.3-1).

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{\Delta E} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_0} \quad \text{Équation 1.3-1}$$

γ_g est l'énergie du joint à grande désorientation. ΔE est la différence d'énergie stockée entre la région (B) et le grain 2 (voir Figure 1.3-3a). Bailey et al. supposent alors que l'énergie stockée de la région (B) est celle de son grain parent ($E_0 = E_1$) et qu'elle reste constante pendant la migration du joint, donc $\Delta E = E_2 - E_1$ (Équation 1.3-2). En fait, la présence d' E_0 non nulle, en raison de l'existence de dislocations, freine la croissance de la région (B).

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{E_2 - E_1} \quad \text{Équation 1.3-2}$$

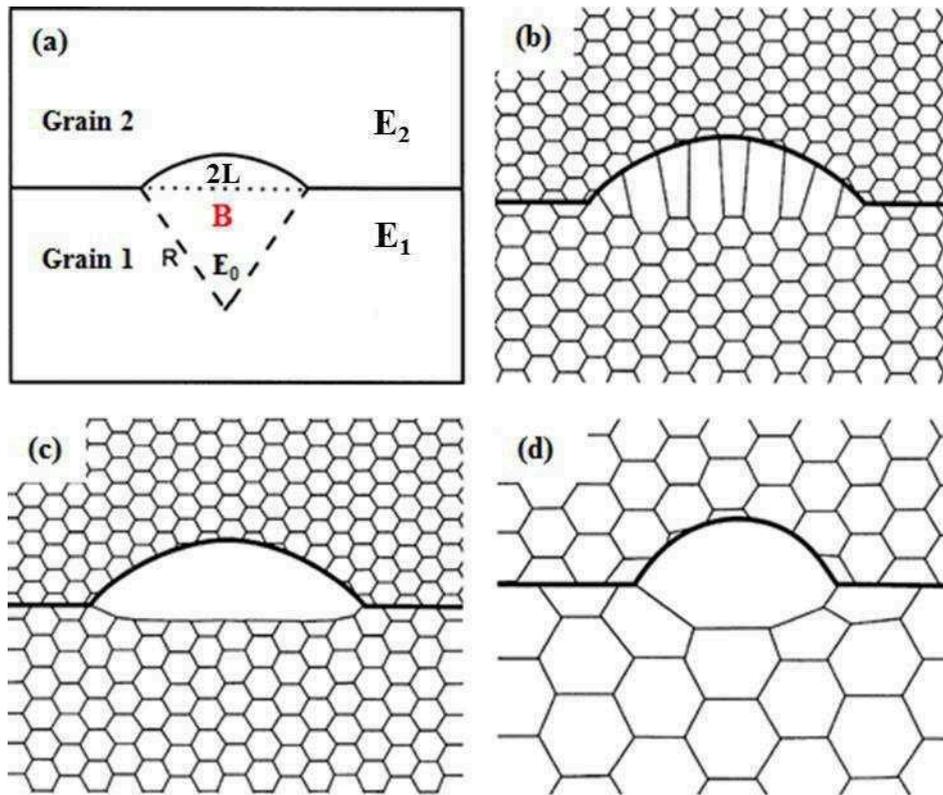


Figure 1.3-3 : Schéma du mécanisme de SIBM. (a) Principe du SIBM, (b) gonflement d'un joint, la région balayée par le joint contient encore des dislocations (les hexagones schématisent des dislocations et non des cellules), (c) cas idéal ou simplifié à partir de (b), il n'y a pas de dislocations dans la région balayée par le joint et (d) formation d'un germe issu d'un sous grain du grain parent (les hexagones dans la partie inférieure schématisent des sous-grains) (F. Humphreys et Hatherly 2004).

Les travaux de Bate et al. montre que l'énergie stockée E_0 de la région (B) n'est pas constante pendant la migration du joint de grains (Bate et Hutchinson 1997). Ils supposent que l'énergie E_0 est initialement égale à celle de son grain parent ($E_0 = E_1$), mais qu'elle diminue à cause de la variation de volume pendant la croissance.

Sur ce, ils ont proposé une condition réévaluée pour déterminer la taille critique nécessaire à l'amorçage du mécanisme SIBM, Équation 1.3-3.

$$R_{crit} = \frac{2\gamma_g}{E_2 \sqrt{1 - \frac{E_1}{E_2}}} \quad \text{Équation 1.3-3}$$

Il a été démontré dans l'aluminium que E_0 est liée à la présence de sous-structures et que cette énergie diminue pendant la migration du joint de grains (Higginson et Bate 1999). La Figure 1.3-3.c est un cas particulier de la première situation. On constate qu'il n'y a pas de

dislocations derrière le joint qui se déplace et donc dans le germe. Ainsi, l'énergie E_0 est donc égale à zéro. Le dernier cas (Figure 1.3-3d) montre la formation d'un germe à partir d'un sous grain. Une situation rencontrée souvent dans les matériaux ayant une forte énergie de défauts d'empilement. Au cours de la restauration dynamique ou statique, des cellules se forment dans certains grains et se développent rapidement en sous-grains. Voir Figure 1.3-1.

Les sous-grains ayant une taille suffisante peuvent alors croître aux dépens de la zone déformée. La Figure 1.3-4 montre un exemple de SIBM dans l'Invar. Un sous-grain, formé dans une bande d'orientation cube $\{100\} \langle 001 \rangle$, se développe aux dépens de la matrice déformée (forte énergie stockée) (Julliard 2001).

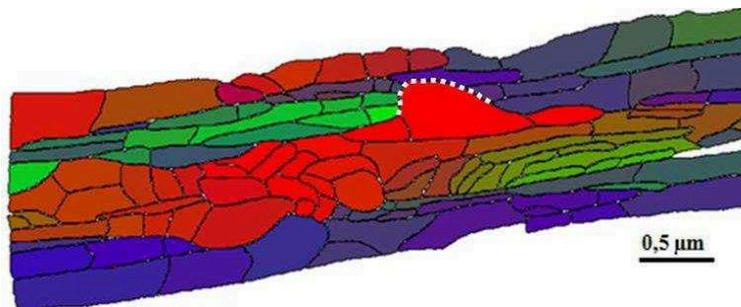


Figure 1.3-4 : Mécanisme de SIBM depuis un sous-grain, observé dans le Fe-36%Ni laminé de 95% puis recuit 2 min à 600°C (la ligne blanche en pointillés montre le joint migrant) (Julliard 2001).

1.3.3.2 Croissance normale et anormale

La croissance des grains peut être divisée en deux types : la croissance normale et la croissance anormale. Dans le cas de la croissance normale, les grains grossissent de manière uniforme. Il y a une plage étroite, de la taille des grains, de la forme des grains et le type de distribution de taille des grains, qui est généralement indépendante du temps. Dans un processus de croissance normale, la distribution est presque invariante en ce qui concerne la taille de grain sur la valeur moyenne. (Figure 1.3-5 a).

Dans le cas de la croissance anormale, on observe un processus discontinu, certains grains de la microstructure ont une croissance exagérée par rapport aux autres et consomment les grains plus petits de la matrice. On a une distribution de tailles de grains bimodale qui se développe comme illustrée dans la Figure 1.3-5 b.

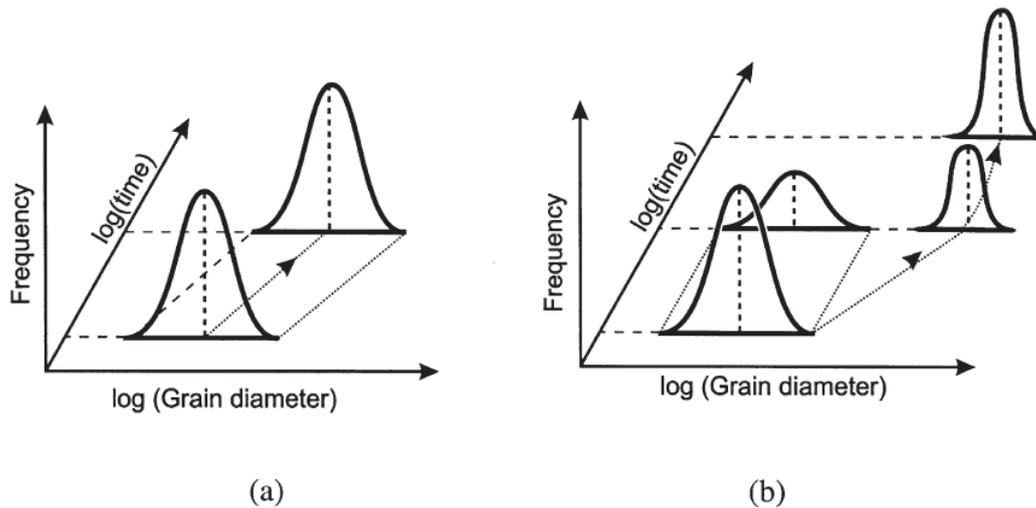


Figure 1.3-5 : représentation schématique du changement de distribution de tailles de grains (a) croissance normale (b) croissance anormale (Doherty et Haessner 1978)

1.4 Facteurs affectant la croissance des grains

Les principaux facteurs qui affectent la croissance des grains dans les métaux sont : la température, la taille des grains, la texture, les impuretés, la gravure thermique, les jonctions triples, etc.

La cinétique de la croissance des grains est fortement influencée par la température. Vu que la force motrice est généralement plus faible pour la croissance des grains comparée à la recristallisation, une croissance plus élevée est toujours observée pour des températures plus élevées. Il a été observé que la croissance des grains diminue quand la taille des grains devient trop grande. La gravure thermique observée plus généralement dans le cas des matériau à gros grains diminue également la croissance des grains (Gottstein et Shvindlerman 1992). Un matériau fortement texturé contient inévitablement beaucoup de joint de grains de faible désorientation de faible énergie, ce qui diminue l'énergie stockée disponible pour la croissance des grains.

1.4.1 Influence de la gravure thermique

Le processus de gravure thermique est observé dans deux cas : lors d'un processus d'évaporation condensation et lors d'un phénomène de diffusion de surface. L'influence de la gravure thermique sur la migration des joints a déjà été étudiée par Mullins. Il a montré que les

joints de grains peuvent être bloqués à la surface s'ils font un angle critique θ_c avec la normale à la surface (Mullins 1958).

Des travaux de Rath dans l'aluminium montrent une loi de puissance de la vitesse de mobilité des joints de grains, $V \propto P^n$ dont $n \gg 1$ (Rath et Hu 1972). Cependant, les travaux de Gottstein ont fait valoir que les expériences de Rath étaient fortement influencées par la gravure thermique (Gottstein et Shvindlerman 1992). En réanalysant les données de Rath tout en prenant en compte la gravure thermique, Gottstein et al. ont montré qu'ils étaient compatibles avec la loi sur la vitesse de mobilité des joints de l'Équation 1.1-5. La gravure thermique constitue un frein à la migration des joints de grains à la surface.

1.4.2 Influence des jonctions triples.

On appelle jonction triple l'intersection entre trois joints de grains. Hillert a proposé une approche à deux dimensions de la croissance des grains en tenant compte de la topologie des grains (Hillert 1965). Selon cette approche les grains sont stables s'ils ont 6 voisins et les joints font entre eux des angles de 120° . Afin de maintenir l'équilibre à 120° au niveau du joint triple, certains joints doivent être courbés. Les grains ayant plus de 6 voisins ont tendance à croître et les grains ayant moins de 6 voisins vont disparaître. Au niveau des joints triples, les joints de grains ont des énergies caractéristiques γ_{12} , γ_{13} , γ_{23} et les conditions d'équilibre aux joints triples existent si :

$$\frac{\gamma_{12}}{\alpha_3} = \frac{\gamma_{13}}{\alpha_2} = \frac{\gamma_{23}}{\alpha_1} \quad \text{Équation 1.4-1}$$

α : angle formé entre deux joints et γ_{12} l'énergie du joint entre le grain 1 et le grain 2

Cette équation tient compte à la fois de l'énergie des joints et des angles formés entre deux joints. L'équilibre existe à 120° si tous les joints ont les mêmes énergies (F. Humphreys et Hatherly 2004).

Des travaux effectués par Von Neumann montrent que les points triples n'ont pas d'influence sur la migration des joints (Neumann 1952). Cependant, des travaux récents effectués par Gottstein avec un modèle Vertex ont revu la relation de Von Neumann et ont montré que les joints de grains à l'équilibre constituent un blocage à la migration des joints (Gottstein(b) et Shvindlerman 1998).

1.5 Plasticité

La déformation plastique des matériaux cristallins est essentiellement contrôlée par le glissement le long des plans denses dans la maille cristalline. Les marches observées à la surface du matériau sont le résultat de mouvements d'un grand nombre de dislocations dans un même plan cristallin, et cela sur un grand nombre de plans. Ce sont les défauts linéaires dans la structure cristalline, les dislocations, qui se déplacent sous l'effet des contraintes appliquées.

Le glissement s'effectue dans des conditions bien particulières, dépendant de la symétrie cristalline du matériau : il n'a en effet lieu que selon certaines familles de plans cristallographiques et induit un cisaillement selon certaines directions particulières. Les glissements proviennent d'un processus de mouvements de dislocations dans un plan cristallographique où les forces de Peierls (frottement de réseau) sont les plus faibles, et dans une direction qui correspond à un vecteur de Burgers, b , en général celui ou ceux de plus faibles dimensions.

Le glissement est caractérisé par un plan de glissement $\{h,k,l\}$ et une direction de glissement (u,v,w) . Dans le cas des matériaux de type Cubique Face Centrée (CFC), la direction de glissement est de type $\langle 110 \rangle$ et les plans de glissement sont du type $\{111\}$. Il y a douze systèmes de glissement possibles. Les dislocations d'un cristal CFC ne peuvent donc glisser que sur 4 familles de plans de glissements bien définis. De plus, une dislocation située sur l'un de ces 4 plans ne pourra provoquer un cisaillement que selon 3 directions distinctes, qui correspondent en fait aux 3 vecteurs de Burgers possibles pour les dislocations du plan.

Les dislocations d'un cristal CFC ont donc la possibilité d'induire un cisaillement plastique suivant 12 systèmes de glissements différents. Ces systèmes, répertoriés suivant la convention de Schmid et Boas (Schmid et Boas 1935), sont listés table 1. Dans ce tableau la lettre correspond au plan de glissement et le chiffre à la direction de cisaillement.

Système	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
Plan	$1\bar{1}\bar{1}$			111			$11\bar{1}$			$1\bar{1}1$		
Direction	$0\bar{1}1$	101	110	$0\bar{1}1$	$10\bar{1}$	$1\bar{1}0$	011	101	$1\bar{1}0$	011	$10\bar{1}$	110

Table 1 : Définition des 12 systèmes de glissement du cristal CFC.

Le facteur de Schmid d'un système de glissement caractérise la plus ou moins grande faculté d'un grain d'orientation donnée à activer le glissement sur un système donnée lorsqu'il est soumis à un état de contrainte en traction simple. Il est le rapport de la cission résolue sur ce système à cette contrainte de traction. Par convention il est toujours positif, car le glissement s'effectue dans le sens de la cission résolue. Il est toujours compris entre 0 et 0,5.

Ces systèmes de glissement CFC sont équivalents. Sur une projection stéréographique, chacun est prépondérant dans un même domaine d'orientations que l'on nomme « triangle de référence ».

D'après la loi de Schmid, un système est activé et participe à la déformation plastique du métal quand sa contrainte de cisaillement atteint une valeur critique τ_c . En déformation uniaxiale, le glissement des dislocations débute donc lorsque la contrainte imposée σ atteint la valeur critique telle que :

$$\tau_c = \sigma_c \cdot \cos\lambda \cos\phi \quad \text{Équation 1.5-1}$$

Le terme $(\cos\lambda \cos\phi)$ est le plus élevé des 12 facteurs de Schmid, celui du système pour lequel la contrainte d'activation est la plus faible et première atteinte. λ est l'angle entre la direction de glissement et l'axe de sollicitation et ϕ est l'angle entre la normale au plan de glissement et correspondant ; sa valeur est comprise entre 0,27 (orientation proche d'une direction 111 et 0,41 (orientations proches de 001 ou 011). Le facteur de Schmid est donc un paramètre géométrique qui dérive de l'orientation d'un système particulier de glissement par rapport à une orientation de contrainte axiale. Lorsque l'état de contrainte est multi axial, chaque composante du tenseur de contrainte se projette sur un système de glissement par un facteur géométrique approprié, dont l'ensemble constitue le tenseur dit de Schmid par extension. La contrainte de cisaillement critique constitue une propriété du matériau qui peut être influencée par des conditions externes comme la température et la vitesse de la déformation aussi bien par les caractéristiques microstructurales comme les impuretés et les densités de dislocations initiales.

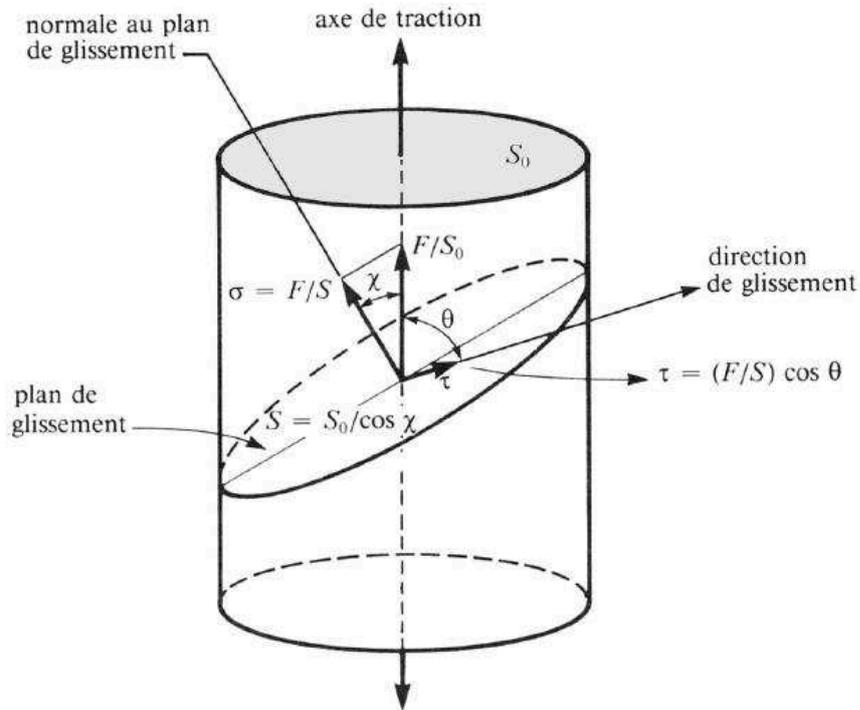


Figure 1.5-1 : Loi de Schmid. Projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement et cisssion résolue dans une direction de glissement.

1.5.1 Déformation plastique et énergie stockée

L'énergie dépensée pour la déformation plastique d'un métal est principalement dégagée sous forme de chaleur et seulement une très faible quantité est (environ 1%) reste sous forme d'énergie stockée dans le matériau. Cette énergie stockée provient des défauts ponctuels, et des dislocations qui sont générées lors de la déformation. La mobilité de ces lacunes et interstices est très élevée sauf dans des cas spéciaux de déformation à très basse température, les défauts ponctuels ne contribuent pas de manière significative à l'énergie stockée de déformation (F. Humphreys et Hatherly 2004) .

Dans le cas de déformation à température ambiante, la quasi-totalité de l'énergie stockée vient de l'accumulation des dislocations. La différence essentielle entre l'état déformé et l'état recuit réside dans l'arrangement, la distribution et la densité de dislocations. Lors de la déformation, les grains des métaux polycristallins changent leurs formes afin de s'adapter au changement de forme macroscopique. Une augmentation de la surface du joint de grains est également observée et attendue :

Si l'on considère le cas d'un grain de forme cubique pendant le laminage, la surface du grain augmente de 16% après 50% de réduction et de 270% après 90% de réduction. La surface du joint de grains augmente également par l'incorporation d'un certain nombre de dislocations générées lors de la déformation. A contrario, si on extrude un métal à grains plats dans la direction de petite épaisseur des grains, on peut réduire la surface en revenant vers une forme plus isotrope.

Une seconde caractéristique importante de la microstructure de déformation est l'apparition de structure interne (sous-grains) à l'intérieur des grains. Cela implique la création de sous-joints (sous grains). Beaucoup des dislocations nouvellement créées sont ensuite situées dans ces structures internes.

L'énergie stockée pour un métal légèrement déformé est estimée à 10^5 J/mol. Cette énergie constitue la source de tous les changements qui se produisent au cours de la déformation et sa perte amène aux changements de propriétés qui se produisent au cours du recuit.

1.5.2 Interactions dislocations et joints de grains

Une dislocation à proximité de joints de grains et soumise à 2 types de force : des forces à courtes distances et des forces à longue distance (Figure 1.5-2).

A longue distance, on peut énumérer les forces : celle provenant de la contrainte appliquée, la force entre dislocations F_d , et dans le cas d'un matériau anisotrope une force image F_i résultant de l'interaction élastique entre la dislocation et le joint de grains (Priester 2011).

A courte distance, on distingue les forces de friction du réseau F_f et la force d'interaction F_c entre les cœurs des deux défauts, linéaire et plan.

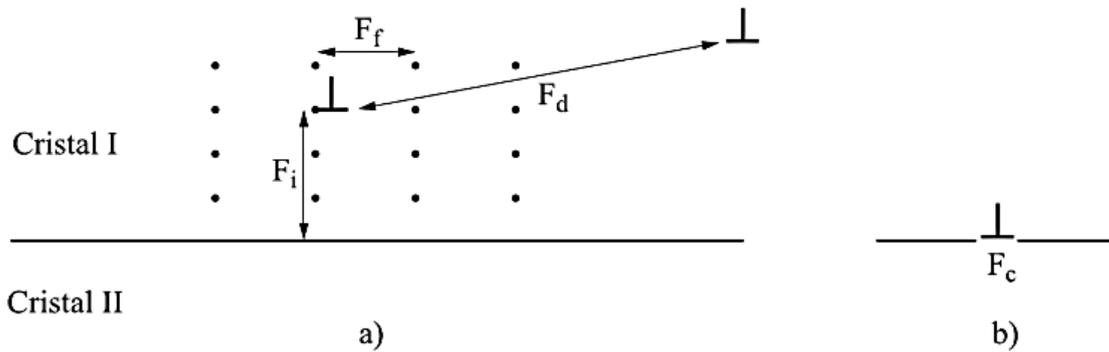


Figure 1.5-2 : Schéma montrant les forces qui agissent sur une dislocation à proximité d'un joint de grains : (a) la distance entre les deux défauts, linéaire et plan, est supérieure à la périodicité du joint de grains ; (b) la dislocation est extrêmement proche du joint.

(Priester 2011)

Sous l'effet d'une sollicitation thermique et/ou mécanique, les dislocations de matrice se mettent en mouvement et interagissent avec les joints de grains. Selon la température et les contraintes mises en jeu au voisinage et dans les interfaces, trois types de processus peuvent intervenir. Si les dislocations ne sont pas repoussées par le joint de grains en raison d'interactions élastiques avec d'autres défauts à proximité du joint (Shimokawa, Kinari, et Shintaku 2007) ou par effet d'une force image, elles sont alors absorbées par le joint puis peuvent se décomposer, se recombinaison où être transmises (ou réfléchies) (Figure 1.5-3). Chacun de ces processus correspond déjà à une relaxation de contrainte et modifie la structure et les propriétés du joint de grains d'une façon qui dépend du caractère de dislocations résiduelles dans l'interface :

- ✓ La décomposition³ d'une dislocation de matrice est un processus d'accommodation de la contrainte dans l'interface elle-même. La dislocation donne des produits de joint dont les vecteurs de Burgers sont le plus souvent une combinaison linéaire de vecteurs du réseau de translation du bicristal, plus communément appelé réseau DSC.
- ✓ La combinaison consiste en la réaction d'une dislocation de matrice et de dislocations intergranulaires. Ses réactions peuvent conduire à l'annihilation des dislocations et mènent, le plus souvent, à une diminution de l'énergie du système.

³ Le terme de décomposition est utilisé pour une réaction d'une dislocation dans un joint de grains donnant lieu à des dislocations DSC qui ne sont pas des particules pour le joint. Or, le terme dissociation décrit la décomposition d'une dislocation du cristal en dislocation de Shockley et/ou de Franck.

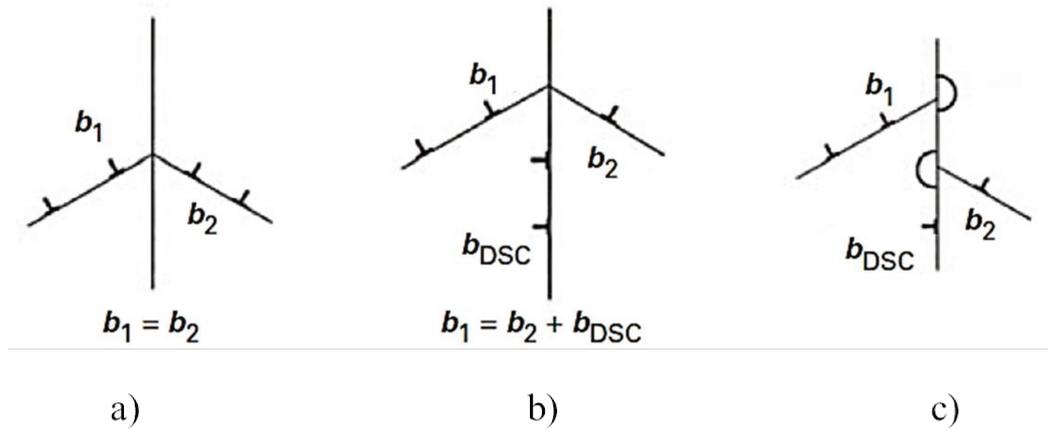


Figure 1.5-3 : *Vue générale des mécanismes d'interaction entre dislocations et joints de grains. (a) et (b) processus de transmission directe (c) processus de transmission indirecte.*

- ✓ La transmission se réfère à la réaction de dissociation avec l'interface donnant un résidu et un défaut émergeant dans le grain adjacent. La dislocation résiduelle piégée dans le joint possède alors un vecteur de Burgers qui est égal à la différence entre les vecteurs des dislocations incidente et émergente. Ainsi, le vecteur du défaut résiduel est donné par :

$$\vec{b}_r = \vec{b}_1 - R\vec{b}_2 \quad \text{Équation 1.5-2}$$

Avec \vec{b}_1 le vecteur de Burgers de la dislocation incidente, \vec{b}_2 celui du défaut transmis et R la matrice de rotation qui caractérise la désorientation entre les deux cristaux.

Un autre mécanisme d'interaction lié à la transmission est celui de la réflexion d'une dislocation de matrice incidente dans son grain original. Ce mécanisme peut opérer sous certaines conditions, en particulier si la résistance de l'interface à l'absorption ou la transmission des défauts de la matrice est significative. Comme dans le cas du processus de transmission ce type d'interaction laisse une dislocation résiduelle dans l'interface.

1.6 Conclusion

Pour examiner le mécanisme de la migration des joints de grains dans l'aluminium sous l'effet couplé d'une déformation plastique et d'un recuit, nous avons choisi d'utiliser le mécanisme SIBM comme procédé de mise en mobilité des joints utilisant de faibles

déformations plastiques et permettant de ne pas avoir de germination lors du traitement thermique appliqué.

Dans ce travail nous avons appliqué le processus de SIBM sur un matériau recristallisé. La déformation plastique introduite est étudiée de manière qualitative et quantitative. Le suivi de la croissance des grains durant le recuit est fait situ dans le MEB. Quelques joints et jonctions de grains seront examinés plus en détail en Microscopie à force atomique (AFM). Une analyse post mortem de la microstructure en profondeur est finalement faite (en MEB) pour faire une comparaison avec la surface.

La migration des joints de grains est analysée quantitativement en termes de forces motrices nécessaires à la mobilité des joints, telles qu'elles apparaissent dans la loi de mobilité $V=MP$.

Chapitre 2 : Démarche expérimentale

2 Démarche expérimentale

Afin de répondre à notre objectif qui est de suivre la croissance des joints de grains in situ, nous avons mis en place un protocole pour faire nos investigations. Ce chapitre présente ainsi les différentes techniques expérimentales utilisées lors des manipulations. Nous allons voir dans un premier temps les méthodes de préparation des échantillons et dans un deuxième temps les différentes techniques utilisées pour leur caractérisation.

2.1 Préparation des échantillons

Cette partie de préparation des échantillons est constituée de plusieurs étapes : le laminage, la découpe, le recuit d'homogénéisation, le polissage, l'attaque chimique éventuellement.

2.1.1 Le laminage à froid

Le laminage est défini comme un procédé de transformation mécanique ou de mise en forme par passage d'un métal entre deux cylindres lisses tournant en sens inverse. Les deux cylindres sont en général de même diamètre et tournent à la même vitesse (dans le cas contraire, on parle de laminage asymétrique). En raison de la compression générée par les cylindres, il se produit une réduction d'épaisseur par déformation plastique du métal. Celle-ci s'effectuant à volume constant, la réduction d'épaisseur s'accompagne d'un allongement de même proportion. Cette technique a été utilisée pour fragmenter les grains qui constituent notre matériau initial qui sera présenté au chapitre 3.

Le laminage à froid a été effectué sur un laminoir de marque REDEX, d'une capacité de 25 tonnes. Le diamètre des cylindres est de 140 mm et la vitesse de rotation des cylindres est de 14 tours/mn. La réduction de l'échantillon s'effectue par passe de 0.3mm environ.

2.1.2 Découpe des échantillons pour traitement thermomécanique

Pour découper nos échantillons, nous avons utilisé plusieurs méthodes :

- ✓ Une machine de tronçonnage Struers Secotom 15 avec refroidissement à l'eau spécialement adaptée pour la métallographie. Une meule en oxyde d'aluminium (Al_2O_3) de dureté 500 - 800 HV a été utilisée. Elle est utilisée pour les lopins qui sont soumis aux laminoirs.
- ✓ Une scie à fil diamanté de marque ESCIL W3500 lubrifiée à l'eau. Le diamètre du fil est de 0.3mm avec des grains de $60\mu m$. Cette méthode a été privilégiée pour découper des échantillons plus petits.
- ✓ Une machine d'électroérosion de marque Charmilles Robofil 200 pour découper des éprouvettes de micro-traction qui seront utilisées pour faire des essais in situ. La machine est pilotée par ordinateur qui exécute le programme de découpe, qui se fait en bain d'eau.

La découpe par électroérosion permet d'éviter l'introduction d'écrouissage à la surface de l'échantillon. Un modèle d'éprouvette est montré sur la Figure 2.1-1 ci-dessous. Nous prélevons nos éprouvettes dans la direction de laminage DL.

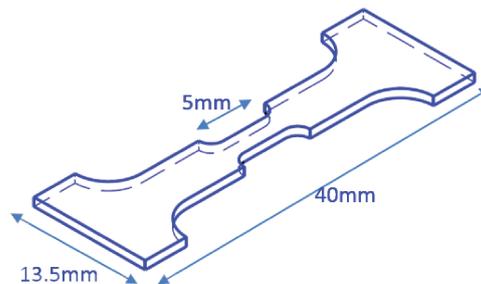


Figure 2.1-1 : micro-éprouvette de traction découpée à l'électroérosion

2.1.3 Polissage

La préparation de surface est une étape importante pour l'analyse métallographique des échantillons. Le polissage est constitué de plusieurs étapes :

- ✓ une première étape de polissage mécanique avec des papiers abrasifs à différentes granulométries. Cette étape de polissage a pour but d'avoir une surface plane en

diminuant la rugosité de surface de l'échantillon. Le polissage mécanique est effectué à l'aide de papier SiC (carbure de silicium) de différentes granulométries, le lubrifiant utilisé est l'eau. L'aluminium étant un matériau mou, des papiers SiC de différentes granulométries 1200, 2400 et 4000, ayant avec des tailles de particules respectives 15µm, 8µm et 5µm, ont été utilisés.

- ✓ Une deuxième étape de polissage fin (mécano-chimique) est effectuée avec une solution d'OPS (Oxyde Particule Suspension) afin d'éliminer les rayures du dernier papier SiC utilisé. L'OPS est composé de fines particules de silice ($\text{\O} \sim 30\text{nm}$) dans une solution basique (potasse principalement). Le polissage OPS est effectué sur un drap de type OP-CHEM de Struers où l'on verse ponctuellement la solution. A la fin de cette étape qui dure environ 10 minutes, l'échantillon est rincé à l'eau aussi longtemps que possible (~10 minutes) afin d'éliminer toutes les particules d'OPS accrochées à sa surface.

Le tableau ci-dessous (Tableau 2.1-1) résume les étapes de polissages réalisées pour les matériaux :

Polissage mécanique	Papier Abrasif			Polissage OPS
	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4
Papier Abrasif/drap polissage	1200#	2400#	4000#	DiaPro Mol
Lubrifiant	eau	Eau	eau	OP-S
Rotation plateau (tours/mn)	150			
Temps (min)	5min			10min

Tableau 2.1-1 : Conditions de polissage mécanique et mécano-chimique de l'aluminium

- ✓ Polissage électrolytique

Du fait d'une dureté faible de l'aluminium, le polissage mécanique induit un écrouissage plus ou moins profond à la surface des échantillons. Pour enlever cet écrouissage, un polissage électrolytique est donc nécessaire. Ce polissage est effectué sur une machine Struers LectroPol-5 avec les paramètres donnés dans le Tableau 2.1-2 ci-dessous.

Electrolyte	A2
Tension	39V
Taux de flux	10
Temps	20 s.

Tableau 2.1-2 : conditions de polissage électrolytique

Le principe du polissage électrolytique repose sur l'oxydation de la surface de l'échantillon (placé en position d'anode) dans un électrolyte approprié (l'électrolyte A2⁴ dans notre cas). En imposant une différence de potentiel entre une cathode et l'échantillon (= anode) il en résulte un courant électrique dont l'intensité est liée à la quantité de matière enlevée par unité de temps. À la fin du polissage électrolytique, l'échantillon est rincé à l'éthanol puis séché immédiatement pour éviter toute ré-oxydation.

2.1.4 Attaque chimique

L'attaque chimique agit principalement sur les joints et permet de visualiser les contours de ces derniers. C'est une méthode de préparation utilisée afin de mettre en évidence aisément les grains à une grande échelle lorsque les grains sont grands. Nous nous sommes servis de cette technique essentiellement pour caractériser le matériau initial avant l'étape de laminage.

Nous effectuons des attaques chimiques sur des sections ayant pour dimension 3cmx5cm environ. Les macrographies obtenues sont effectuées à l'aide d'un appareil photo et nous apportent des informations sur la distribution des grains dans notre matériau. Pour effectuer ces attaques, nous avons choisi d'utiliser une solution d'attaque couramment utilisée pour l'aluminium pur. Cette solution d'attaque a la composition suivante : 90 ml d'eau (H₂O), 15 ml d'acide chlorhydrique (HCl) et 10 ml d'acide fluorhydrique (HF)⁵. Notre plaque d'aluminium est plongée dans cette solution pendant 1-2 minutes puis rincée à l'eau pour stopper la réaction. Il faut nettoyer à l'éthanol pour éviter tout problème d'oxydation qui viendra par la suite.

⁴ L'électrolyte A2 est constitué d'un mélange organique (85% d'éthanol, 10% 2-butoxyethanol, 5% d'eau) et de l'acide perchlorique (HClO₄) 60%.

⁵ Lors des expériences des précautions ont été prises pour la manipulation de l'acide fluorhydrique qui est très dangereux. L'acide chlorhydrique attaque la peau et même les os.

2.2 Techniques expérimentales de caractérisation

Le microscope électronique à balayage (MEB) a été très utilisé pour la caractérisation microstructurale de notre matériau aux différentes étapes thermomécaniques qui ont été appliquées. La technique EBSD (EBSD pour Electron Backscattered Diffraction) a été utilisée pour suivre l'évolution de la microstructure (cristallographique et morphologique). Des essais de traction in situ ont été utilisés pour la réalisation de la déformation de nos échantillons. Des recuits in situ ont également été réalisés dans le MEB pour suivre la mobilité des joints de grains. Nous allons donc développer brièvement les différentes techniques d'analyse employées au MEB ainsi que le protocole expérimental suivi lors des essais in situ. Le microscope à force atomique (AFM) a également été utilisé pour caractériser l'échantillon déformé, cette technique permettant de caractériser la rugosité de surface. Dans notre cas, elle permet d'examiner les faciès au niveau des joints et les marches de glissement en présence de déformations plastiques. Les essais de microdureté ont également été utilisés pour quantifier le taux de recristallisation.

2.2.1 La microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage utilise différents signaux résultant de l'interaction électron matière (Figure 2.2-1). Le traitement des signaux permet d'obtenir de multiples informations complémentaires. Apprécié pour sa forte profondeur de champ et sa bonne résolution le MEB est principalement utilisé pour l'imagerie. Cependant d'autres techniques d'analyse ont été employées lors de nos travaux et sont donc également présentées ici.

Trois MEB sont utilisés lors de cette étude. Le premier est un MEB S360 de marque LEO correspondant au plus ancien de par son système d'émission électronique (filament de tungstène) sur lequel les essais in situ sont menés ; le deuxième est un MEB-FEG SUPRA 40VP de ZEISS (Field Emission Gun = canon à émission de champs) sur lequel l'imagerie et l'EBSD ont été réalisés. L'avantage du MEB FEG par rapport au MEB360 c'est d'avoir des images à plus haute résolution grâce au système d'émission électronique permettant d'obtenir un faisceau stable à faible tension typiquement 3KeV pour le MEB-FEG et 15-20KeV pour le MEB 360.

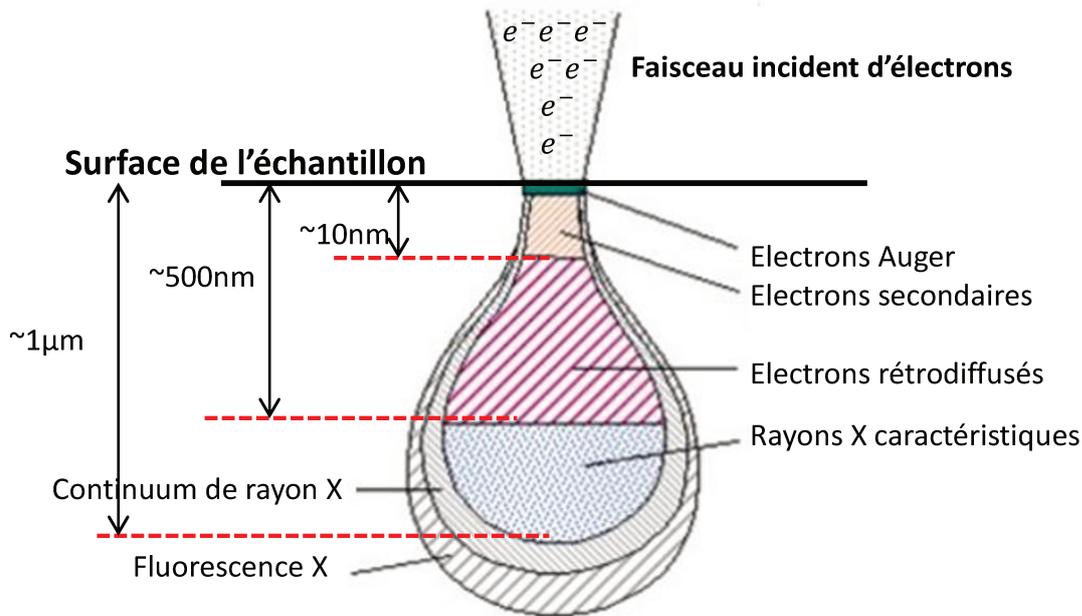


Figure 2.2-1 : Poire d'interaction électron-matière en microscopie électronique à balayage

Enfin le 3^{ème} MEB utilisé ponctuellement pour l'étude de la composition chimique est un MEB S440 de marque LEO. Les trois MEB du LSPM ont en commun d'être équipés d'une grande chambre à même d'accueillir divers appareillages et notamment des mini-machines d'essais mécaniques ainsi que des mini-fours de traitements thermiques.

2.2.1.1 Imagerie

Deux types d'imagerie ont été utilisés lors de notre étude.

- ✓ L'imagerie en électrons secondaires (SE)

Ce mode d'imagerie utilise les chocs inélastiques entre les électrons primaires du faisceau et les atomes de l'échantillon. L'électron primaire peut céder une partie de son énergie à un électron lié à la bande de conduction de l'atome provoquant ainsi une ionisation par éjection de ce dernier, que l'on appelle alors électron secondaire. Les électrons secondaires résultants ont une faible énergie (50 eV), et sont émis dans les couches superficielles proches de la surface. Comme ils proviennent des couches superficielles, les électrons secondaires sont sensibles aux variations de la surface de l'échantillon, permettant donc d'obtenir des informations sur la topographie de la surface.

✓ L'imagerie en électrons rétrodiffusés (BSE)

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons provenant du faisceau primaire qui sont entrés en collision élastique avec les atomes de la matière. Les électrons rétrodiffusés sont sensibles au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon : ainsi plus l'atome sera lourd plus le nombre de chocs élastiques qu'il subira sera élevé. Ainsi, les zones formées d'atomes avec un ombre atomique élevée seront plus brillantes que d'autres, c'est ce qu'on appelle le contraste de phase. Le contraste cristallographique peut également être accentué. Ce mode d'imagerie nécessite que les électrons soient plus nombreux dans le faisceau électronique (augmentation du courant de sonde) et qu'il possède une plus forte énergie que celle utilisée en électrons secondaires.

2.2.1.2 Analyse EBSD

La technique EBSD ("Electron Backscattering Diffraction") a été très utilisée pour étudier l'évolution de la microstructure avant et après la croissance des grains. Cette technique utilise les propriétés ondulatoires d'un faisceau d'électrons et leur capacité à diffracter sur un réseau cristallin. Elle permet la mise en évidence des orientations cristallographiques des grains, la texture locale, ainsi que de manière indirecte et qualitative la déformation plastique des matériaux mono et polycristallins. Classiquement, cette technique est implémentée dans un microscope électronique à balayage.

Cette technique repose sur le fait que lorsqu'un faisceau d'électrons incidents suffisamment énergétique frappe un matériau cristallin, une partie des électrons rétrodiffusés seront nécessairement en condition de Bragg avec des familles de plans. Les électrons diffractés par une famille de plans $\{h,k,l\}$ forment deux cônes de diffraction dont l'axe est normal au plan diffractant. L'intersection de ces cônes de diffraction émergents avec l'écran de phosphore placé face à l'échantillon forme deux lignes quasi droites et parallèles, appelées lignes de Kikuchi (Figure 2.2-2). Chaque paire de lignes correspond à une famille de plans du cristal examiné et la distance inter-réticulaire est reliée à leur espacement. Les diagrammes de Kikuchi permettent d'accéder aux informations cristallographiques locales d'un volume analysé.

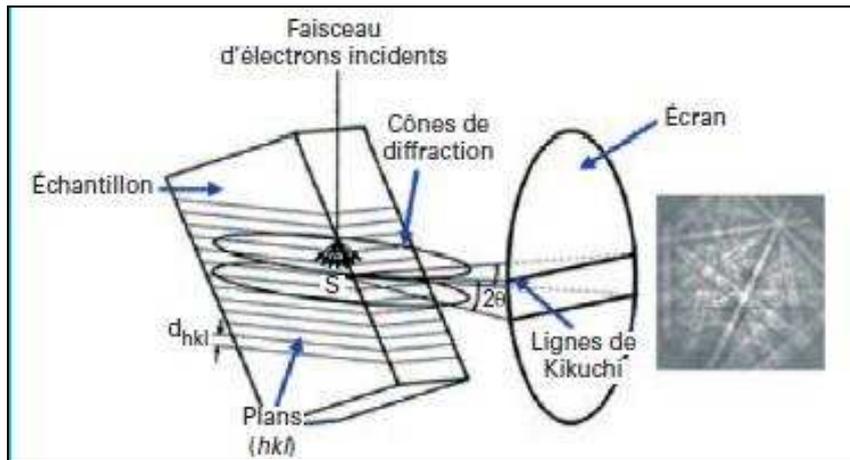


Figure 2.2-2 : Schéma du principe de formation des diagrammes de Kikuchi.

La qualité des clichés de diffraction obtenus dépend de plusieurs paramètres expérimentaux :

- ✓ de l'intensité des électrons diffractés par l'échantillon, liée à l'intensité du faisceau incident ainsi qu'au numéro atomique des éléments en présence ;
- ✓ de l'état de surface de l'échantillon, il est en effet nécessaire d'éviter au maximum un relief trop important qui peut entraîner un effet d'ombrage ;
- ✓ de la taille de la zone irradiée par le faisceau : lorsque le faisceau interagit avec un volume petit, la possibilité de rencontrer les orientations de deux grains différents diminue. Pour une zone irradiée qui se situe sur un joint de grain ou au sein d'un grain localement écroui, les clichés de diffraction peuvent être faibles, voire se superposer, ce qui rend l'indexation moins fiable.

Les électrons diffractant et participant à la formation des bandes de Kikuchi, sont ceux dont l'énergie est proche de celle des électrons incidents. Pour une tension d'accélération des électrons de 20 kV, ces électrons auront une longueur d'onde bien définie ($\lambda=0,087 \text{ \AA}$), ce qui selon la relation de Bragg, permettra la formation de bandes nettes. En outre, il a été montré que l'inclinaison de l'échantillon de 70° par rapport au faisceau incident, était la configuration permettant de recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés tout en minimisant ses variations en fonction des espèces chimiques en présence. Nous utiliserons des pas d'analyse variable de 1 à $2 \mu\text{m}$.

Les diagrammes de Kikuchi étant formés, il convient de les indexer afin de caractériser la zone explorée et de former les cartographies d'orientations. Le logiciel TSL OIM (Orientation Imaging Map) Data collection a été utilisé pour indexer et caractériser la zone d'analyse.

Le logiciel utilise les bandes de Kikuchi pour accéder aux paramètres IQ (Image Quality) et CI (Confidence Index). Le paramètre CI, traduit la différence entre la figure de diffraction expérimentale et la meilleure figure théorique à laquelle elle est associée. À partir de ces données, une multitude d'informations peuvent être obtenues par exemple : la texture cristallographique locale, la distribution de taille de grain, la distribution de la désorientation des joints de grains, etc.

Il est en effet important de noter que cette technique est sensible à l'écroutissage du matériau : plus le nombre de dislocations est élevé, moins bonne sera la qualité des diagrammes de Kikuchi obtenus (un nombre trop important de dislocations interférant avec les électrons rétrodiffusés). Cette technique est également sensible à la préparation du matériau, une mauvaise préparation ne permet pas d'avoir une bonne indexation.

2.2.1.3 Analyse en spectrométrie par dispersion d'énergie de rayons X

La spectrométrie de dispersion d'énergie de rayons X (EDS ou EDX) est réalisée dans l'enceinte d'un MEB Leica S440, et est utilisée pour déterminer la composition chimique de notre matériau. Cette technique consiste à bombarder la surface d'un échantillon avec un faisceau focalisé d'électrons primaires ayant une énergie comprise entre 10 et 40 keV afin d'obtenir une analyse chimique localisée, par l'utilisation du spectre de rayons X. L'impact des électrons permet d'exciter l'atome par l'éjection d'électrons des couches internes (K ou L) du matériau. Les atomes excités retournent à leur état d'équilibre en réaménageant par la transition de l'atome d'une couche externe vers la lacune. Ce mécanisme génère l'émission de rayons X.

Le détecteur utilisé est constitué d'une partie active en Lithium - Silicium qui collecte les photons X émis pendant l'analyse, de sorte que les transitions radiatives – propres de chaque élément chimique peuvent être identifiées par des pics sur le spectre, permettant ainsi de déterminer la nature et la proportion des éléments présents.

2.2.2 Essais thermomécaniques

Les essais et traitements thermomécaniques réalisés dans cette étude sont de deux types. Les essais in situ (MEB) et les essais ex-situ. Les premiers sont réalisés à l'aide d'une mini-machine de traction équipée d'un mini-four. Ce dernier est placé en dessous de l'échantillon. Le domaine de température du four va de l'ambiante à $\sim 800^{\circ}\text{C}$. La capacité maximale de la machine de traction est de 9000N. Les seconds sont essentiellement des essais de micro-dureté à température ambiante. Quelques essais de traitements thermiques standards ont été réalisés sous air dans un four Carbolite 3216.

2.2.2.1 Les essais in situ

Les essais in situ ont tous été réalisés dans le MEB S360. La micro-machine de traction utilisée a été développée au LSPM, (Chiron, Fryet, et Lesegno 1997) (voir Figure 2.2-3). Le four est placé en dessous de l'échantillon sous la partie utile de l'éprouvette. Cette machine est équipée d'un circuit de refroidissement à l'eau ou à l'air pour éviter la surchauffe du bâti dans le MEB lors des recuits. Les observations de recuit in situ sont effectuées en électrons rétrodiffusés. Le détecteur rétrodiffusé est protégé par un cache en silicium. Pour les essais de traction, la gamme de vitesse utilisée pour la déformation de tous nos échantillons est de 10^{-3}s^{-1} . La traction est effectuée dans le sens DL de l'échantillon. La fixation de l'éprouvette se fait au niveau des plots, il est maintenu à l'aide d'une force de 5N.

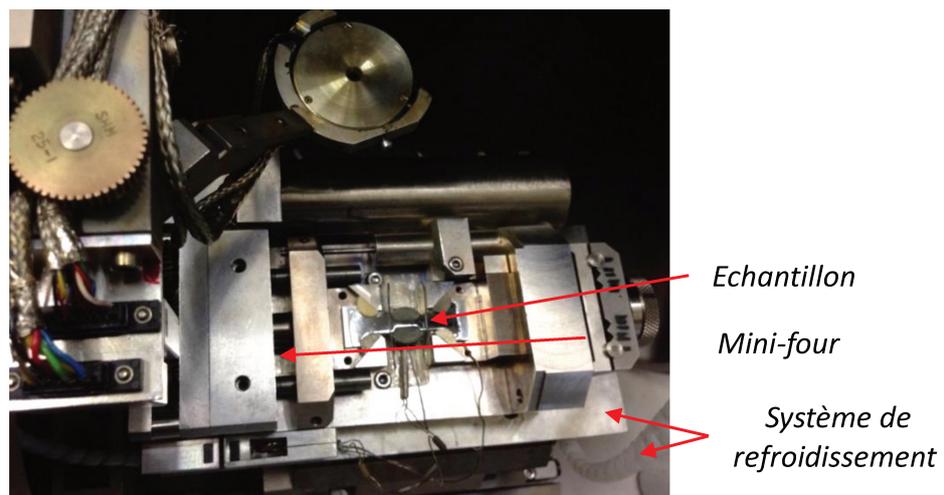


Figure 2.2-3 : Schéma de la micro-machine de traction utilisé pour les essais in situ

2.2.2.2 Les essais de dureté

Ces essais ont été essentiellement utilisés pour le suivi de l'évolution de la recristallisation sur le principe que le taux de recristallisation augmente avec la température et dont celle-ci induit une baisse de dureté. Les tests de microdureté sont faits sur un appareil Duramin A300 de marque Struers. La dureté Vickers (HV) est calculée en mesurant les longueurs des diagonales d'une empreinte laissées par l'introduction d'un pénétrateur pyramidal en diamant avec une charge spécifique dans le matériau. La charge utilisée dans notre cas est de 50g appliquée pendant 20s. En moyenne, 20 points de mesures ont été collectés pour chaque échantillon testé.

La dureté Vickers HV est calculée à l'aide de l'Équation 2.2-1 suivante :

$$HV = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad \text{Équation 2.2-1}$$

Avec, F : est la force appliquée.

d : est la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte.

2.2.3 Analyse par microscopie à force atomique

La Microscopie à Force Atomique (AFM) est une technique qui permet de visualiser, avec une résolution nanométrique, la morphologie tridimensionnelle de la surface d'un matériau. Le principe de l'AFM est basé sur l'interaction entre la surface de l'échantillon à analyser et une pointe sonde nanométrique, fixée sous un micro-levier ou cantilever (voir Figure 2.2-4). La pointe balaye la surface et suit la topographie de l'échantillon, donnant une image tridimensionnelle du matériau analysé. La résolution ultime est de l'ordre du dixième de nanomètre.

L'échantillon est quant à lui posé sur une platine contrôlant les déplacements dans les 3 directions x , y , z . Lorsque la pointe est approchée de l'échantillon, les forces d'interaction pointe/échantillon provoquent une déflexion du cantilever proportionnelle à l'intensité de la force. Un faisceau laser, réfléchi sur la face arrière du cantilever et dirigé sur une photodiode, permet de mesurer cette déflexion.

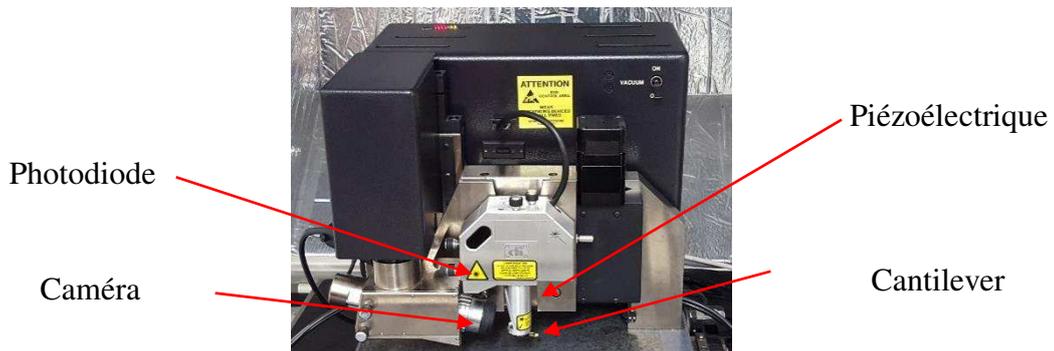


Figure 2.2-4 : Schéma de l'appareil AFM Veeco 3100

Pour l'analyse de la rugosité de surface de nos échantillons, les modes contact et tapping ont été utilisés :

- ✓ Dans le premier mode d'utilisation de cette technique, « mode contact », l'échantillon est maintenu dans une position constante pendant que la déflexion du cantilever se déplace en X, Y et Z pour balayer la surface de l'échantillon. En mode contact, les principales forces d'interaction entre la pointe et la surface sont des forces répulsives de très courte portée (quelques nanomètres au maximum), c'est dans ce mode qu'est obtenue une meilleure résolution d'image.
- ✓ Le mode tapping, consiste à faire vibrer le cantilever à sa fréquence propre de résonance (typiquement de l'ordre de la centaine de kHz), avec une certaine amplitude. Lorsque la pointe interagit avec la surface, l'amplitude décroît (parce que la fréquence de résonance change). La rétroaction se fait alors sur l'amplitude d'oscillation du cantilever. La pointe ne vient que périodiquement en contact avec l'échantillon et les forces de friction sont ainsi évitées. La résolution est un peu moins bonne que dans le mode contact.

Bien que l'AFM du LSPM soit aussi équipé d'une mini-machine de traction, les observations sous AFM rapportés dans ce travail ont été réalisées (postmortem) sur des échantillons déformés plastiquement. Des surfaces de $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ ont été analysées à la fois sur les joints de grains et au milieu des grains de différentes orientations. L'objectif principal était d'étudier les faciès de glissement, mais nous avons également pu examiner les joints eux-mêmes (doubles et triples). La plupart des observations ont été faites en mode contact.

2.3 Protocole expérimental

L'objectif de ce travail étant l'analyse de la mobilité des joints de grains sous les effets conjugués d'un traitement thermique et d'une (petite) déformation plastique, les matériels que nous venons de présenter nous ont permis d'établir un protocole de manipulation qui sera suivi pour chacun des échantillons traités. La première étape de notre expérience est de caractériser le matériau initial. Cette caractérisation s'appuie sur une attaque chimique pour une première estimation grossière de la taille de grains et ensuite par EBSD pour déterminer plus précisément leur distribution de taille et leurs orientations.

Notre protocole est constitué d'une étape préliminaire de laminage à fort taux de réduction suivi d'un recuit de recristallisation pour homogénéiser la taille des grains, puis d'une étape « IN SITU » de déformation critique et de SIBM pendant le recuit. À chaque étape, l'échantillon est analysé en EBSD et en imagerie en vue de connaître l'état de sa microstructure. Pour chaque image EBSD, nous avons observé la face DL-DT dans le repère échantillon. Nous avons pris le soin de placer l'échantillon dans le MEB de sorte que DL corresponde à la direction de référence de l'EBSD (voir Figure 2.3-1).

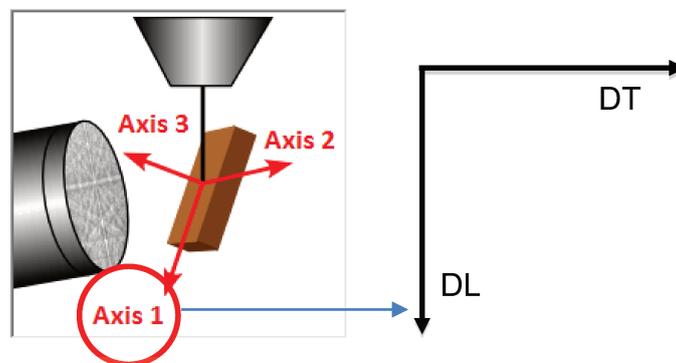


Figure 2.3-1 : Axe d'observation en EBSD (axe 1 correspond à la direction DL de l'échantillon)

Le laminage a été utilisé pour déformer fortement le matériau afin d'avoir une germination homogène. Ceci a pour but d'obtenir des tailles de grains optimales et homogènes. Le matériau a été laminé à différents taux de déformation, soit 85 et 90 % de réduction. Des mini-éprouvettes de traction et des petits morceaux de forme rectangulaire ont été découpés respectivement à l'électroérosion et à la scie à fil. Les petits morceaux découpés à la scie à fil sont utilisés pour la détermination de la température de recristallisation et les mini-éprouvettes

de traction sont utilisées pour faire des essais in situ (déformation plastique + recuit). Notre protocole est schématisé dans la Figure 2.3-2 ci-dessous.

Une étude en profondeur (en dessous de la surface) a été menée sur l'un des échantillons après l'étape finale du recuit de croissance des grains. Pour ce faire, l'échantillon a subi un polissage avec un papier ayant une granulométrie très fine (papier 4000) afin d'arracher une centaine de microns environ. Cette étape de polissage mécanique a été suivie d'une étape de polissage électrolytique. L'EBSD a été réalisé ensuite sur l'échantillon tout en prenant le soin de repérer quelques grains préalablement présents sur la surface. Cette étape d'étude en profondeur a été répétée en prenant quelques précautions listées ci-dessous :

- ✓ Il faut noter que cette étape est très délicate parce qu'il ne faut pas détruire l'échantillon. il ne faut pas arracher trop de matières afin de pouvoir retrouver quelques gros grains initialement présents.
- ✓ Il faut se repérer sur l'échantillon afin de retrouver la zone d'analyse. L'échantillon étant poli, on peut ne pas avoir la même microstructure en dessous (grains différents et orientations différentes).

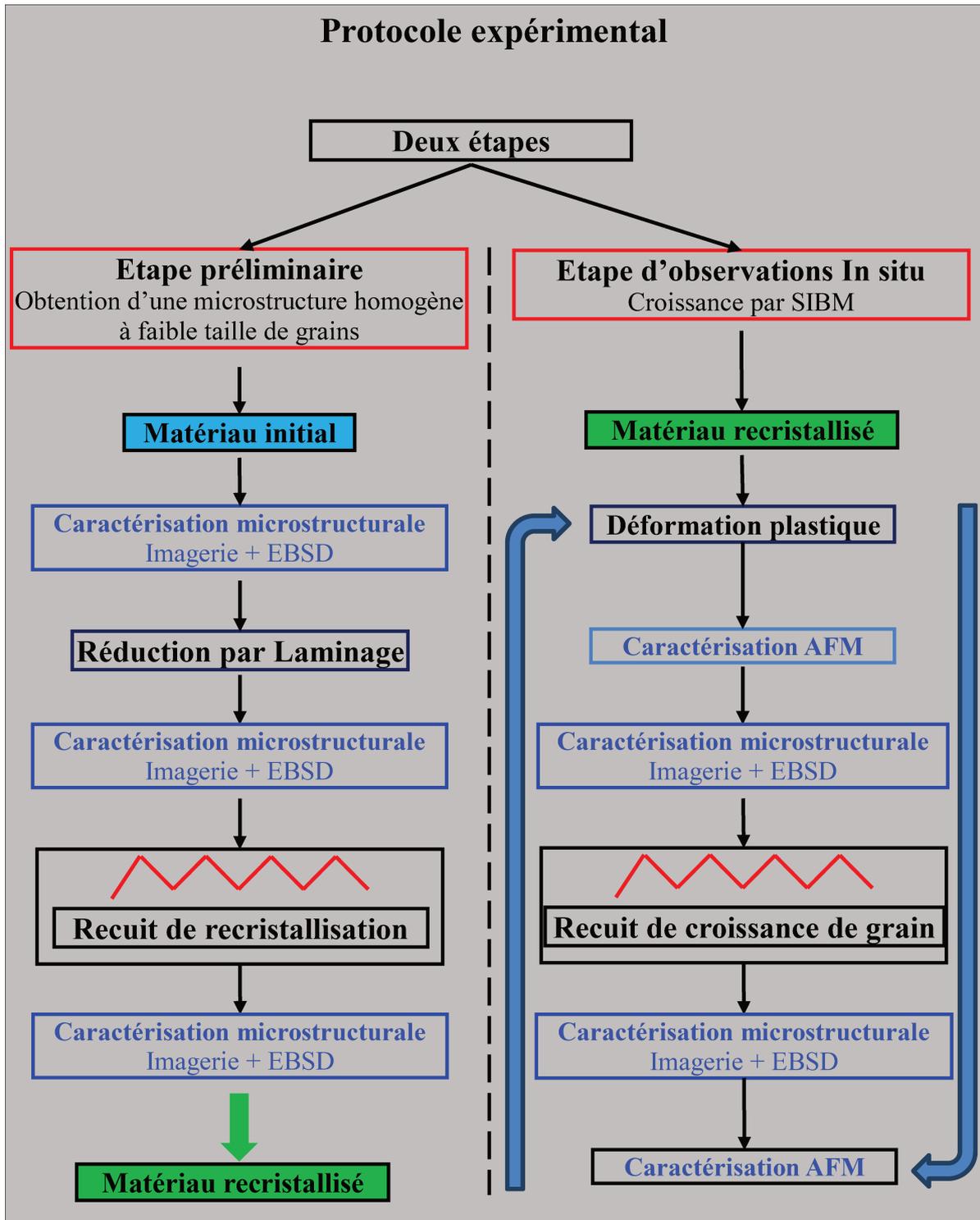


Figure 2.3-2 : Schéma du protocole mis en place pour le suivi de la migration des joints de grains

2.4 Outils de traitement des données

2.4.1 Cartographie d'orientation

La zone analysée en EBSD est représentée à l'aide d'un code de couleur directement lié à l'orientation de la maille cristallographique par rapport au repère macroscopique (= repère échantillon) (Figure 2.4-1). Le logiciel OIM Analysis permet de sélectionner l'axe macroscopique selon lequel on souhaite obtenir la cartographie (RD, TD, ND). Nous avons choisi de vous montrer l'axe 1 du repère EBSD correspondant à l'axe macro DL de l'échantillon.

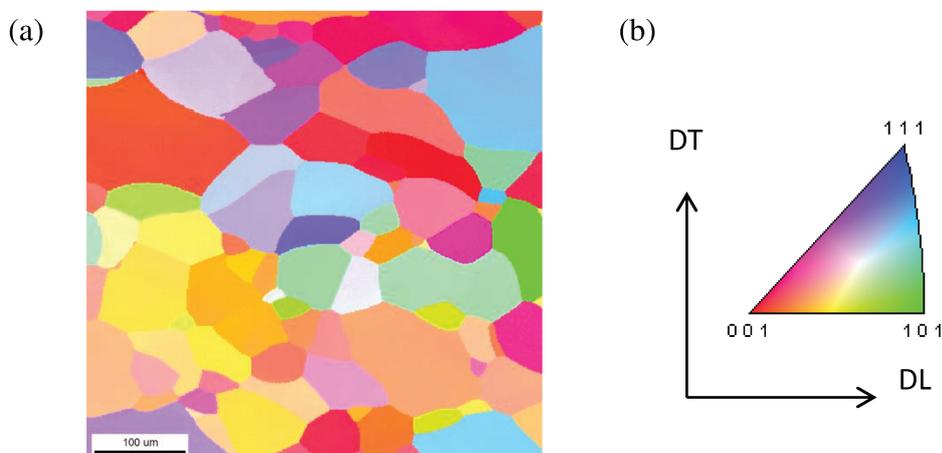


Figure 2.4-1 : (a) Exemple d'une cartographie d'orientation cristallographique selon l'axe ND pour un matériau, et (b) code couleur associé à l'orientation de la direction DL.

2.4.2 Cartographie en Indice de qualité (IQ)

Le paramètre IQ, lié à la netteté des diagrammes de Kikuchi, est un paramètre efficace pour reconstruire la microstructure du matériau (Figure 2.4-2). En utilisant une échelle de différents niveaux de gris, on affecte un pixel blanc aux diagrammes très nets et un pixel noir aux diagrammes flous (qui peut être lié par exemple à la déformation).

Sur une cartographie en indice de qualité nous pouvons tracer les joints de grains à faible désorientation (LAGB, pour Low Angle Grain Boundary) défini ici par des angles compris entre (3 - 15°) et par des angles à forte désorientation (HAGB, pour High Angle Grain Boundary) défini par des angles compris entre (15 - 62°).

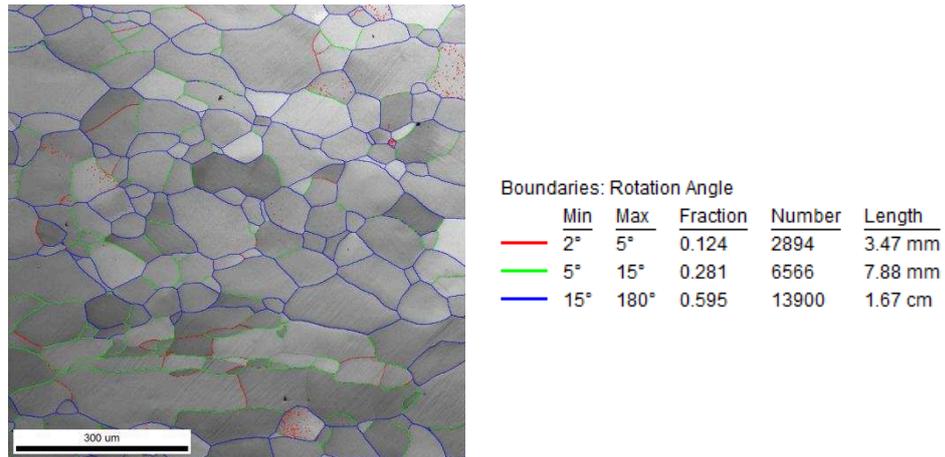


Figure 2.4-2 : Exemple d'une cartographie en indice de qualité (IQ) avec le tracé des joints de grains de faible et de forte désorientation.

2.4.3 Calcul de la taille de grains

Le logiciel OIM Analysis permet d'avoir une distribution de taille de grains qui peut varier en fonction des paramètres utilisés par exemple le pas du scan EBSD et les paramètres qui servent à définir un joint de grains. Ces paramètres ont été identifiés et restent identiques pour toutes les analyses des échantillons que nous souhaitons comparer entre eux. Comme on a dit plus haut, le pas de nos scans EBSD est de 1 μm pour les échantillons à plus petite taille de grains (soit environ 100 μm) et de 2 microns pour ceux ayant des tailles de grains plus élevées. Ces pas utilisés nous permettent d'avoir un meilleur compromis résolution-temps de scan - taille de la zone analysée.

Les paramètres du logiciel utilisé sont liés à la configuration de notre échantillon. Nous avons fixé la taille de grains minimale à 3 pixels et la désorientation minimale associée à un joint de grain à 3°. En d'autres termes, toute désorientation inférieure à 3° ne sera pas considérée comme un joint de grain. Avec ces paramètres bien définis, le logiciel sera donc utilisé pour tracer les histogrammes de distribution des grains et calculer les valeurs moyennes en nombre et en surface de la zone analysée.

Il est à noter qu'il est courant d'utiliser la désorientation de 5° pour définir un joint de grain. Cependant, la désorientation de 3° choisie représente le meilleur compromis qui représente la configuration de nos échantillons. Cette valeur faible de désorientation permet de bien identifier tous les grains existant dans la microstructure.

2.4.4 Désorientations des joints

Le logiciel OIM permet d'obtenir des distributions de désorientations, mais également des tracés de désorientation (contours de grains). On rappelle qu'on a choisi de définir les joints de grains avec une désorientation minimale de 3° . Un exemple de cartographie avec tracé des joints de grains Figure 2.4-3a et de la distribution de la désorientation est montrée dans la Figure 2.4-3b.

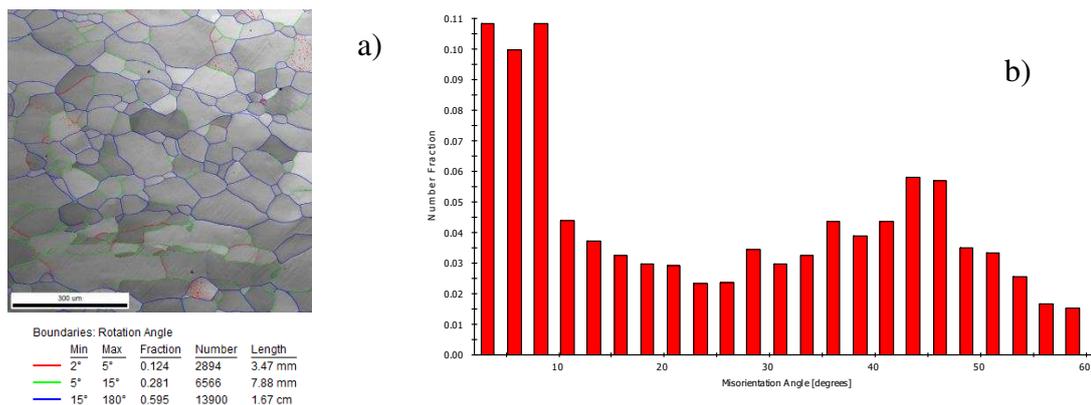


Figure 2.4-3 : a) indice de qualité + désorientation des joints b) distribution de désorientation des joints de grains.

2.4.5 Traitement AFM

Les images obtenues en AFM ont été traitées avec un logiciel de traitement d'image appelé Nanoscope Analysis. Ce logiciel permet d'obtenir de la cartographie 2D, de l'imagerie 3D, et des profils (rugosité) d'une même image. Le logiciel sera utilisé dans notre cas pour obtenir des profils de glissements (ce qui permet d'avoir la hauteur d'une marche de glissement et la distance entre deux marches), des profils au niveau des joints de gains après l'étape de la déformation plastique ainsi qu'après le recuit de croissance des grains. La Figure 2.4-4 présente un exemple de cartographie de lignes de glissements et son profil associé. Ce profil n'est que le glissement minimal projeté. Le glissement réel nécessite de connaître le système de glissement actif et l'orientation de son vecteur de Burgers sur la normale de la surface.

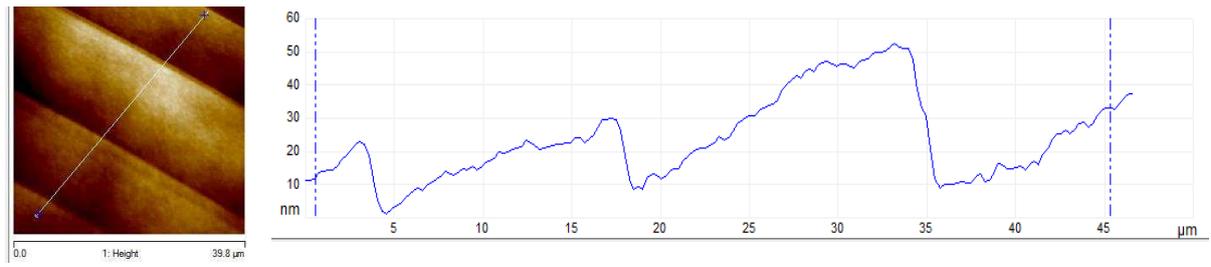


Figure 2.4-4 : Exemple de cartographie et de profil de quelques lignes de glissement dans l'aluminium.

Chapitre 3 : Résultats expérimentaux

3 Résultats expérimentaux

Nous allons présenter dans ce chapitre les principaux résultats obtenus lors des expériences réalisées. Les différentes étapes de l'expérimentation sont présentées sur le schéma de la Figure 2.4-1 avec les conditions d'essais. La croissance par SIBM se fait en une étape de faible déformation suivie de recuit, appelée étape 1 de SIBM qui a été faite pour l'échantillon S85 et l'échantillon S90. Ce cycle (faible déformation + recuit de croissance) a été répété pour l'échantillon S85 étape 2. Sur le schéma, le matériau initial, les différents états recuits et déformés sont identifiés en fond bleu et feront l'objet d'analyses rapportées dans différentes parties de ce chapitre.

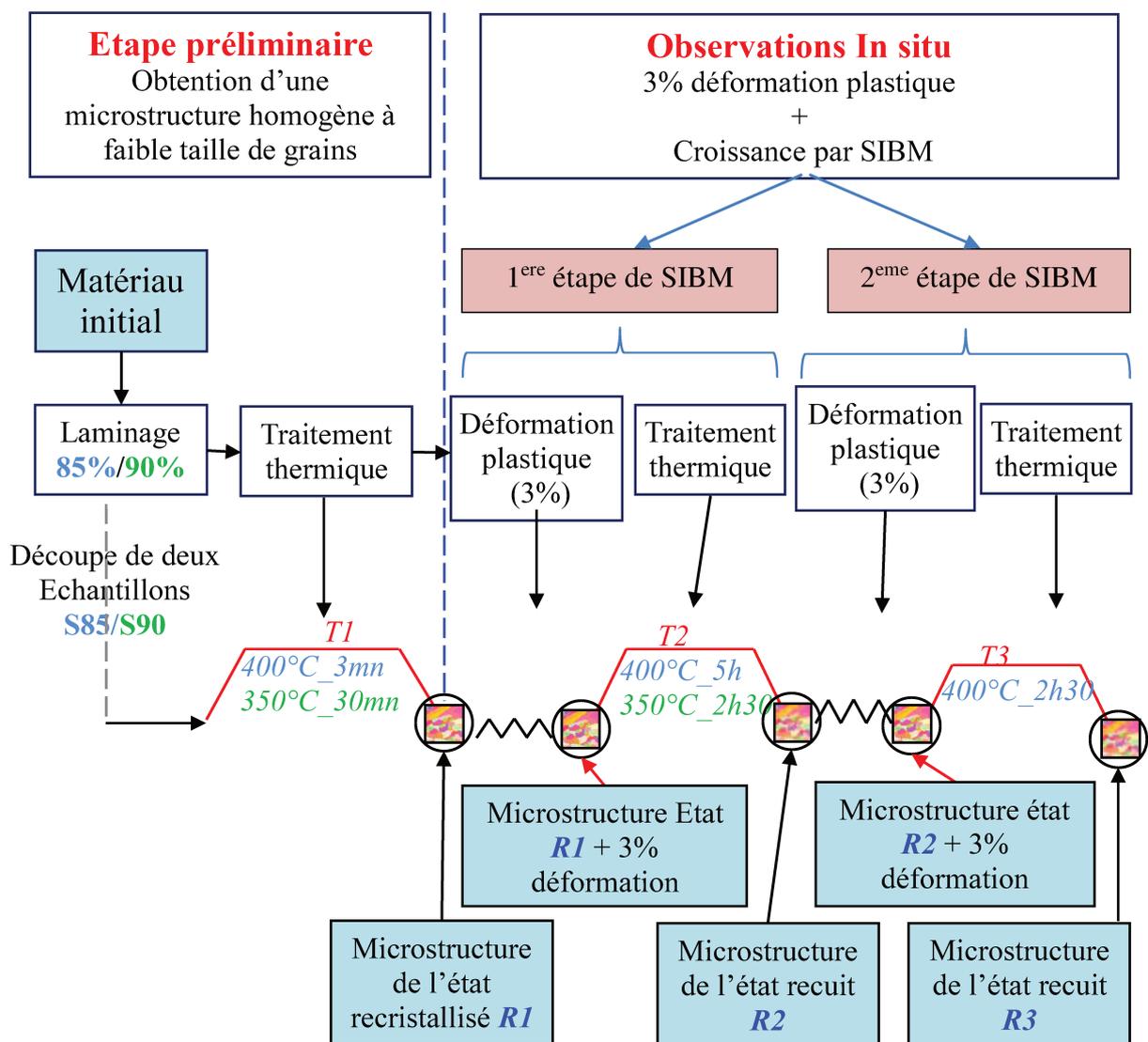


Figure 2.4-1 : Protocole d'expérimentation montrant en fond bleu les différents états de la microstructure qui seront présentés dans ce chapitre.

Echantillons	Laminage à froid	Traitement thermique R1 (recristallisation)	1 ^{re} étape déformation plastique	Traitement thermique R2 (croissance de grains)	2 ^{eme} étape déformation plastique	Traitement thermique R3 (croissance de grains)
S85	85%	400°C_3mn	3%	400°C_5h	3%	400°C_2h30mn
S90	90%	350°C_30mn	3%	350°C_2h30	-	-

Tableau 2.4-1 : Traitements thermomécaniques imposés aux deux échantillons

3.1 Caractérisation du matériau initial

Le matériau utilisé est de l'aluminium de haute pureté 99.99%. Le matériau est sous la forme d'une plaque déformée par laminage à chaud. Cette plaque d'aluminium fait 250 mm de long, 60mm de large et 15.7 mm d'épaisseur. La caractérisation du matériau initial se fait d'abord par une attaque chimique sur une grande surface afin de déterminer la taille des grains. La plaque initiale a été trempée dans la solution d'attaque macro présentée dans la partie 2.1.4.

La Figure 3.1-1, obtenue après attaque chimique, montre à l'observation visuelle que le matériau comporte des gros grains de l'ordre millimétrique, voire centimétrique. Une analyse plus fine réalisée en EBSD confirme cette observation, comme le montre la Figure 3.1-2. Les orientations des grains sur la surface analysée sont caractérisées par une direction $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$, proche de la direction de laminage (DL) de la tôle. Environ 80% des joints observés sur la surface analysée, soit $4.4 \times 8.8 \text{ mm}^2$, sont des joints de faible désorientation.

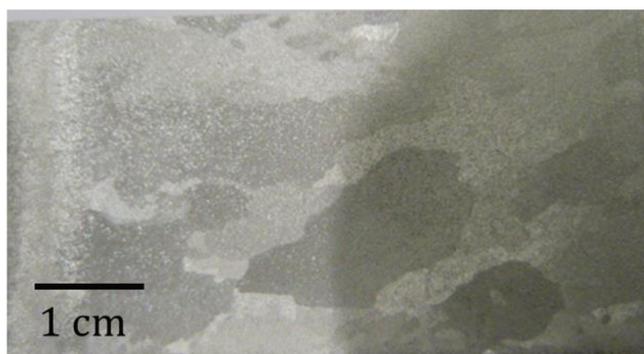


Figure 3.1-1 : Visualisation des grains de la tôle initiale par attaque chimique.

Le laminage à froid a été utilisé afin d'obtenir ensuite une germination homogène et donc une taille de grain homogène et optimale pour le processus de SIBM. Deux taux de réduction par laminage ont été choisis, 85% et 90%, nommés respectivement S85 et S90. Ces taux de réduction ont été retenus comme étant les plus élevés possible pour obtenir une

épaisseur finale manipulable, compte tenu de l'épaisseur initiale de 15.7mm. Pour l'échantillon S90, l'épaisseur finale est de 1.53mm et pour l'échantillon S85 elle est de 2.1mm. L'analyse microstructurale des états laminés est faite par la technique EBSD. La Figure 3.1-2 montre deux des trois vues possibles pour la topologie des grains et des joints de grains, selon que l'on choisit la direction de laminage DL, la direction normale ou la direction transverse. Si la distribution des orientations cristallines diffère évidemment, l'information topologique est identique. Dans toute la suite, les topologies seront examinées sur les clichés EBSD réalisés selon la direction DL, vis-à-vis de laquelle les différences d'orientations des grains sont les plus marquées.

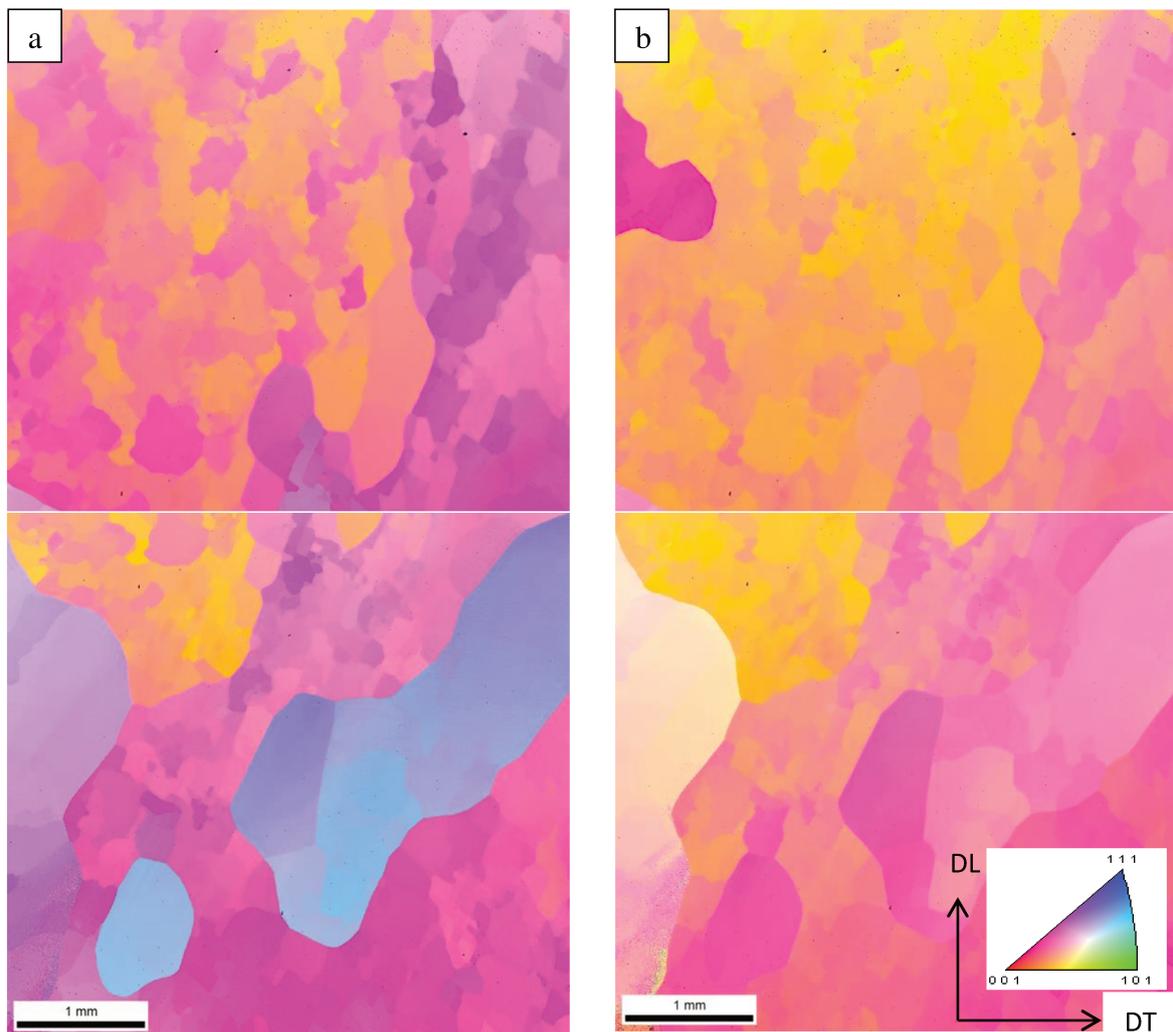


Figure 3.1-2 : Caractérisation de l'échantillon initial par EBSD

a) selon la direction DL b) et selon la direction DN de la tôle.

3.2 Recristallisation des échantillons laminés à 85 % et 90 %

La recristallisation des échantillons intervient après l'étape de forte déformation par laminage suivant notre protocole. Plusieurs essais préliminaires de recuit ont été effectués afin de déterminer la température et le temps de recristallisation complète pouvant faciliter par la suite l'observation de la croissance des grains du matériau. Le Tableau 2.4-1 ci-dessus résume les conditions de recuits pour chacun des échantillons.

3.2.1 Détermination de la température de recuit des échantillons S85 et S90

3.2.1.1 Analyse de l'échantillon S90

En se basant sur les travaux de Huang et al. (Huang et Humphreys 1999), la température de 300°C a été choisie pour un premier recuit que nous avons poursuivi durant 1h. La recristallisation a été faite sous vide dans le MEB S360. A la fin de ce recuit, la recristallisation est incomplète. Néanmoins, les zones non recristallisées sont peu nombreuses. La Figure 3.2-1 de l'état laminé et la Figure 3.2-2 de l'état recuit montrent la présence des mêmes familles d'orientations. La taille des grains recristallisés est en dessous de 100 microns. Ces tailles de grains sont appropriées pour suivre la croissance de grains dans le MEB.

Suite à cet essai préliminaire, nous avons entrepris la détermination systématique de la température de recristallisation de l'échantillon S90 pour une durée de recuit de 30mn. Des recuits sont effectués sur 7 échantillons à des températures différentes, soit 250°C, 275°C, 300°C, 325°C, 350°C, 375°C et 400°C. Des mesures de dureté Vickers sont ensuite réalisées sur chacun de ces échantillons, la dureté Vickers diminuant au fur et à mesure que le matériau se recristallise et devenant stationnaire lorsque la recristallisation est complète.

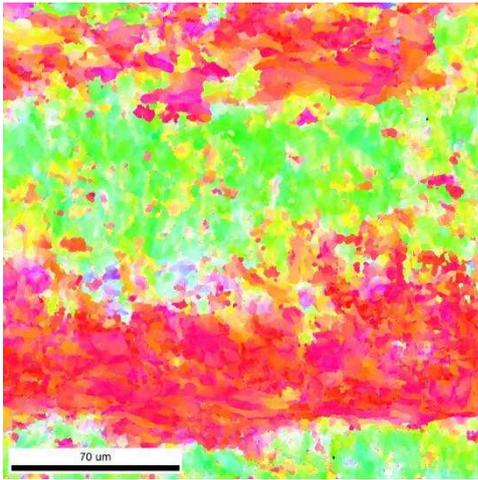


Figure 3.2-1 : Microstructure de l'échantillon S90 laminé.

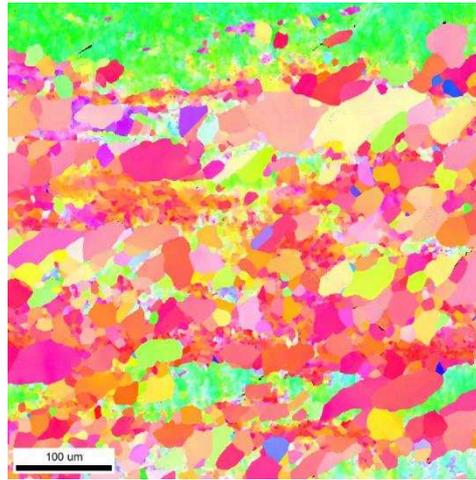
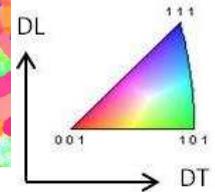


Figure 3.2-2 : Recrystallisation partielle de l'échantillon S90 recuit 300°C pendant 1h



La Figure 3.2-3 montre que la température de recrystallisation totale pour le temps choisi est de 325°C. La température de 350°C est donc retenue finalement comme température de recuit pour être certain d'avoir une recrystallisation totale dans tout l'échantillon pour un temps de 30mn.

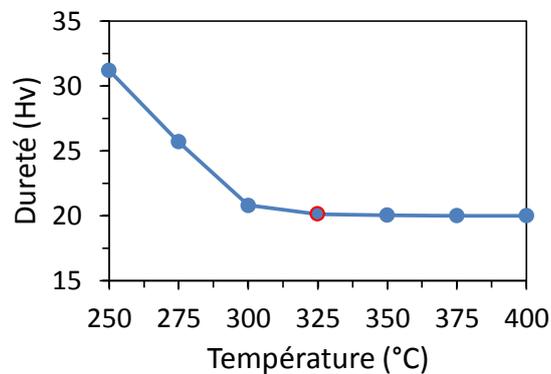


Figure 3.2-3 : Dureté Vickers de l'échantillon S90 en fonction de la température de recuit (temps de recuit : 30mn)

Sur la cartographie d'orientation de la Figure 3.2-4, nous pouvons voir une assez grande diversité d'orientations, mais avec une majorité de grains orientés selon la direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à DL. La microstructure reste encore hétérogène en ce qui concerne la forme des grains.

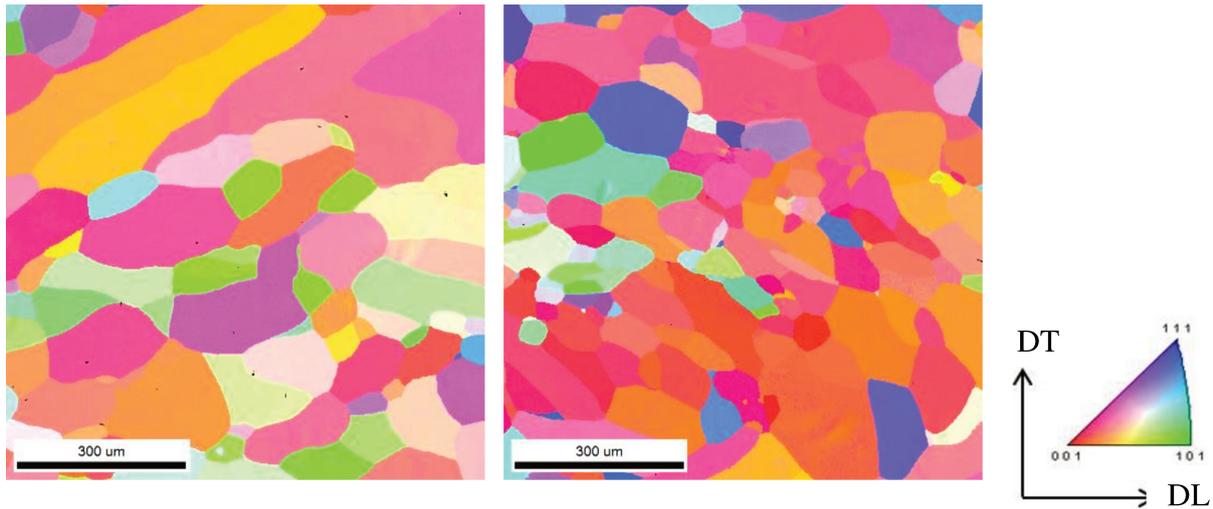


Figure 3.2-4 : Microstructure de recristallisation de l'échantillon S90 de l'état R1

La Figure 3.2-5 montre que la distribution de la taille de grains peut être divisée en deux parties. Une première partie de l'histogramme (de 0 à 200 microns) correspondant à une distribution gaussienne provenant d'une croissance normale de grains lors de la recristallisation et une deuxième partie (autour de 350 microns) correspondant à une croissance anormale. On constate que les grains ayant une croissance normale sont plus équiaxes que les gros grains qui sont allongés. Cette croissance anisotrope des grains a été reportée dans la littérature comme liée à la cristallographie. Les joints de grains qui ont souvent une mobilité importante par rapport aux autres sont ceux ayant une désorientation de 40° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$. Les joints qui ont une croissance rapide sont souvent des joints de flexion provenant de la matrice déformée (Hjelen, Ørsund, et Nes 1991). Cependant, ce n'est pas le cas des joints de grains de cette microstructure.

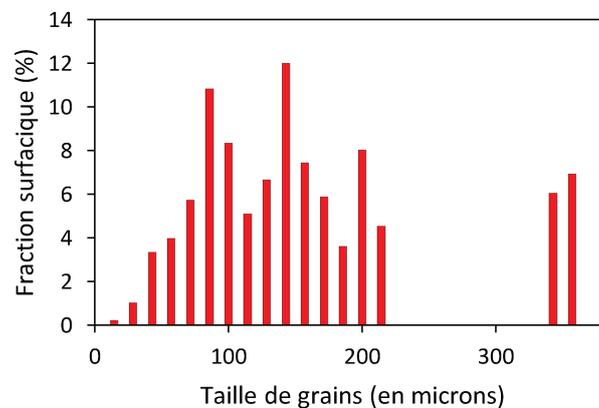


Figure 3.2-5 : Distribution de taille de grains de l'échantillon S90 après recuit de recristallisation. La taille de grain est ici caractérisée par un diamètre équivalent.

Sur la Figure 3.2-6 du graphique de désorientation des joints de grains, on observe deux pics d'amplitudes inégales : l'un centré autour de 10° le plus important et l'autre autour de 50°. Les joints de faible désorientation se retrouvent pour la plupart entre des grains d'orientation proche d'une direction <100>. Les joints de forte désorientation correspondent aux joints entre grains proches d'une direction <100> et grains d'orientations aléatoires plus éloignées de cette direction cube.

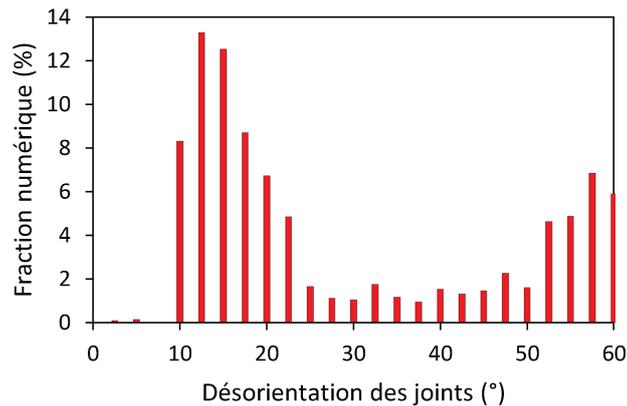


Figure 3.2-6 : Distribution de la désorientation des joints de grains de l'échantillon S90

3.2.1.2 Analyse de l'échantillon S85 après recuit R1.

Suite à l'analyse Vickers de l'échantillon le plus laminé, S90, nous escomptons une température de recristallisation complète supérieure pour l'échantillon S85 à durée égale ou inférieure. Sans reprendre l'analyse Vickers, nous avons donc effectué un recuit à 400°C et nous avons constaté dès 3mn de recuit que la recristallisation était achevée.

Sur la cartographie d'orientation (Figure 3.2-7), on observe des familles d'orientations de type <111> (en bleu) et des orientations proches d'un axe <100> (en rose et jaune). L'analyse de la microstructure au MEB montre que l'échantillon est complètement recristallisé.

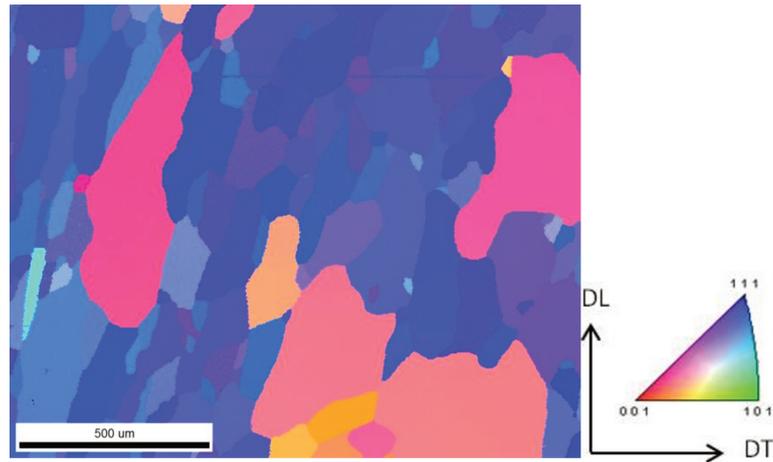


Figure 3.2-7 : Microstructure de S85 totalement recrystallisée après 3mn à 400°C

La distribution de la taille des grains de la Figure 3.2-8 montre une grande proportion de grains de plus de 100 microns et quelques gros grains ayant jusqu'à 380 microns de diamètre. On constate que les orientations proches d'un axe $\langle 100 \rangle$ ont une taille plus grande que les orientations de type $\langle 111 \rangle$. Cela vient probablement des grains recrystallisés dans la matrice déformée qui ont une croissance préférentielle lors du recuit.

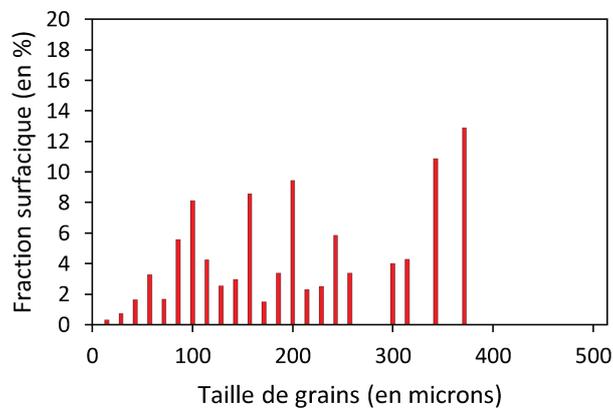


Figure 3.2-8 : Distribution de taille de grains de l'échantillon S85 après recuit de recrystallisation R1.

Compte tenu du nombre relativement faible d'orientations différentes dans l'échantillon, la distribution des désorientations des joints de grains révèle une forte quantité de LAGB, soit 75%, comparé aux HAGB (voir Figure 3.2-9 ci-dessous).

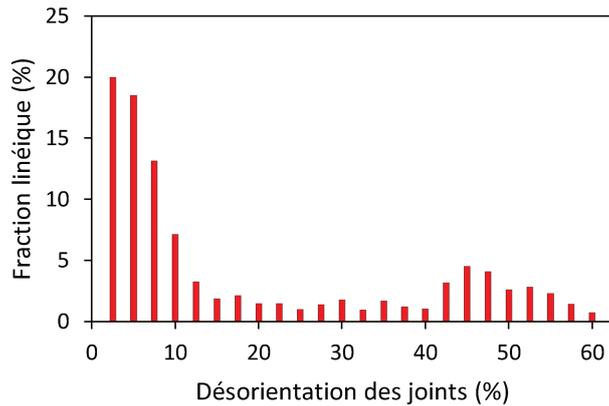


Figure 3.2-9 : Distribution des désorientations des joints de grains de l'échantillon S85 après recuit de recristallisation R1

3.2.1.3 Comparaison des deux échantillons

Les deux échantillons qui ont été laminés à des taux proches et recuits à des températures absolues voisines ($T/T_f = 0.67$ pour l'échantillon S90 et 0.72 pour l'échantillon S85, ont complètement recristallisé pour des temps de recuits très différents (respectivement 30mn et 3mn). Les microstructures recristallisées obtenues montrent également un certain nombre de différences. Les différences principales de l'état recristallisé des deux échantillons peuvent provenir de leur origine dans la plaque (texture non homogène), et non des différences des traitements appliqués.

Pour l'échantillon S90, la taille de grain de l'ordre de 100 à 200 μm s'avère conforme à la valeur visée a priori, et estimée d'être le compromis intéressant pour suivre une mobilité notable sur un nombre suffisamment élevé de joints de grains. Mais les orientations des grains en présence n'ont pas montré de différences très marquées.

Au contraire dans l'échantillon S85, bien que les grains aient une taille moyenne plus grosse (donc moins favorable à une étude de mobilité), on note un contraste d'orientation plus marqué entre les grains avec notamment deux grandes familles arrangées autour des deux types de directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Cette configuration simplifiée nous a paru plus intéressante, car on peut s'attendre à ce que lors d'une sollicitation uni-axiale, ces deux familles de grains aient un comportement très différent. C'est ce qui nous a amenés à choisir l'échantillon S85 pour commencer l'étude.

3.3 Étude des échantillons après l'étape de petite déformation plastique

Nous allons présenter successivement les états plastiquement déformés des échantillons S85 et S90. Précisons que, dans la mesure du possible, l'état de surface des échantillons doit rester proche de celui de l'étape antérieure. Aucun nouveau polissage ne doit donc en principe être effectué, de manière à pouvoir par la suite retrouver les zones dont nous allons suivre l'évolution. Il peut néanmoins dans certains cas s'avérer nécessaire de reprendre un polissage. Celui-ci doit rester très léger pour éviter la perte d'information. De plus, la zone examinée pour les deux échantillons est dorénavant fixée par les observations de l'état initial présenté dans le paragraphe précédent.

3.3.1 Echantillon S85

3.3.1.1 Première étape de déformation de 3%

L'échantillon S85 a été déformé à 3% de déformation plastique en traction. La Figure 3.3-1 présente la courbe contrainte-déformation plastique obtenue. C'est une courbe typique de comportement plastique des polycristaux CFC, avec un écrouissage parabolique qui commence après un très bref stade linéaire de l'ordre de 1% en déformation typique de l'aluminium. Le niveau d'écrouissage initial est de l'ordre de $\mu/50$ (avec $\mu=26\text{GPa}$).

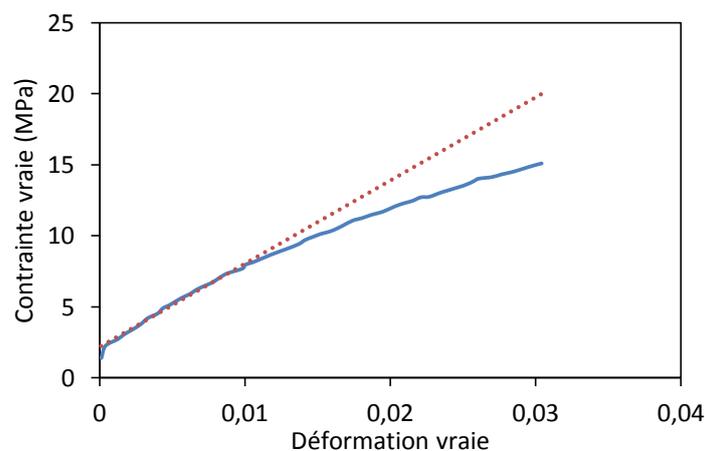


Figure 3.3-1 : Courbe contrainte déformation de l'échantillon S85 étape 1 (R1 + 3%)

Cet échantillon a ensuite été recuit in situ à 400°C pendant 5h, recuit durant lequel l'observation a été continue et des images de la zone observée ont été prises à intervalles réguliers. 77 photos ont été prises au total, les deux dernières pendant la descente en température. Ces photos seront discutées dans la section suivante. La Figure 3.3-2 montre néanmoins que dans cette première étape de déformation, aucune trace de glissement n'est visible dans les grains de la zone examinée. Ceci peut avoir plusieurs causes :

- La résolution propre du MEB utilisé (ici le MEB 360) est trop faible,
- L'hétérogénéité de la déformation plastique qui aurait peu déformé les grains de la zone observée,
- Une orientation défavorable de la ou des directions de glissement (vecteur de Burgers proche de la surface),
- Une émergence difficile du glissement en surface aux petites déformations.

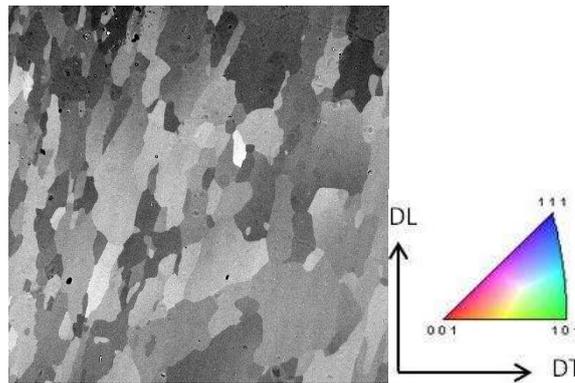


Figure 3.3-2 : Cartographie en indice de qualité obtenue après 3% de déformation (étape 1) de l'échantillon S85 (R1+3%)

Cette émergence différée a été observée notamment dans le cuivre (Franciosi et al. 2015). Le glissement dévié dans l'aluminium étant précoce comme l'indique la courbe de traction, il peut participer également à disperser l'émergence du glissement en surface et le rendre diffus et moins visible. Nous reviendrons sur ces points dans la partie 3.3.1.2.

La courbe de la Figure 3.3-3 nous apprend aussi que la densité initiale de dislocations est de l'ordre de : $1,4 \cdot 10^{10} m^{-2}$ et la densité finale atteinte à 3% est de l'ordre de : $5,1 \cdot 10^{12} m^{-2}$. La densité de dislocations a donc augmenté de deux ordres de grandeur. Cette densité de dislocation est calculée suivant la formule :

$$\rho = \left(\frac{\sigma}{\alpha \mu b M} \right)^2 \quad \text{Équation 3.3-1}$$

Avec :

$$\alpha = 0.3, \quad \mu = 26\text{GPa}, \quad b = 2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}, \quad M = 3$$

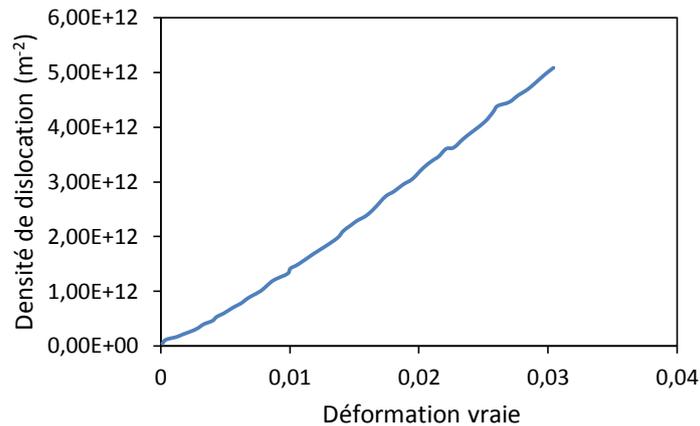


Figure 3.3-3 : Evolution de la densité moyenne de dislocations lors de la déformation de l'échantillon S85 étape 1 (R1 + 3%)

L'évolution de la microstructure après recuit a été étudiée et rapportée dans la section suivante. Nous avons ensuite procédé à une seconde étape de déformation plastique identique à la première.

3.3.1.2 Deuxième étape de déformation de 3% (R2 + 3%)

Après un léger polissage électrolytique de la zone, une seconde déformation plastique de 3% a été imposée à l'échantillon. Celui-ci a été analysé par EBSD avant d'être resoumis à un recuit à température identique (400°C) à celui de l'étape précédente avec une observation en continu durant 2h30mn. Une quinzaine de photos ont été prises qui seront discutées dans la partie suivante. La courbe contrainte déformation de cette seconde étape est montrée sur la Figure 3.3-4.

On constate que la nouvelle limite élastique n'est pas exactement identique à celle de l'étape 1, ce qui peut signifier que l'énergie stockée dans l'étape 1 n'a pas complètement été éliminée par le recuit précédent. On constate également que, malgré une limite élastique initiale non ramenée à la valeur première, les deux courbes sont quasi-similaires. La courbe de la Figure

3.3-5 montre que la densité initiale de dislocations est de l'ordre de : $2,9 \cdot 10^{11} m^{-2}$ (elle reste un ordre de grandeur au-dessus de la valeur première) et la densité finale atteinte à 3% est de l'ordre de : $5,0 \cdot 10^{12} m^{-2}$, comparable à la valeur finale atteinte à la première étape de 3% de déformation. La densité de dislocations n'a donc augmenté cette fois que d'un seul ordre de grandeur pendant la déformation de 3%.

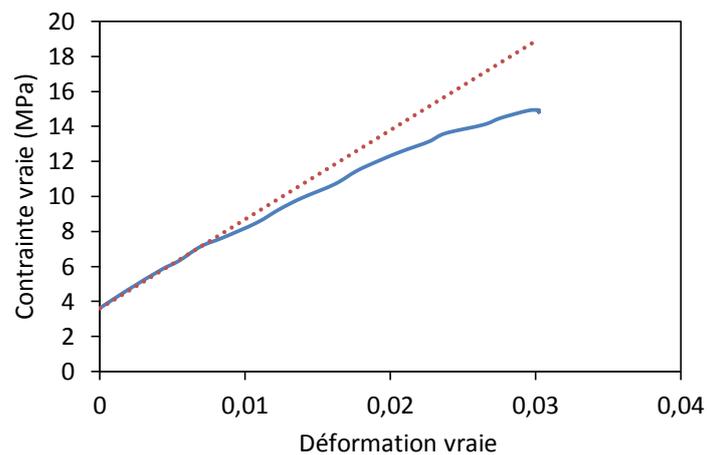


Figure 3.3-4 : Courbe contrainte-déformation de l'échantillon S85 (R2 + 3%)

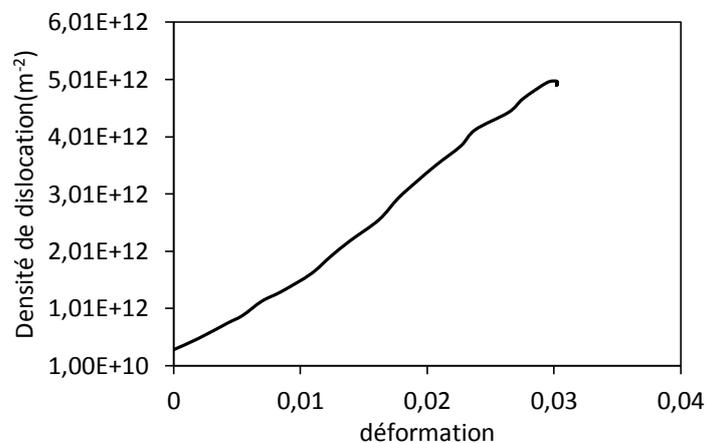


Figure 3.3-5 : Evolution de la densité de dislocations au cours de la seconde déformation de 3% (R2+3%)

Le Tableau 3.3-1 rassemble les valeurs initiales et finales de σ et ρ obtenues pour les deux étapes de déformations de l'échantillon S85.

Echantillon S85	σ_i (MPa)	σ_f (MPa)	ρ_i (m ⁻²)	ρ_f (m ⁻²)
1 ^{ère} étape de déformation	1,4	15,0	4,4. 10 ¹⁰	5,0. 10 ¹²
2 ^e étape de déformation	3,6	15,0	2,9. 10 ¹¹	5,0. 10 ¹²

Tableau 3.3-1 : contraintes de déformation et densités de dislocation initiale et finale

Les micrographies de la Figure 3.3-6a et des Figure 3.3-7a,b,c montrent cette fois des lignes de glissement observées en grande quantité dans la plupart des grains de la zone examinée. Des glissements simples et multiples ont été observés sur la surface. Jusqu'à trois systèmes de glissements ont pu être observés dans certains grains (cf. Figure 3.3-7c). En comparant l'image obtenue en indice qualité (Figure 3.3-6a) avec la cartographie d'orientation EBSD de la Figure 3.3-6b, on identifie les orientations des grains avec leurs glissements correspondants. Les grains ayant une orientation proche d'une direction <100> présentent tous du glissement simple (du moins un seul plan est visible) tandis que ce sont les grains d'orientations proches de <111> qui présentent du glissement multiple (double ou triple). Il est à noter que les Figure 3.3-7a,b,c sont des morceaux extraits de la Figure 3.3-6a identifiés respectivement par des carrés de couleur noire, bleue, et rouge de façon à mettre en évidence les lignes de glissements observées.

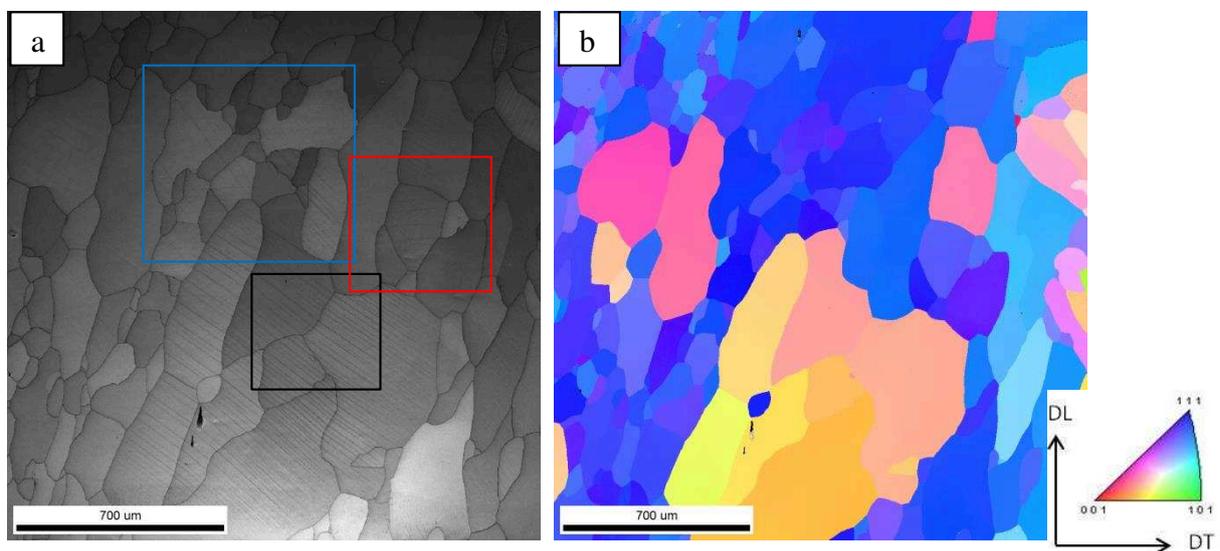


Figure 3.3-6 : Etat déformé (de l'échantillon S85 a) image en indice de qualité b) cartographie d'orientation correspondante (après R1 + 3% + R2 + 3%)

Une étude plus fine de ces bandes de glissements a été réalisée en AFM afin de bien mettre en évidence la déformation dans les grains. Les Figure 3.3-8 et 3.3-9 sont des images obtenues en AFM qui confirment la présence de glissement simple ou multiple suivant les

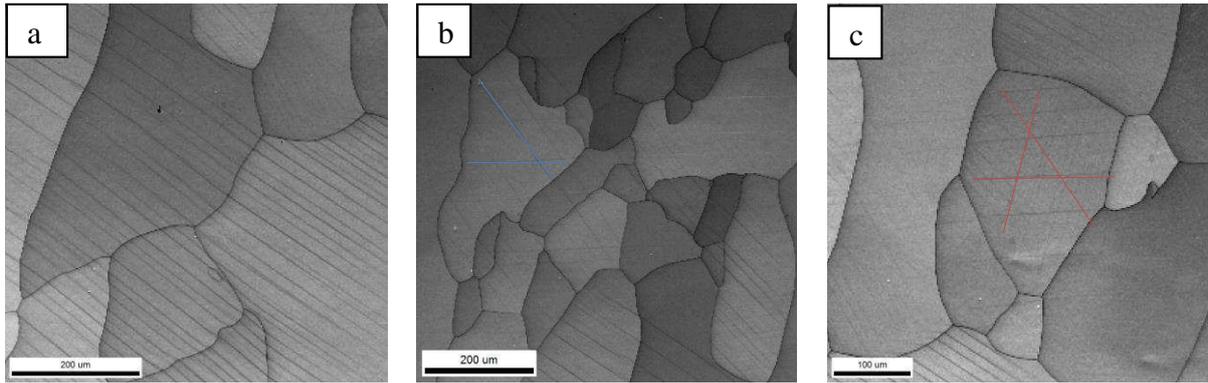


Figure 3.3-7 : Traces de glissements observées sur l'image IQ de la cartographie de la Figure 3.3-6

grains. Les deux images AFM correspondent à des zones d'analyse identifiées respectivement en noir et rouge sur la Figure 3.3-6.a.

Afin de quantifier la déformation plastique sur la surface analysée, deux profils de lignes de glissement simple et multiple (Figure 3.3-10a,b) ont été effectués sur les images des Figure 3.3-8 et 3.3-9. Le profil de la Figure 3.3-10a montre que les lignes de glissements ont une hauteur de 40nm sur une distance de 13μm en moyenne, ce qui correspond à un taux de déformation γ au moins égal à 0,3% calculé dans le grain analysé. Quelques valeurs de h_i et d_i sont reportées dans le Tableau 3.3-2 ci-dessous. On note que ce γ minimum (glissement projeté) est estimé grossièrement à l'aide de la formule de l'Équation 3.3-2

$$\gamma = 1/n \sum_{i=1}^n \frac{h_i}{d_i} \quad \text{Équation 3.3-2}$$

Avec h_i la hauteur des marches de glissement et d_i la distance entre deux marches de glissement. Mais la valeur précise du glissement dépend de l'inclinaison du vecteur de Burgers du système actif sur la surface. On appelle coefficient de visibilité le cosinus de l'angle entre ce vecteur de Burgers et la normale à la surface.

Ce taux minimum de glissement ainsi estimé, 10 fois moindre que la déformation plastique appliquée, indique que le coefficient de visibilité du vecteur de Burgers actif doit être de l'ordre de 0,1, ce qui correspond à une inclinaison très forte sur la surface de l'ordre de 80 degrés. Si tel n'est pas le cas, cette différence est probablement due à certaines des causes évoquées précédemment. Dans les cas de glissement multiple, on peut estimer de même un glissement minimum pour chacun des systèmes observés, chacun pouvant avoir un coefficient

de visibilité différent. La déformation plastique incrémentale est alors donnée par Équation 3.3-3 ci-dessous :

$$d\varepsilon^p = \sum_g R^g d\gamma^g = \sum_g R^g \bar{\nu}^g d\gamma_m^g \quad \text{Équation 3.3-3}$$

où l'on a noté $d\gamma_m^g$ le glissement incrémental projeté et $\bar{\nu}^g$ l'inverse du coefficient de visibilité du système g . Nous y reviendrons au cours de l'analyse.

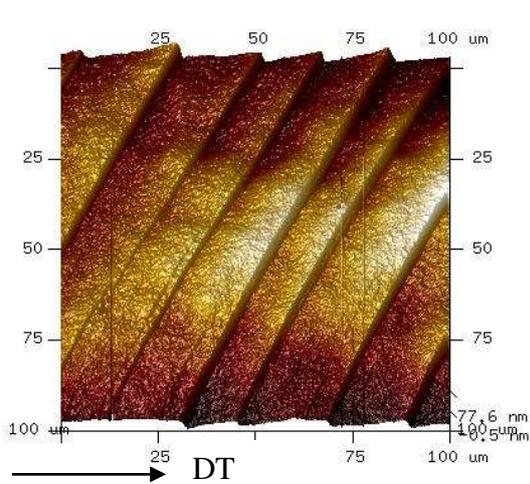


Figure 3.3-8 : Glissement simple observé en AFM

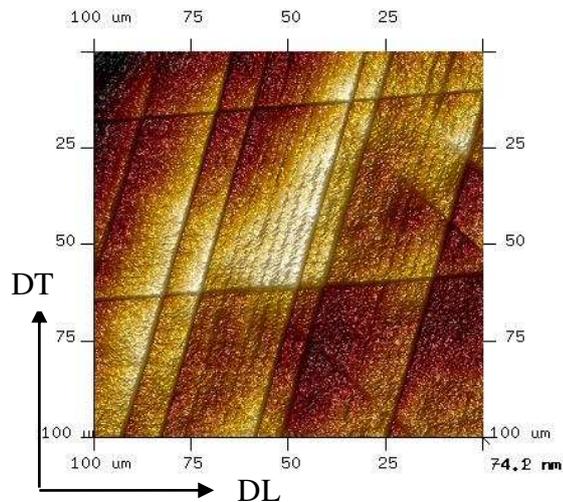


Figure 3.3-9 : Glissement multiple observé en AFM

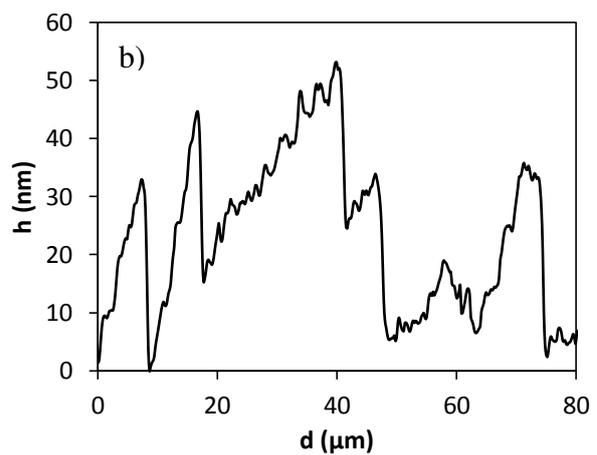
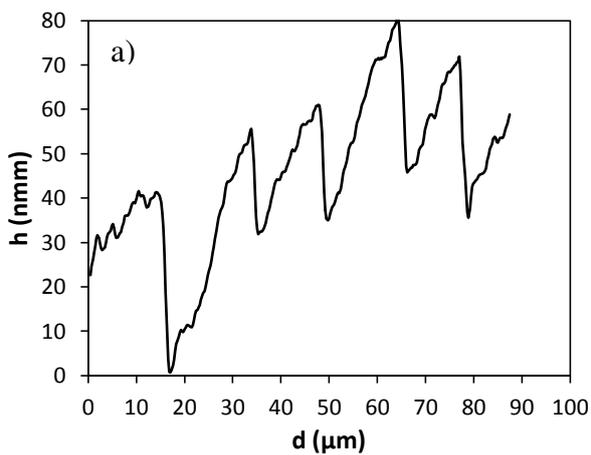


Figure 3.3-10 : Profil de glissement projeté (glissement minimum) effectué sur les images AFM. a) Profil de glissements simples b) profils de glissements multiples

h_i (en nm)	d_i (en μm)	h_i/d_i (en %)
55,45	17	0,326176
28,2	11	0,256364

45,5	12,6	0,361111
27,7	10	0,277

Tableau 3.3-2 : Tableau de résumé des valeurs enregistrées sur le profil du glissement minimum projeté (cas du glissement simple)

3.3.2 Echantillon S90 déformé de 3% (R1+ 3%)

Comme l'échantillon S85, l'échantillon S90 a subi 3% de déformation plastique en traction. La Figure 3.3-11 présente la courbe contrainte-déformation plastique obtenue. C'est une courbe quasi similaire à celle obtenue par l'échantillon S85 avec un écrouissage parabolique qui commence après un très bref stade linéaire de l'ordre de 0.5%. La contrainte vraie est égale à 3.61MPa, une valeur qui est légèrement plus élevée que la valeur σ_i pour le cas S85.

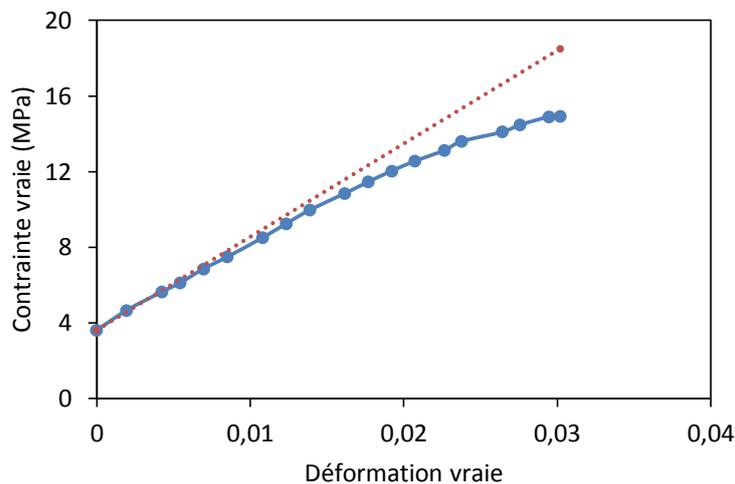


Figure 3.3-11 : Courbe contrainte déformation de l'échantillon S90 (R1+3%)

La Figure 3.3-12 présente l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation. Les valeurs de la densité de dislocations initiale et finale sont présentées dans le Tableau 3.3-3 ci-dessous. La densité de dislocations a donc augmenté d'un ordre de grandeur avec une densité de dislocations initiale $\rho_i = 2,97. 10^{11}m^{-2}$, une densité de dislocations finale $\rho_f = 5,0. 10^{12}m^{-2}$.

Echantillon S90	σ_i	σ_f (MPa)	ρ_i (m^{-2})	ρ_f (m^{-2})
Déformation 3%	3,65 (MPa)	15,0	$2,97. 10^{11}$	$5,0. 10^{12}$

Tableau 3.3-3 : contraintes et densités de dislocations initiales et finales de l'échantillon S90

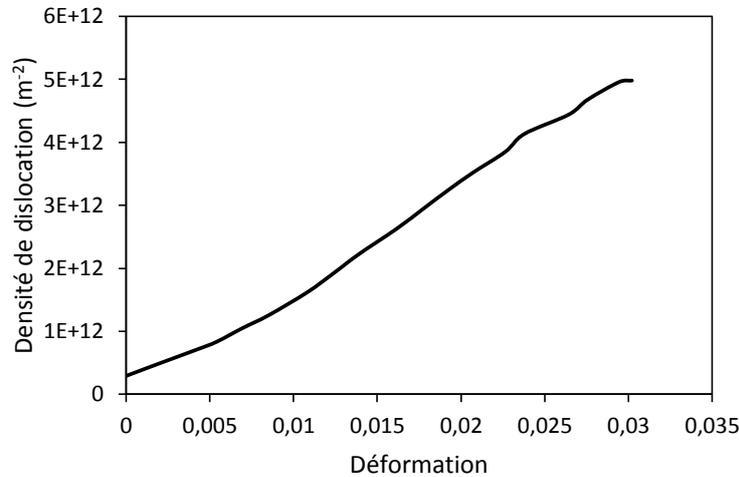


Figure 3.3-12 : Evolution de la densité de dislocations au cours de la déformation de 3%, échantillon S90

Un premier échantillon S90 a été déformé où l'on observe des lignes de glissements à la surface de l'échantillon (Figure 3.3-13). Cet échantillon a été abandonné parce que le filament du MEB s'était cassé, lors de l'essai de recuit in situ (le matériau a eu le temps de restaurer sans mobilité significative). Le protocole a donc été appliqué sur un deuxième échantillon où aucune trace de glissement n'est cette fois visible dans les grains de la zone examinée après la déformation. Cette comparaison montre que l'observation ou non des traces de glissement sur une zone locale peut être très variable. Cette différence de comportement plastique vient probablement de la différence de la microstructure des zones analysées pour les deux échantillons.

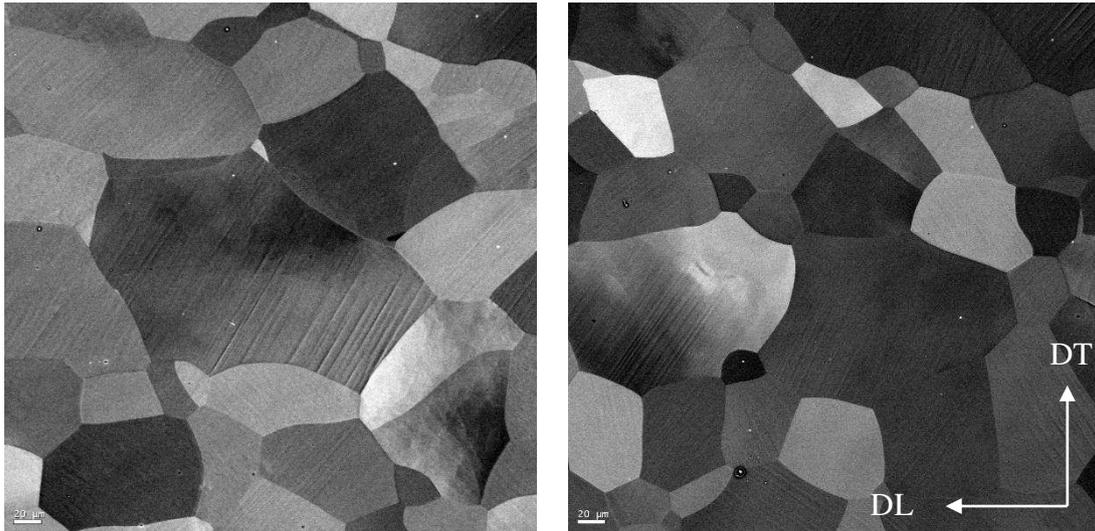


Figure 3.3-13 : lignes de glissement observées sur un échantillon S90 déformé de 3%

3.4 Evolution des microstructures in situ lors des recuits de croissance (R2 et R3)

Des essais de recuit in situ dans le MEB 360 ont ensuite été effectués pour chacun des échantillons après l'étape de déformation plastique, durant lesquels l'évolution des microstructures a été suivie. Nous allons présenter ici successivement pour les échantillons S85 et S90 des séries de 8 images. Les deux images en couleur représentent les cartographies EBSD correspondant respectivement à l'état initial déformé avant recuit et l'état à la fin du recuit. Les 6 figures en noir et blanc sont des micrographies simples à des états intermédiaires qui montrent l'évolution des grains au cours du recuit. Pour chacun des cas, une séquence plus longue est montrée en annexe A.

3.4.1 Echantillon S85 après recuit R2

Pour cet échantillon, les Figure 3.4-1(a,b) représentent les micrographies obtenues en EBSD après l'étape de la déformation plastique et après le recuit in situ. Le suivi de la même zone permet de montrer une croissance significative voire exagérée dans certains cas à la surface de cet échantillon. La Figure 3.4-2 présente 6 des 77 images prises in situ pendant 5h. Ces six figures intermédiaires sont les états aux temps respectifs : $t_1 = 5mn$, $t_2 = 1h$, $t_3 = 2h$, $t_4 = 3h$, $t_5 = 4h$, $t_6 = 5h$. Une séquence plus longue est montrée en annexe A1.

La première image (Figure 3.4-2a) correspond au temps de recuit de 5mn. C'est le temps que met le four pour se stabiliser à la température demandée (400°C). On n'observe pas de changement significatif sur la Figure 3.4-2b, prise après un temps de recuit de 1h. Par contre, des modifications significatives sont observées au bout de 2h de recuit. La Figure 3.4-2c montre à la fois des disparitions de grains (flèches bleues) et de croissance de grains (en rouges). Au bout de 3h de recuit, plusieurs cas de croissance de grains sont nettement visibles (flèches rouge Figure 3.4-2d). La croissance de grains continue sur les deux images suivantes qui correspondent à 4h et 5h de recuit.

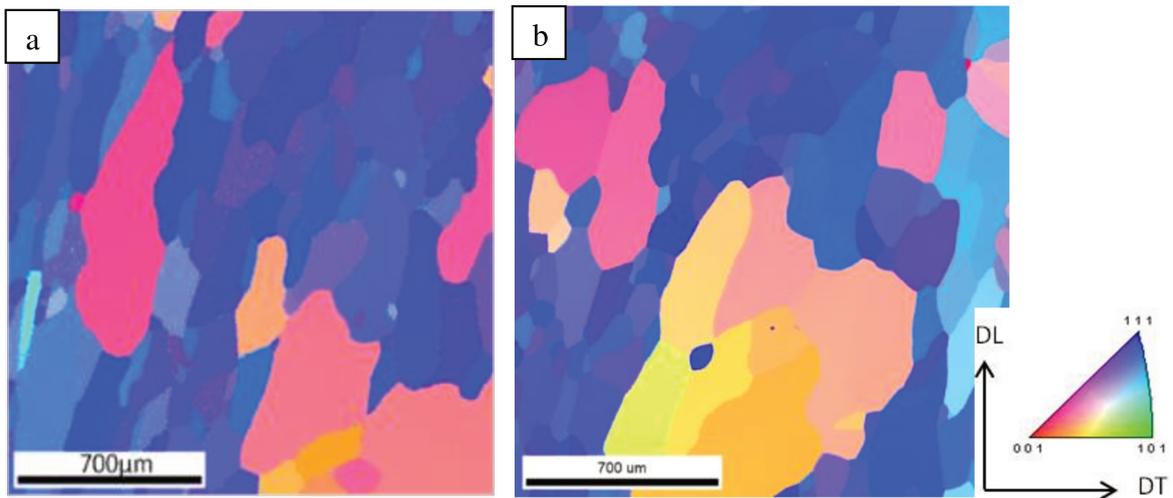


Figure 3.4-1 : Cartographie d'orientation de l'échantillon S85, a) après 3% de déformation plastique (R1+3%) b) et après recuit (R2)

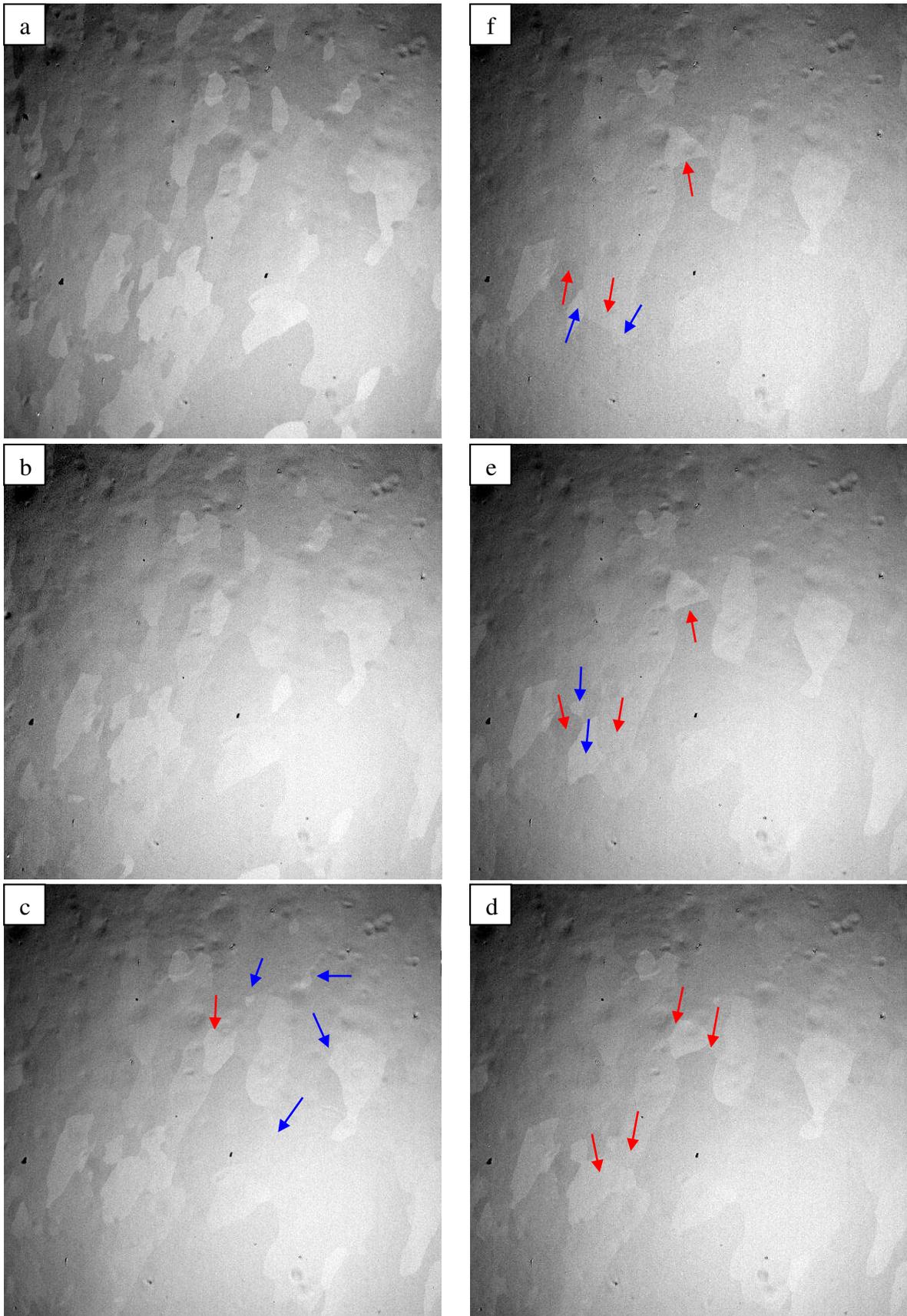


Figure 3.4-2 : Echantillon S85a -> f recuit in situ à 400 °C pendant 5h pour des temps respectifs de 5mn, 1h, 2h, 3h, 4h et 5h.

3.4.2 Echantillon S85 R3

Pour la 2^e étape de l'échantillon S85, la microstructure a également été analysée après la déformation plastique et après recuit in situ. Les microstructures de ces étapes sont présentées sur la Figure 3.4-1(a,b) ci-dessous. On n'observe pas de croissance exagérée lors de cette étape de recuit in situ, mais des cas de croissance normale ont été identifiés. La Figure 3.4-4 présente 6 des 25 images prises in situ pendant 2h30mn. Ces six figures intermédiaires correspondent à des temps respectifs de : $t_1 = 5mn$, $t_2 = 45mn$, $t_3 = 1h$, $t_4 = 1h30mn$, $t_5 = 2h$, $t_6 = 2h30mn$. Une séquence plus longue est montrée en annexe A2.

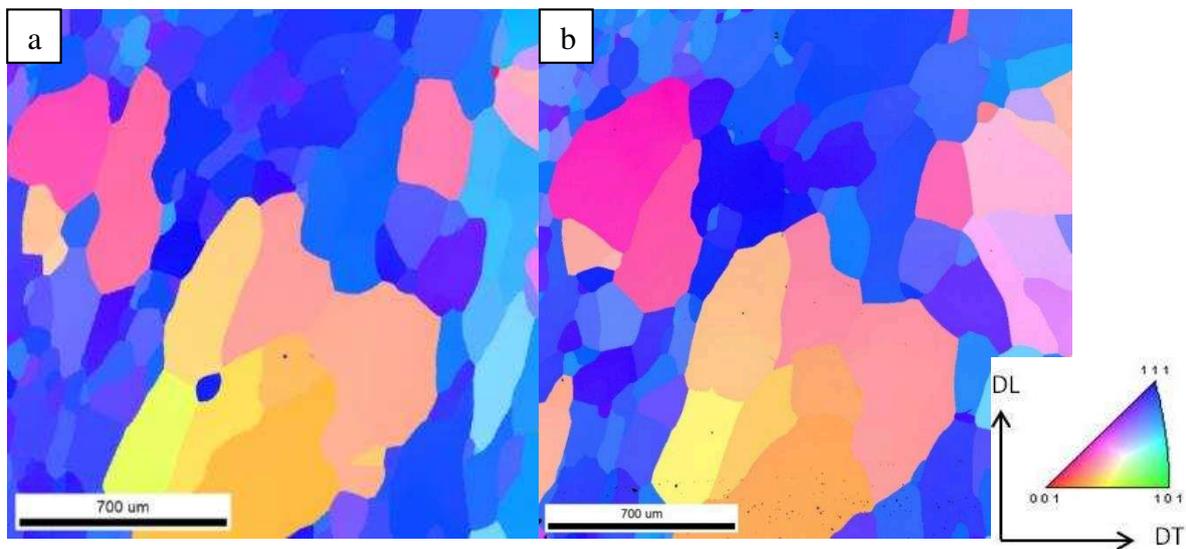


Figure 3.4-3 : Cartographie d'orientation de l'échantillon S85 2^e étape, a) après 3% de déformation plastique (R2 + 3%) b) et après recuit à droite (R3)

La Figure 3.4-4b montre trois cas identifiables qui apparaissent au bout de 45mn. De la gravure thermique (flèches noires), de la croissance de grains (flèches rouges) et de la réduction de taille de grains (flèches bleues) sont observées lors du recuit in situ. Au bout d'une heure, la croissance est visible pour deux des cas identifiés précédemment (voir Figure 3.4-4c). La gravure thermique s'accroît et persiste avec le temps de recuit. La mobilité des joints de grains est moins visible sur les images suivantes.

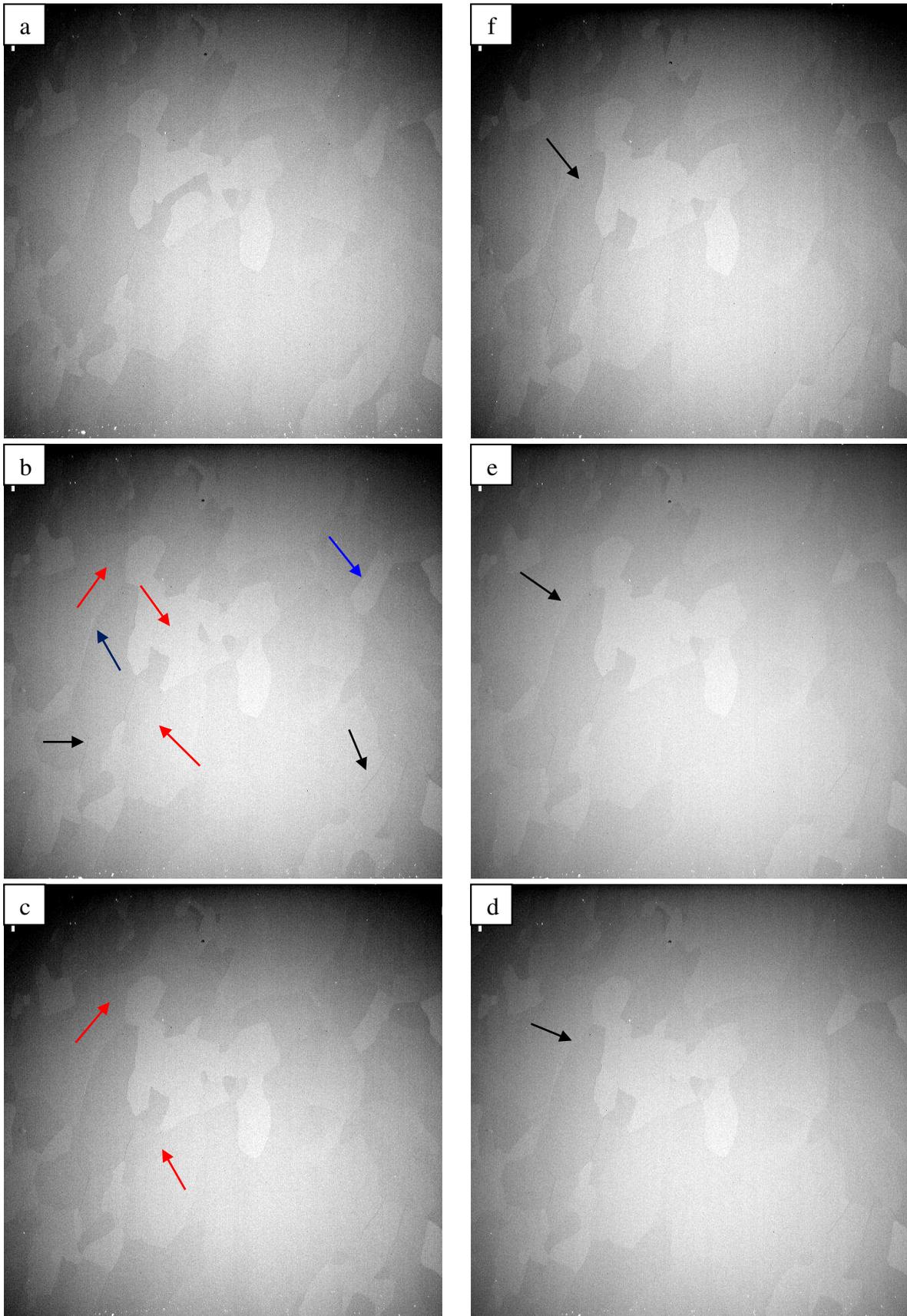
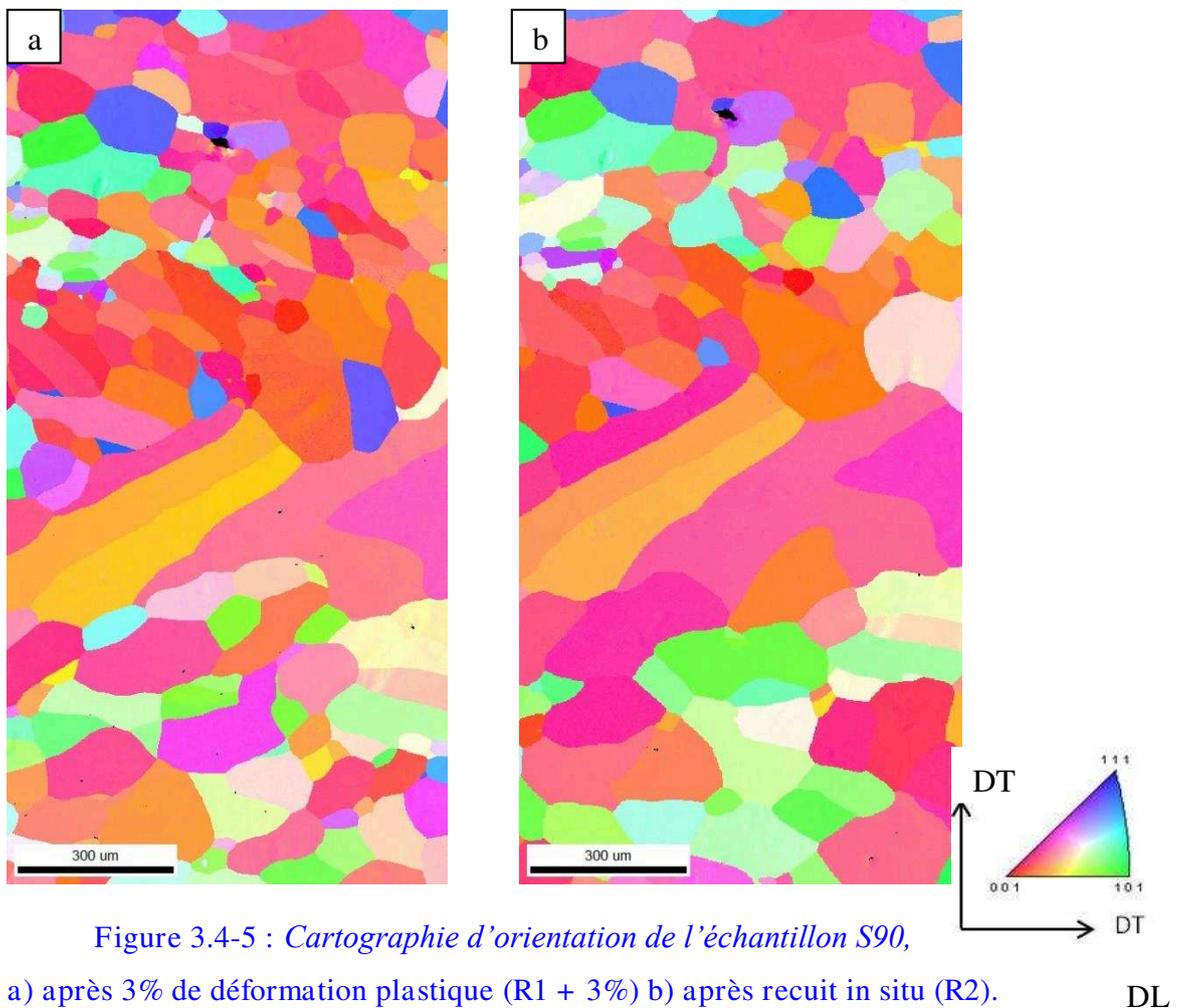


Figure 3.4-4 : Echantillon S85a -> f recuit in situ à 400 °C pendant 2h30mn pour des temps respectifs de 5mn, 45mn, 1h, 1h30mn, 2h et 2h30mn.

3.4.3 Echantillon S90 R1

Les micrographies obtenues en EBSD après l'étape de déformation plastique et après le recuit in situ sont montrées sur la Figure 3.4-5(a-b). Le suivi de la même zone permet de montrer la croissance des grains à la surface de cet échantillon. La Figure 3.4-5(a-f) présente 6 des 30 images prises in situ pendant 2h30mn. Ces six figures intermédiaires correspondent à des temps respectifs de : $t_1 = 5mn$, $t_2 = 45mn$, $t_3 = 1h$, $t_4 = 1h30mn$, $t_5 = 2h$, $t_6 = 2h30mn$. Une séquence plus longue est montrée en annexe A3.

Les cas de mobilité de joints de grains les plus significatives (flèches rouges) ont été repérées au bout de 45mn de recuit in situ (Voir Figure 3.4-6b). Sur les images suivantes, on n'a pas observé des changements très importants.



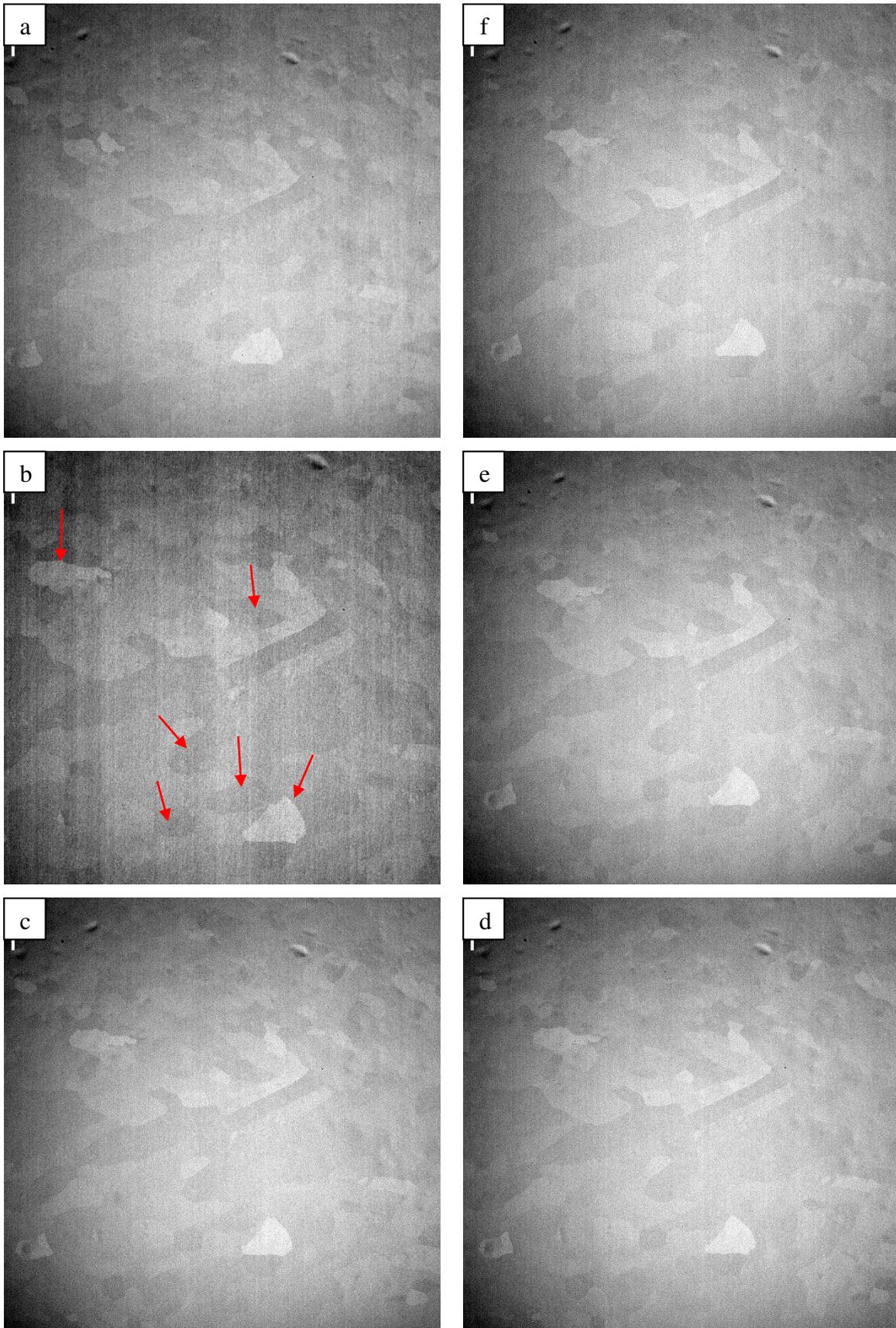


Figure 3.4-6 : Echantillon S90 recuit à 350 °C pendant 2h30mn pour un temps respectif de 5mn, 45mn, 1h, 1h30mn, 2h, 2h30mn.

Ces observations se sont avérées très difficiles, les contrastes entre grains permettant difficilement l'identification des joints, hormis quelques cas particuliers, et donc l'analyse de leurs déplacements. On pourra néanmoins retenir que le processus de la mobilité observée n'est pas constant et qu'au contraire cette mobilité semble se déclencher après un certain temps de maintien en température et s'effectuer rapidement pour tendre à s'arrêter ou du moins à ralentir. Nous verrons par la suite comment cette tendance peut être corrélée aux autres observations faites et à leur analyse.

3.5 Analyse des microstructures à la fin du recuit de croissance

Une étude des échantillons recuits nous permet désormais de comparer les figures de pôles inverses, les distributions de taille des grains ainsi que les distributions de désorientation des joints de grains. Ces comparaisons sont effectuées pour l'échantillon S85, (étapes 1 et 2) et l'échantillon S90.

3.5.1 Echantillon S85 étape 1

La comparaison des deux figures de pôles inverses montre qu'il n'y a pas de grand changement au niveau des orientations. Par contre, on a constaté de très petites modifications liées à la rotation du réseau (voir les flèches bleues). Des cas d'apparition de grains sont bien visibles, et sont identifiés par des flèches vertes et rouges. On a également un renforcement des orientations proches de la direction $\langle 100 \rangle$. Il est toutefois difficile d'affirmer que ces nouvelles orientations proviennent du recuit, car la taille de la cartographie après la croissance a été un peu plus grande.

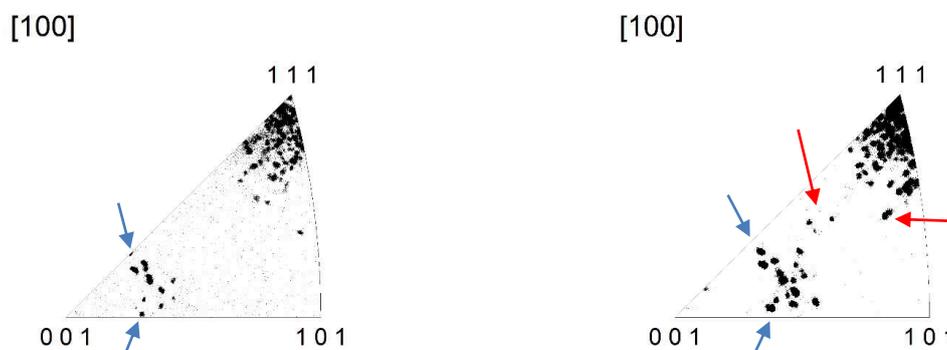


Figure 3.5-1 : Figure de pôles inverse (direction DL) avant et après recuit de croissance (S85 étape 1)

Nous avons également comparé la désorientation des joints des grains sur la cartographie ainsi que la distribution des tailles de grains (voir la Figure 3.5-1 et la Figure 3.5-3). La fraction de joints de faible désorientation par rapport aux joints de forte désorientation est plus élevée dans les deux cas (avant et après le recuit). On n'a pas une différence très marquée de la désorientation des joints de grains. Le Tableau 3.5-1 montre une légère augmentation des joints de faibles désorientations après le recuit qui peut être encore lié à une différence de taille de cartographie.

L'une des différences les plus marquées entre les deux cartographies est la netteté de l'image après la croissance des grains (voir Figure 3.5-2a-b). Cela résulte du recuit qui diminue la densité de dislocations dans les grains.

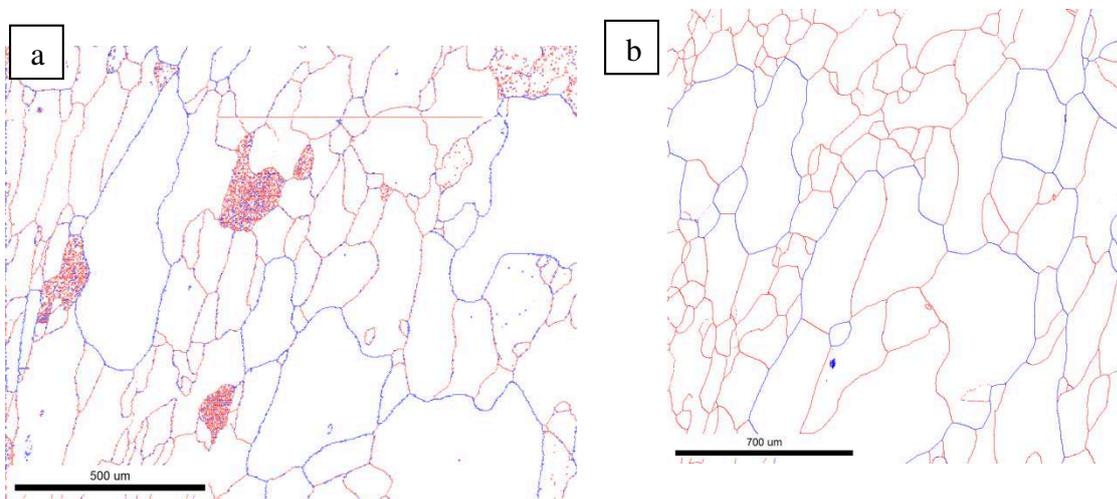


Figure 3.5-2 : Désorientation des joints de grains de 3° - 15° en rouge, de 15-60° en bleu
a) R1 + 3% b) R1 + 3% + R2 (S85 étape 1)

S85étape 1	Fraction LAGB (en %)	Fraction HAGB (en %)
S85 Avant croissance	62,4	37,6
S85 Après croissance	69,7	30,3

Tableau 3.5-1 : Répartition des joints de faibles et de forte désorientation avant et après croissance des grains pour l'échantillon S85 étape 1

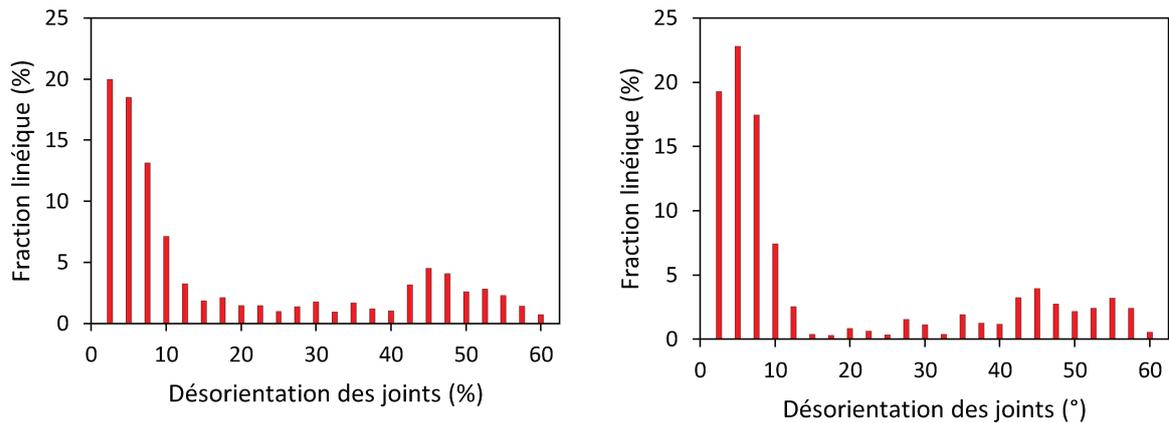


Figure 3.5-3 : Distribution de la désorientation des joints de grains de S85 avant et après croissance (S85 étape 1)

Les distributions de taille des grains de la Figure 3.5-4 confirment la croissance des grains lors du recuit, au cours duquel des tailles de grains supérieures à 350 μm sont apparues. On observe également un grand pic autour de 400 μm sur la Figure 3.5-4b, qui correspond en fait à trois gros grains ayant la même taille.

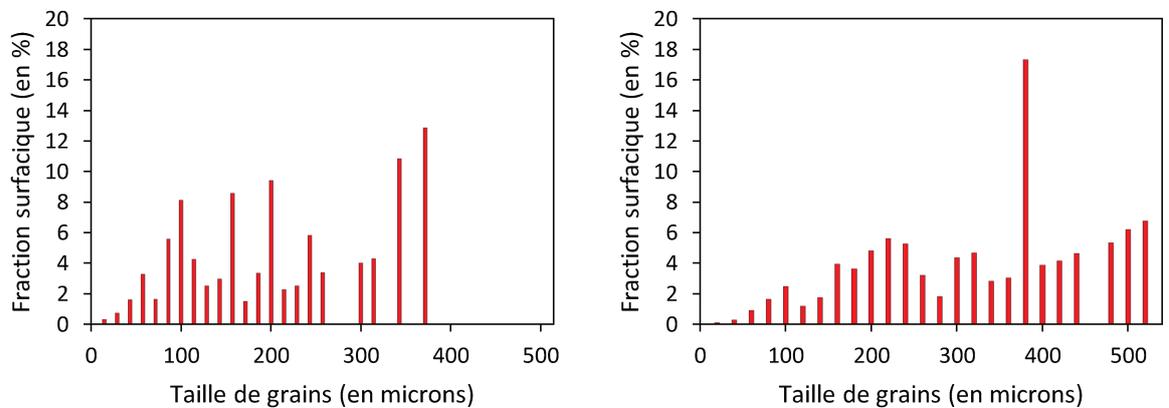


Figure 3.5-4 : Distribution de la taille des grains de S85 étape 1, avant et après croissance

3.5.2 Echantillon S85 étape 2

La Figure 3.5-5(a,b) de la comparaison des deux figures de pôles inverses de l'échantillon S85 étape 2 montre qu'on a un renforcement des orientations au milieu de la figure de pôles.

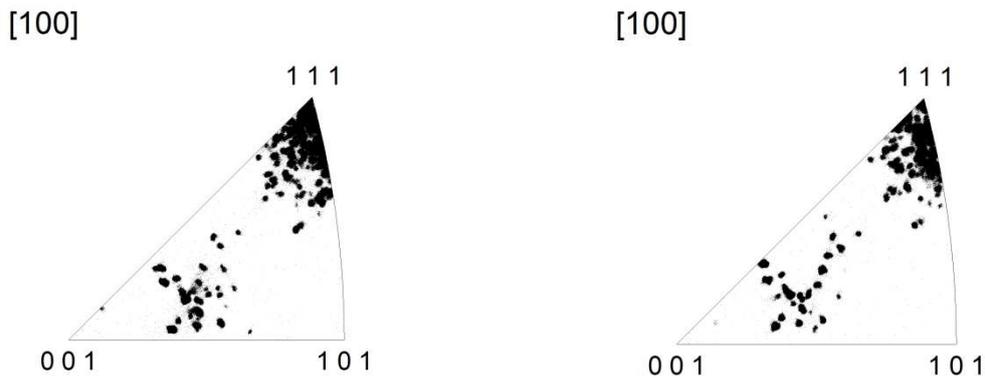


Figure 3.5-5 : Figure de pole inverse avant et après recuit de croissance d *l'échantillon S85 (étape 2)*.

La comparaison des contours de joints de grains avant et après la croissance de l'échantillon S85 de l'étape 2 de recuit montre qu'il n'y a pas de changement significatif au niveau de taux de joints de grains de faible et de forte désorientations. Le Tableau 3.5-2 affiche quasiment les mêmes pourcentages de joints avant et après croissance. Le pourcentage de joints de grains de faibles désorientations est d'environ 70%, tandis que le taux des joints de grains de fortes désorientations est de 30%.

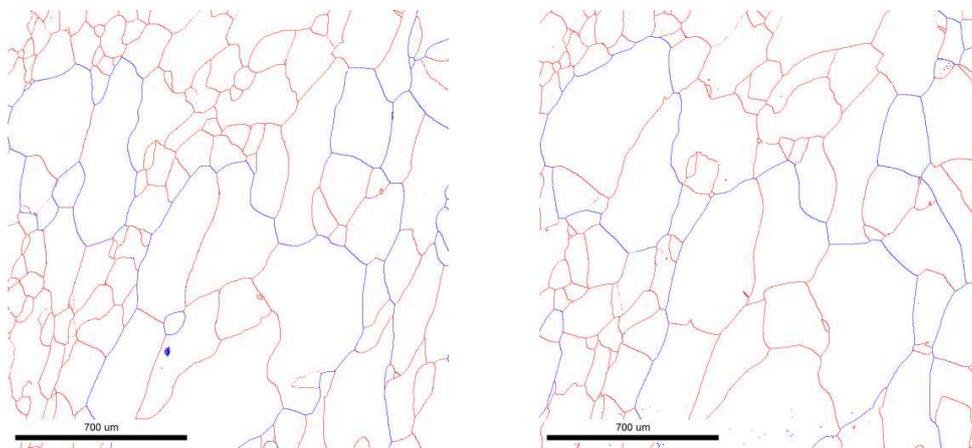


Figure 3.5-6 : Désorientation des joints de grains de 3° - 15° en rouge, de 15-60° en bleu (S85 étape 2)

S85étape 2	Fraction LAGB (en %)	Fraction HAGB (en %)
S85 Avant recuit	69,7	30,3
S85 Apres recuit	69,9	30,1

Tableau 3.5-2 : Répartition des joints de faibles et de forte désorientation avant et après la croissance pour *l'échantillon S85 (étape 2)*

Les histogrammes de désorientation montrés dans la Figure 3.5-7 confirment cette tendance. Il n'y a pas de variation significative dans la distribution des joints de grains.

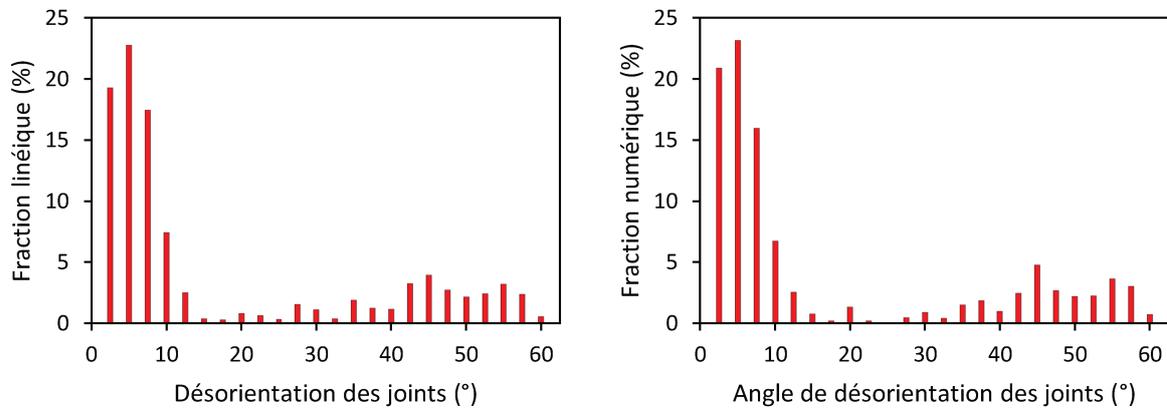


Figure 3.5-7 : Distribution de la désorientation des joints de grains de l'échantillon S85 avant et après recuit, étape 2

La comparaison des histogrammes de taille de grains montre une augmentation de la fraction surfacique des grains de 400 μ m à 500 μ m lors du recuit après 3% déformation.

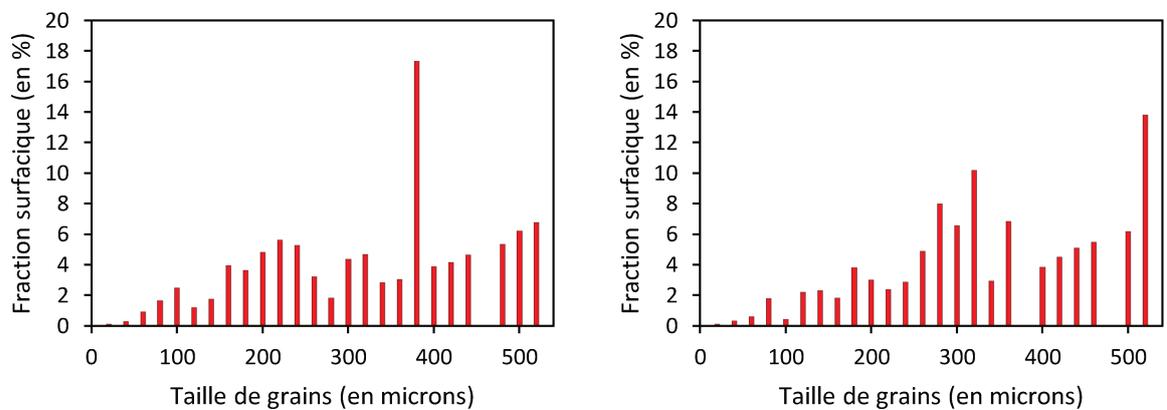


Figure 3.5-8 : Distribution de la taille des grains de S85, avant et après recuit, étape 2

3.5.3 Echantillon S90 après le recuit R2

La comparaison des deux figures de pôles inverses de l'échantillon S90 avant et après recuit indique une réduction du nombre d'orientations. Ceci est lié à une diminution du nombre de grains, et une diminution de la désorientation intra-granulaire à la surface du matériau.

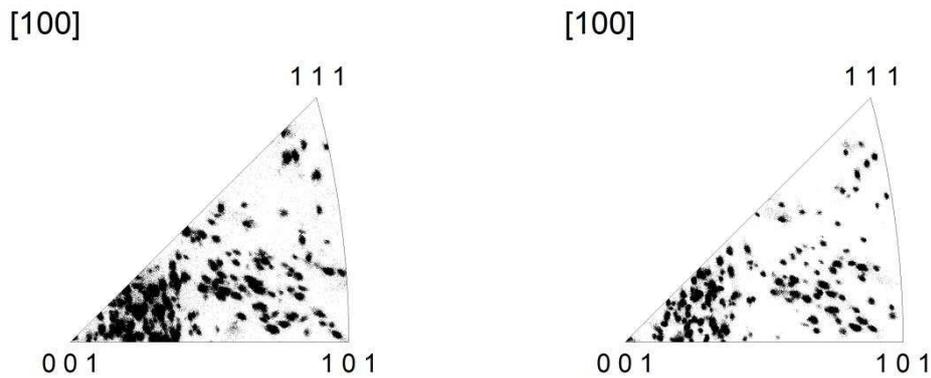


Figure 3.5-9 : Figure de pôles *inverse de l'échantillon S90 avant et après le recuit in situ R2*

La comparaison des cartographies des joints de grains (Figure 3.5-10 avant et après recuit) indique une augmentation de la fraction des joints de faibles désorientations. Le Tableau 3.5-3 rapporte cette évolution quantitativement, avec ~56% de fraction de joint de faible désorientation avant croissance contre ~60% de joint de faibles désorientations après croissance de grains. L'augmentation des joints de faible désorientation est due à la croissance d'une famille de grains bien particulière qui est celle de direction $\langle 100 \rangle$. Cela amène à un matériau légèrement plus texturé après la croissance des grains.

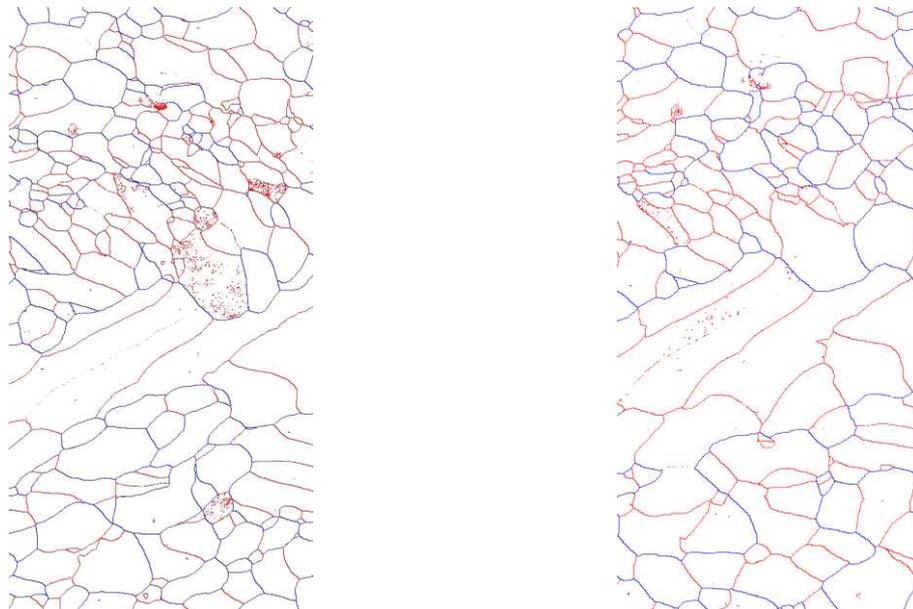


Figure 3.5-10 : Cartographie des joints de grains de 3° - 15° en rouge, de 15-60° en bleu avant et après recuit (R2), échantillon S90

	Fraction LAGB (en %)	Fraction HAGB (en %)
S90 Avant	56,4	43,6
S90 Apres	59,8	40,2

Tableau 3.5-3 : Répartition des joints de faible et de forte désorientation avant et après croissance pour l'échantillon S90

La comparaison des deux distributions des désorientations des joints de grains indique qu'il y a une légère augmentation des joints de faible désorientation. Après croissance de grains, on a une réduction des joints ayant une désorientation proche de 20° qui s'accompagne d'une augmentation des désorientations autour de 50°.

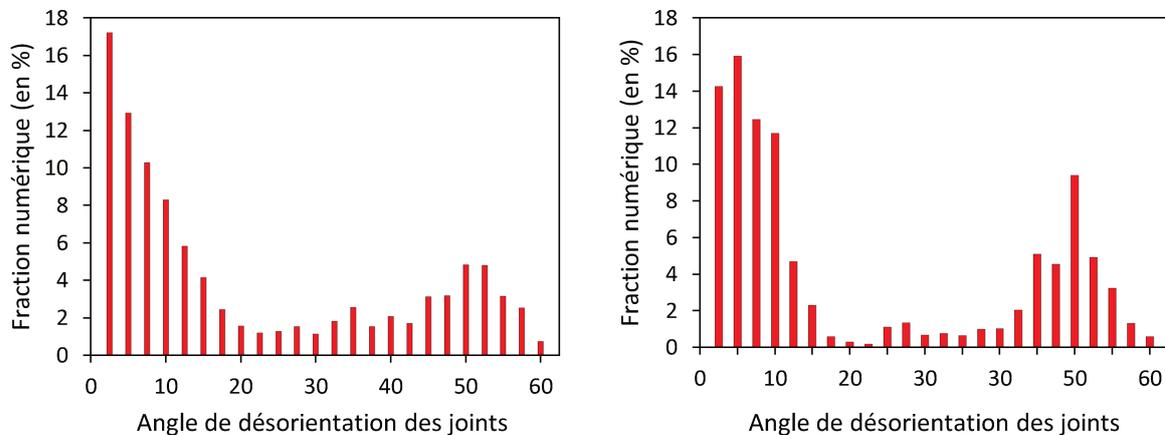


Figure 3.5-11 : Angle de désorientation des joints de grains de l'échantillon S90 avant et après recuit in situ (R2)

La distribution de la taille confirme la croissance des grains après le recuit. On constate l'apparition de deux nouvelles familles de taille de grains à $\sim 300\mu\text{m}$ et $\sim 400\mu\text{m}$ qui n'existaient pas avant l'étape de recuit.

3.6 Observations en profondeur

La microstructure de l'échantillon S85 étape 2 a été analysée en profondeur après le recuit in situ. Comme on l'explique dans le chapitre 2, on a utilisé le polissage pour enlever une couche d'environ 200 et 400 μm d'épaisseur. L'analyse de la microstructure par EBSD indique la présence d'un grand nombre de grains qui existe également à la surface de l'échantillon (voir Figure 3.6-1a-b). Ce polissage a été répété une fois de suite. Le contrôle a priori de l'épaisseur

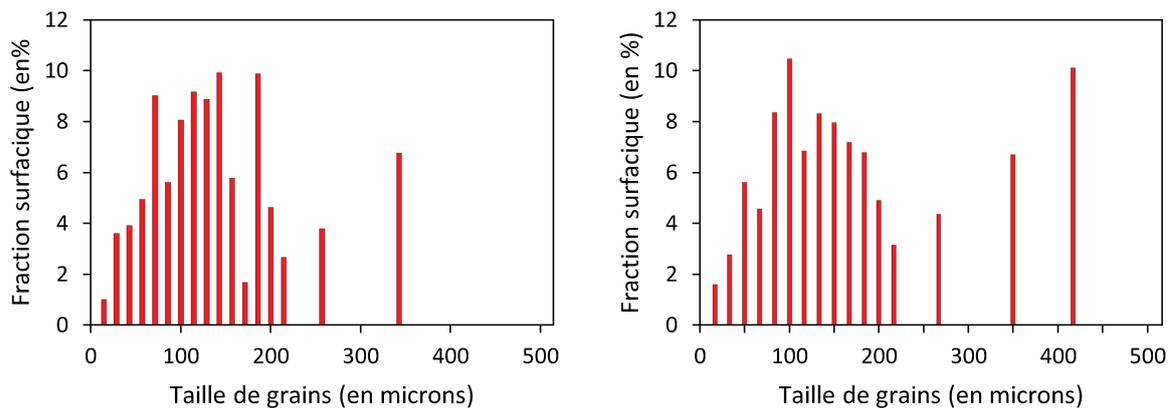


Figure 3.5-12 : Distribution de taille de grain de S90 avant et après le recuit (R2)

enlevée s'est avéré difficile. A posteriori, nous avons vérifié que les épaisseurs abrasées étaient près de 200 μm pour les 2 opérations successives.

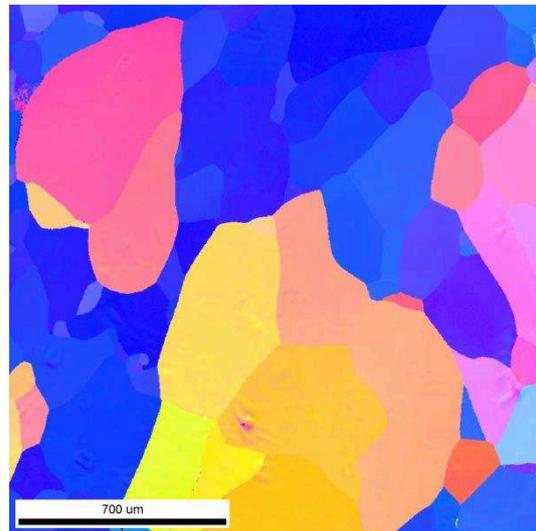
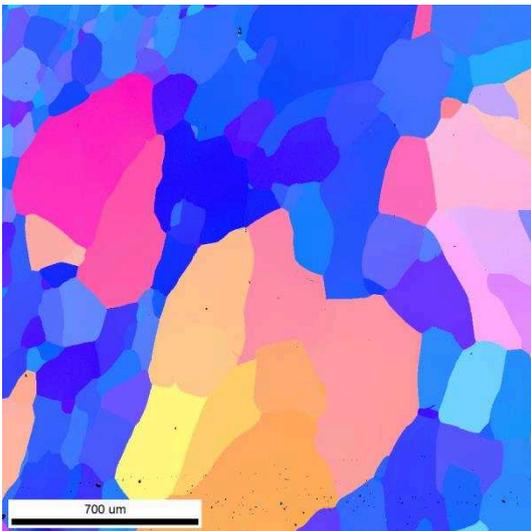
Ces profondeurs sont de l'ordre de grandeur des plus gros grains de l'échantillon S85, ceux plutôt orientés du côté d'un axe $\langle 100 \rangle$. Comme nous ne disposons pas des états initiaux de la microstructure à ces mêmes profondeurs, les enseignements de ces observations sont forcément limités. On peut cependant faire quelques remarques.

La Figure 3.6-1c montre que la microstructure est différente au cœur de l'échantillon (soit 400 μm de profondeur) avec de nombreux joints plus rectilignes qu'en surface et même qu'à la profondeur intermédiaire. On voit la présence de nouvelles orientations et des tailles de grains plus petites, notamment dans la famille de grains orientés proche d'une direction $\langle 111 \rangle$ (grains bleus). Au contraire, beaucoup des gros grains de la surface restent présents jusqu'à 400 μm , avec plutôt une tendance à être plus gros (notamment dans la zone droite de la micrographie où un groupe peu présent en surface est révélé. Ceci est plutôt en accord avec le fait que les épaisseurs d'abrasion (200 μm) sont plutôt plus grandes que la taille des « grains bleus », dont soit on voit apparaître les extrémités qui s'amenuisent, soit les grains de la couche inférieure. A contrario, les « grains jaune-rose » plutôt plus gros que cette épaisseur, ne sont pas éliminés et se révèlent souvent être plus gros sous la surface.

Ayant été observé qu'à la surface, la croissance des grains (donc la mobilité des joints) allait plutôt des « grains jaune-rose » vers les « grains bleus », cette tendance se trouve également corroborée en profondeur.

On peut également retenir que de nombreux joints se révèlent être inclinés, ce qui n'est pas une surprise, mais le sens de cette inclinaison peut nous renseigner comme nous le verrons au chapitre 4, même s'il est possible que cette inclinaison fût opposée avant le recuit. Nous pouvons également remarquer, dans des analyses au cas par cas, que certains joints ont leur courbure de sens contraire à la surface et 200 μm sous celle-ci.

Sur la distribution de taille des grains de la Figure 3.6-2, on a pour la profondeur de 400 μm un pic de taille de grains correspondant à 200 μm environ et des gros grains jusqu'à 700 μm .



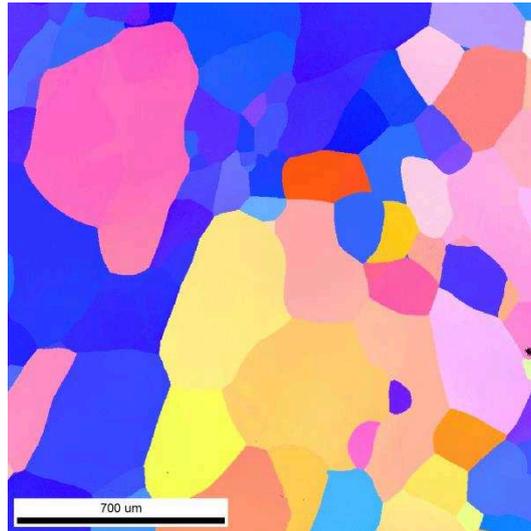


Figure 3.6-1 : microstructure de l'échantillon S85 étape 2 :
 a) la surface de l'échantillon b) à 200μm de profondeur c) à 400μm de profondeur

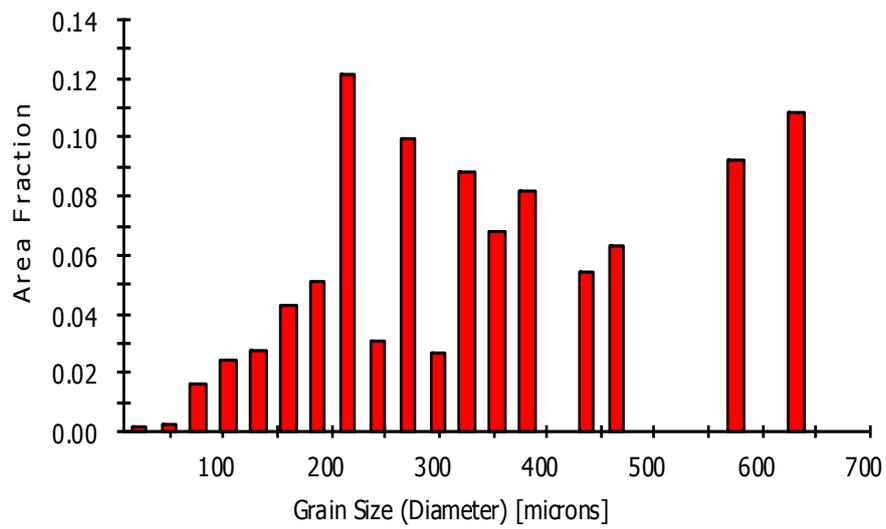


Figure 3.6-2 : Distribution de taille de grains à 400μm de profondeur

3.7 Bilan des résultats

Nous avons constaté dans ce chapitre que pour les deux échantillons étudiés, il y a une nette évolution de la répartition des orientations des grains qui indiquent une recristallisation. Globalement, pour l'échantillon S85, on constate une diminution des grains qui sont orientés $\langle 111 \rangle$ au bénéfice des grains qui sont plutôt orientés $\langle 100 \rangle$. Pour l'échantillon S90, on constate plutôt une augmentation des orientations de type $\langle 110 \rangle$ au détriment des grains orientés $\langle 100 \rangle$ initialement.

L'échantillon S85 semble présenter une structure plus bimodale (deux familles d'orientations) que l'échantillon S90 et les grains sont globalement plus gros. Les grains font $500\mu\text{m}$ en moyenne pour l'échantillon S85, et $150\mu\text{m}$ en moyenne pour l'échantillon S90. L'analyse de la mobilité des joints que rapporte le chapitre 4 sera principalement menée sur l'échantillon S85 2^e étape. Les résultats obtenus et les constatations faites seront ensuite confrontés à l'examen de l'échantillon S90 mené de manière similaire.

Les « études de cas » ne seront menées que sur l'échantillon S85.

Chapitre 4 : Analyse de la mobilité des joints de grains

4 Analyse de la mobilité des joints de grains

Nous avons vu au chapitre 1 que la vitesse de migration des joints de grains est donnée par la relation $V = MP$ (Équation 1.1-5) dans laquelle la force motrice P est constituée de deux termes essentiels, l'un lié à la courbure et à l'énergie du joint et l'autre lié à la différence de densités de dislocations de chaque côté du joint. Nous allons examiner les éléments de cette loi à l'aide des données que nous avons extraites de nos observations. La courbure des joints est une donnée que l'on peut extraire des analyses micrographiques (même si la vision 3D reste délicate). L'analyse expérimentale permet également d'estimer le déplacement de joint ou du moins la projection de ce déplacement sur la surface d'observation, durant un temps donné de recuit. L'accès à la vitesse de déplacement n'est permis qu'à l'aide d'un examen détaillé des séquences d'images prises lors d'un processus de croissance tel que celles montrées sur les images des Figure 3.4-4. Cette analyse reste très difficile.

D'autre part si les densités de dislocations peuvent localement s'évaluer indirectement par la méthode du Kernel sur les micrographies (Moussa et al. 2015), cette information est difficile à quantifier avec précision. Face à cette difficulté, nous avons choisi ici d'estimer les densités moyennes de chacun des grains à l'aide d'un code de simulation de plasticité cristalline, selon une méthode qui sera décrite dans une prochaine section.

Nous tenterons d'apprécier si d'autres contributions nous apparaissent participer à la loi de mobilité, ou si les contributions actuellement prises en compte comme essentiel sont susceptibles d'améliorations ou de précisions.

La première étape de la détermination de ces différentes grandeurs nécessite de sélectionner une série de joints pour chacun des échantillons dont nous allons suivre l'évolution et de les identifier par une numérotation pratique. Nous avons dans un premier temps numéroté un ensemble de grains et les joints sélectionnés pour l'étude seront numérotés par la paire de grains qu'ils séparent. Exemple le joint $J_{9,33}$ sépare les grains G_9 et G_{33} . De même, les points triples (jonctions) seront identifiés par les 3 grains qui s'y rejoignent. Précisons que la plupart des observations étant menées à la surface, nous observons principalement les intersections de joints doubles et triples avec cette surface. Nous appellerons « joint » cette intersection pour un joint double qui est une ligne et nous appellerons jonction cette intersection entre trois joints qui se réduit en surface à un point.

Nous présentons ci-après en premier lieu les estimations numériques de densités de dislocations dans les grains examinés, et en second lieu les estimations expérimentales des courbures des joints.

En troisième partie nous discuterons de l'effet de la gravure thermique sur la migration des joints. Nous présenterons également les caractéristiques d'un ensemble de jonctions que nous avons examinées plus en détail. Bien que n'apparaissant pas explicitement dans l'expression de la mobilité, leur rôle sur la mobilité est encore un sujet de discussion très ouvert. Nous allons tenter d'apporter quelques informations à leurs propos.

Nous évaluerons les déplacements de ces joints afin de mettre leur mobilité individuelle mesurée en relation avec les autres paramètres disponibles. Les quelques cas particuliers de migration observés ne semblant pas se conformer à la loi de mobilité en l'état seront traités également.

4.1 Méthodologie de traitement d'image

Les résultats obtenus à l'EBSD sont d'abord analysés à l'aide du logiciel OIM. La cartographie d'orientation permet de relever un certain nombre de données comme les angles d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$), la désorientation (θ) qui sont obtenus directement dans les mesures. Le déplacement des joints et leur courbure sont obtenus à partir du traitement des images extraites de l'analyse EBSD.

Pour extraire les valeurs du déplacement des joints obtenu après croissance (définie par une température et une durée de recuit), on a procédé comme suit :

- ✓ On a enregistré les images de cartographies des joints de grains de l'étape finale de croissance (Figure 4.1-1a) et l'image du tracé des joints de grains seuls de l'étape de déformation précédant la croissance (état déformé non recuit, Figure 4.1-1b).
- ✓ On a effectué des superpositions de ces images (logiciel Photoshop) en recalant aussi précisément que possibles les surfaces comparées (Figure 4.1-1c). Il faut noter que ces superpositions d'images ont été rendues possibles par la présence de points ou segments fixes, c'est-à-dire des joints et jonctions qui ne migrent pas lors du recuit, ces points fixes étant eux-mêmes pleinement assurés par les observations de gravure thermique sur les

surfaces. Une erreur de placement de 1 à 2µm reste néanmoins possible suivant les points fixes choisis, mais ce léger décalage n'affecte pas l'analyse menée.

Les grains ayant été numérotés, et les joints de grains étant identifiés par les numéros des grains de part et d'autre du joint, on peut tabuler leurs caractéristiques pour comparaisons.

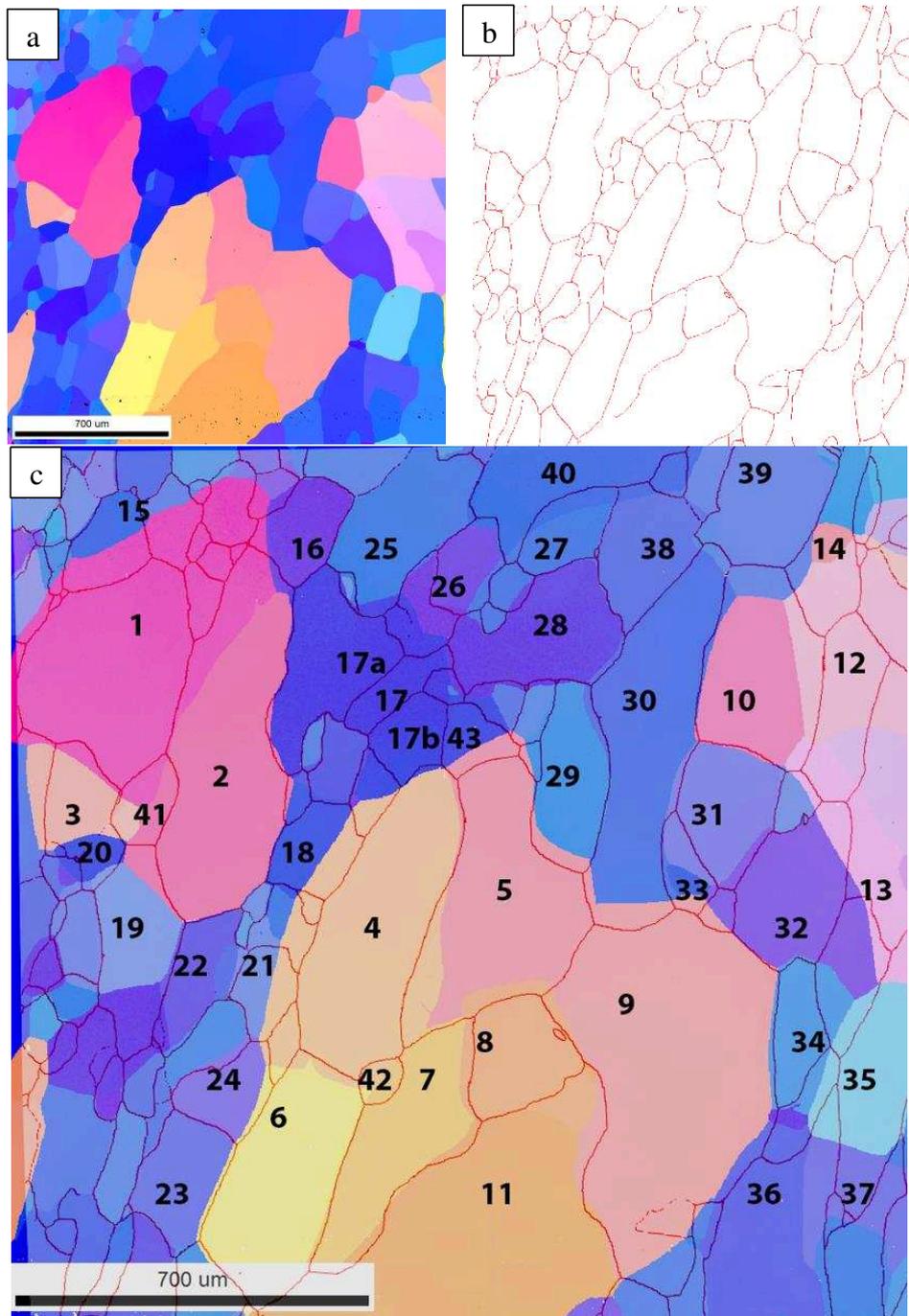


Figure 4.1-1 : a) cartographie d'orientation de l'échantillon S85 après l'étape finale de croissance R3 b) tracé des joints de grains provenant de la cartographie d'orientation après déformation (R2+3%) c) superposition des deux images précédentes (a et b) par le logiciel Photoshop.

Une fois que notre superposition d'images est faite, nous calibrons notre échelle de mesure suivant l'échelle de notre image EBSD pour extraire les longueurs mesurées tels les déplacements des joints.

La courbure est obtenue en superposant la circonférence d'un cercle avec le joint de grains en question. Le diamètre du cercle est noté et son rayon est considéré égal au rayon du joint de grains.

Cette méthode est utilisée pour tous les joints de grains traités. Un exemple de cette méthode est illustré sur la Figure 4.1-2 ci-dessous. Lorsqu'un joint de grain présente des courbures différentes, l'arbitrage est fait dans ce cas en choisissant la courbure la plus élevée.

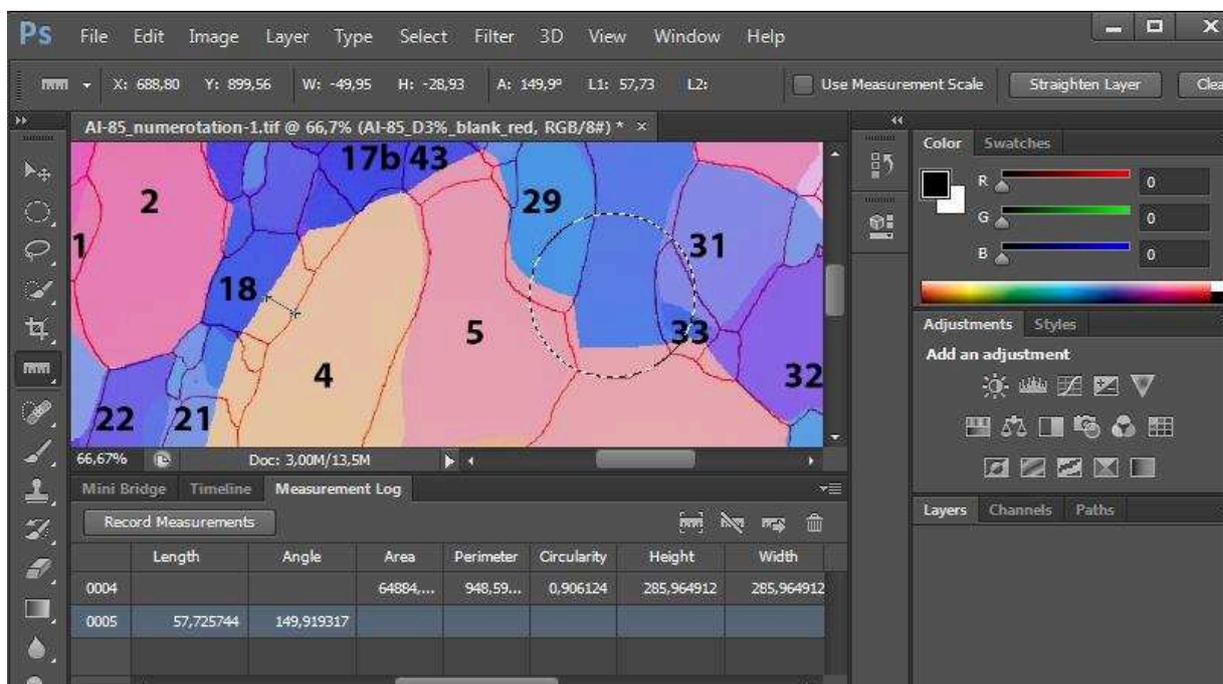


Figure 4.1-2 : Méthode de détermination de la courbure (flèche de droite) et de la migration du joint de grains (flèche de gauche) avec le logiciel Photoshop.

Les données extraites des différentes images (désorientation et rayon de courbure) seront utilisées pour le calcul de l'énergie de courbure. La même procédure de superposition d'images a été appliquée dans le cas de l'échantillon S85 pour comparer l'état final (déformé-recuit) en surface à l'état final à 200 μ m et à 400 μ m sous la surface de la zone examinée, afin d'apprécier quelques caractéristiques 3D des joints et jonctions étudiés.

4.2 Simulation numérique de la plasticité des grains étudiés

Le modèle utilisé (modèle de « Taylor relâché » viscoplastique) permet de simuler la déformation plastique des 43 grains de notre sélection sur l'échantillon S85. Ces orientations sont introduites dans le modèle sous la forme de leurs angles d'Euler déterminés expérimentalement. Les conditions aux limites imposées à chaque grain sont :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_g = \begin{pmatrix} \dot{E}_{11} & ? & ? \\ ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \text{ et } \boldsymbol{\sigma}_g = \begin{pmatrix} ? & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

ce qui veut dire que l'on impose un tenseur de contraintes uniaxial et une même vitesse de déformation selon l'axe de traction (ici l'axe 1) à chaque grain (les autres termes pouvant varier de grain à grain en fonction de leur orientation). Ces conditions sont supposées raisonnables pour les faibles taux de déformation examinés. La loi de comportement viscoplastique permet ensuite de déterminer à chaque étape du calcul les vitesses de glissement sur chaque système. Compte tenu de l'exposant retenu pour cette loi viscoplastique ($n= 19$), un nombre limité de systèmes de glissement sera de fait observé pour chaque grain. La loi d'écrouissage considérée, qui permet de calculer l'évolution des cissions critiques de chaque système avec le temps, est exprimée en fonction des densités de dislocations selon les modèles bien établis (Tabourot, Fivel, et Rauch 1997) par exemple.

L'évolution des densités de dislocations avec le temps est ensuite donnée par l'Équation 4.2-1 ci-dessous :

$$\frac{d\rho^s}{dt} = \frac{1}{B} \cdot \left\{ \frac{\sqrt{\sum a^{sl} \rho^l}}{K} - 2\gamma_c \rho^s \right\} \cdot |\dot{\gamma}|^s \quad \text{Équation 4.2-1}$$

Avec ρ^s la densité de dislocation et γ^s le glissement sur le système s (resp. l), a^{sl} les coefficients d'interactions entre les dislocations des systèmes s et l , γ_c le coefficient de restauration, B et K des coefficients d'ajustement.

Ces paramètres sont obtenus à l'aide d'une procédure d'identification faite sur une courbe expérimentale contrainte-déformation en traction de notre matériau. Le résultat de cette simulation est montré sur la Figure 4.2-1 ci-dessous. Les coefficients identifiés sont rassemblés dans le Tableau 4.2-1 ci-dessous. L'aluminium étant un métal quasi isotrope plastiquement, la

matrice d'écroutissage qui est normalement caractérisée par 5 coefficients qui décrivent les différents types d'interaction entre les systèmes (l'auto-durcissement, les interactions colinéaires, coplanaires, orthogonales et les autres) (Tabourot, Fivel, et Rauch 1997; Franciosi, Berveiller, et Zaoui 1980; Franciosi 1985) sont ici moyennés en un coefficient unique. De même nous n'utilisons pas ici la matrice de restauration anisotrope introduite par (Bacroix et Brenner 2012) pour des simulations sur le cuivre ; elle se réduit ici à un coefficient unique. Bien que la déformation plastique appliquée soit de 3%, ce terme de restauration est important, car le stade de restauration est déjà atteint pour l'aluminium.

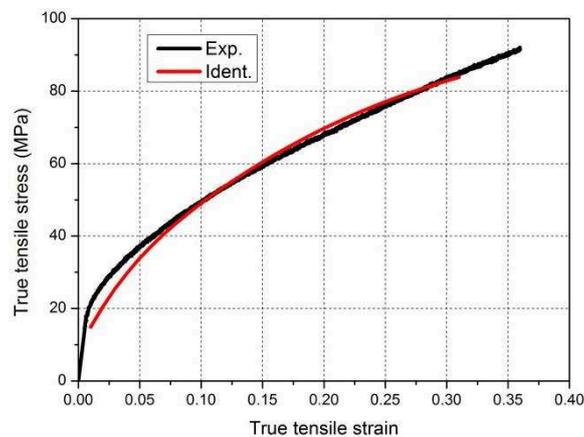


Figure 4.2-1 : Comparaison entre courbe de traction simulée en rouge et courbe de traction expérimentale en bleu (échantillon S85).

La densité de dislocations initiale dans le modèle est fixée de manière à obtenir la limite élastique de la courbe de référence de notre matériau à partir d'un essai mené jusqu'à 35%. La valeur retenue est égale à $5.10^{10}m^{-2}$ pour tous les systèmes.

Ce code sera utilisé pour estimer les densités de dislocations à 3% de déformation axiale dans chacun des grains identifiés dans la Figure 4.1-1c. Il donnera également une estimation des amplitudes de glissement sur les systèmes actifs de chaque grain ainsi que le nombre de systèmes réellement actifs. Les autres informations fournies par le modèle ne serviront que pour des contrôles de cohérence.

K	a^1	a^2	a^3	A^4	a^5	y_c	n
110	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	2	19

Tableau 4.2-1 : Paramètres d'écroutissage et de restauration identifiés pour le matériau considéré.

4.2.1 Résultats de la simulation numérique

Quelques résultats de simulation numérique sont présentés dans le Tableau 4.3-1 ci-dessous. Un tableau complet est présenté en annexe B. Les densités de dislocation obtenues après 3% déformation permettent de calculer l'énergie stockée dans chaque grain. On remarque que les grains correspondant à une direction de traction proche de $\langle 100 \rangle$ ont des densités de dislocation plus faibles que les grains de la famille $\langle 111 \rangle$. Ceci indique (l'écroutissage étant quasiment isotrope dans l'aluminium et décrit comme tel dans le modèle) que ces derniers sont plus écroutis que les grains de la famille $\langle 100 \rangle$. Le calcul indique également un plus grand nombre de systèmes actifs pour les grains proches de $\langle 111 \rangle$ que ceux proches de $\langle 100 \rangle$, ce qui peut sembler a priori contradictoire avec l'observation classique que les grains $\langle 100 \rangle$ (c'est-à-dire pour lesquels la direction de traction est parallèle à une direction $\langle 100 \rangle$) activent simultanément 8 systèmes, contre 6 seulement pour les grains $\langle 111 \rangle$. En fait, l'on remarque que les grains dits « proches de l'axe $\langle 100 \rangle$ » sont plus éloignés de la position exacte $\langle 100 \rangle$ que les grains dits proches de $\langle 111 \rangle$ ne le sont de la position exacte $\langle 111 \rangle$ (voir Figure 3.4-1a). Les facteurs de Schmidt qui sont reportés dans le Tableau 4.3-1 confirment cette remarque. Les prévisions du modèle indiquent 2 à 4 systèmes actifs pour les grains de la famille $\langle 111 \rangle$ contre 1 ou 2 systèmes pour les grains de la famille $\langle 100 \rangle$.

Pour les 2 orientations de grains des Figure 3.3-8 et 3.3-9 qui ont servi à une estimation locale du glissement sur clichés AFM, les inclinaisons des vecteurs de Burgers des systèmes actifs sur la normale sont respectivement de 60 degrés dans le cas du glissement simple et de 85, 51 et 110 degrés pour les 3 systèmes du cas de glissement multiple. Ces valeurs sont très loin de l'inclinaison de plus de 80% nécessaire à atteindre localement les 3% de déformation macroscopique.

On a également vérifié que la résolution disponible sur les déplacements des points fixes dans la zone examinée ne permet pas de préciser davantage la déformation locale (méthode mise en œuvre dans Wagner et al, (Wagner et al. 2014), sur un grand nombre de points fixes) que de dire qu'elle se situe entre 0% et 5% de déformation (ANNEXE C). Nous nous contenterons de ces remarques sur ce point.

4.3 Mobilité et densité de dislocations

L'énergie disponible pour la mobilité des joints après la déformation est donnée par l'Équation 1.1-8 :

$$E_{\Delta\rho} = \frac{1}{2} \mu b^2 \Delta\rho$$

Dans un premier temps de comparaison, seule la valeur absolue du différentiel de densités de dislocations de part et d'autre du joint est prise en compte, alors qu'on doit également apprécier si le déplacement va dans le sens de la plus faible densité vers la plus forte.

Le graphe présenté dans la Figure 4.3-1 ne montre aucune tendance à relation entre l'énergie stockée en termes de densité de dislocations et la migration des joints (les joints de faible désorientation sont en rouge (9) et ceux de forte désorientation en bleu (18)). Beaucoup de déplacements de joints ne sont pas proportionnels au différentiel d'énergie stockée sous forme de dislocations. L'explication peut provenir du caractère intrinsèque du joint de grains, du comportement de ses voisins, des jonctions triples ou d'autres paramètres.

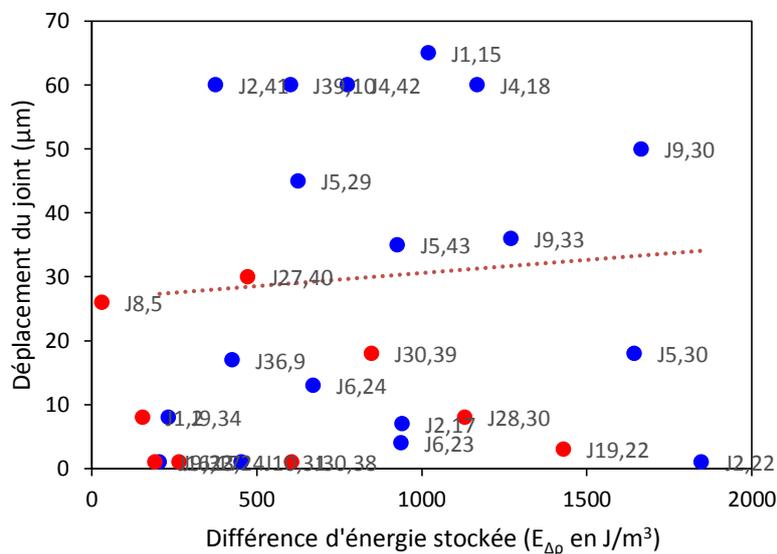


Figure 4.3-1 : Déplacement mesuré des joints en fonction de la différence d'énergie stockée de déformation calculée (en rouge : joints de faible désorientation, en bleu : joints de forte désorientation).

Grains	Systèmes glissements actifs	facteur de Schmidt associés aux systèmes actifs				Nombre systèmes actifs prévu	Densité de dislocations (ρ)	énergie stockée (E_p)
G1	C3 D4 B2 D1	0,47	0,42	0,43	0,39	2	$2,69.10^{12}$	$2,80.10^3$
G2	C3 D4 B2 D1	0,48	0,44	0,42	0,38	1	$2,54.10^{12}$	$2,65.10^3$
G3	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,35	0,32	1	$2,25.10^{12}$	$2,34.10^3$
G4	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,37	0,34	1	$2,26.10^{12}$	$2,36.10^3$
G5	C3 D4 B2 D1	0,49	0,46	0,38	0,34	2	$2,33.10^{12}$	$2,43.10^3$
G8	C3 D4 B2 D1	0,50	0,48	0,35	0,34	1	$2,36.10^{12}$	$2,46.10^3$
G9	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,37	0,34	2	$2,31.10^{12}$	$2,41.10^3$
G10	C3 D4 B2 D1	0,48	0,44	0,41	0,36	2	$2,51.10^{12}$	$2,62.10^3$
G15	A2 A3 C5 B5	0,33	0,32	0,26	0,24	4	$3,67.10^{12}$	$3,83.10^3$
G16	A3 A2 B5 B2	0,33	0,31	0,29	0,26	4	$3,26.10^{12}$	$3,40.10^3$
G17	C3 C1 D6 A6	0,30	0,29	0,27	0,26	2	$3,45.10^{12}$	$3,59.10^3$
G21	D6 D1 C3 C1	0,37	0,33	0,30	0,24	4	$3,05.10^{12}$	$3,18.10^3$
G22	C3 D6 C1 D1	0,31	0,31	0,29	0,28	3	$4,32.10^{12}$	$4,50.10^3$
G23	D6 D1 C3 C1	0,33	0,31	0,28	0,25	1	$3,17.10^{12}$	$3,30.10^3$
G24	D6 D1 C3 C1	0,36	0,32	0,31	0,26	1	$2,92.10^{12}$	$3,04.10^3$
G27	D1 D6 A3 A6	0,31	0,31	0,27	0,25	1	$4,16.10^{12}$	$4,34.10^3$
G28	A3 A6 D1 D6	0,29	0,29	0,28	0,27	2	$2,82.10^{12}$	$2,94.10^3$
G29	D6 D1 C3 A3	0,34	0,34	0,25	0,24	2	$2,93.10^{12}$	$3,05.10^3$
G30	C3 C1 D6 A6	0,34	0,33	0,25	0,24	1	$3,91.10^{12}$	$4,07.10^3$
G34	B2 B5 C3 A3	0,36	0,36	0,24	0,23	2	$2,53.10^{12}$	$2,64.10^3$
G35	D4 D1 A3 C5	0,45	0,38	0,31	0,24	2	$2,10.10^{12}$	$2,19.10^3$
G36	C3 C5 B2 A2	0,31	0,31	0,26	0,25	2	$2,72.10^{12}$	$2,83.10^3$
G40	D1 D6 A3 A6	0,30	0,30	0,27	0,26	2	$3,71.10^{12}$	$3,87.10^3$
G41	B2 B5 C3 A3	0,35	0,34	0,26	0,22	2	$2,90.10^{12}$	$3,03.10^3$
G42	A3 A2 B5 B2	0,29	0,28	0,27	0,27	2	$3,01.10^{12}$	$3,14.10^3$

Tableau 4.3-1 : Résultats des calculs pour les grains analysés donnant les principaux systèmes de glissement activés, les facteurs de Schmidt associés, les densités de dislocations ainsi que l'énergie stockée calculée.

Une analyse plus fine des joints à forte désorientation montre que, parmi les joints à faible migration, certains ont des indices de coïncidence (vérifier l'expression) très faibles. Par exemple, les joints $J_{2,22}$, $J_{5,30}$, $J_{2,17}$, qui migrent très peu pendant la déformation, sont très proches de joints $\Sigma 3$ (associés à une désorientation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$) de faible énergie. Les joints $\Sigma 3$ sont en effet des joints «durs », vis-à-vis de l'introduction et de l'accommodation des dislocations, ce qui induit une très faible mobilité de ces joints (Priester 2011).

La prise en compte du signe du différentiel de densités par rapport au sens du déplacement fera apparaître d'autres constatations, qui seront discutées dans la section 4.5.

4.4 Effets de la désorientation et de la courbure sur la migration des joints de grains

Dans cette partie nous allons étudier la migration des joints de grains (déplacement des joints) au regard des autres paramètres expérimentaux disponibles par exemple la désorientation et la courbure des joints. Nous allons chercher les différentes corrélations possibles entre les paramètres étudiés pour essayer de comprendre le moteur de la migration des joints de grains.

Nous rappelons que le logiciel OIM permet de déterminer la désorientation pour chaque joint étudié. La migration des joints (déplacement des joints) a été obtenue à la suite du traitement d'image. La courbure a été également obtenue par traitement image de manière locale au niveau des joints. Ces résultats expérimentaux sont relevés dans le Tableau 4.3-2 ci-dessous. 27 joints de faible ou de forte désorientation ont été étudiés pour l'échantillon S85.

	θ	L (μm)	R (m)	Ec (J/m^3)		θ	L (μm)	R (m)	Ec (J/m^3)
J_{9,33}	56	36	$-2,30 \cdot 10^{-4}$	-2817	J_{9,32}	44	1	$6,41 \cdot 10^{-4}$	1011
J_{4,18}	46	60	$3,39 \cdot 10^{-4}$	1912	J_{9,34}	43	8	$-6,46 \cdot 10^{-4}$	-1003
J_{4,42}	45	60	$1,25 \cdot 10^{-4}$	5184	J_{5,29}	46	45	$1,69 \cdot 10^{-4}$	3834
J_{5,43}	55	35	$-1,50 \cdot 10^{-4}$	-4320	J_{5,30}	53	18	$2,49 \cdot 10^{-4}$	2602
J_{28,30}	10	8	$4,30 \cdot 10^{-4}$	1413	J_{9,30}	55	50	$1,65 \cdot 10^{-4}$	3927
J_{2,17}	59	7	$2,50 \cdot 10^{-4}$	2592	J_{6,23}	39	4	$1,28 \cdot 10^{-3}$	506
J_{2,22}	57	1	$3,17 \cdot 10^{-4}$	2044	J_{27,40}	7,6	30	$1,62 \cdot 10^{-4}$	3399
J_{19,22}	9	3	$1,10 \cdot 10^{-3}$	534	J_{10,31}	43	1	$2,07 \cdot 10^{-4}$	3130
J_{36,9}	50	17	$-6,41 \cdot 10^{-4}$	-1011	J_{23,24}	5,5	1	$6,88 \cdot 10^{-4}$	692
J_{16,17}	4	1	$6,87 \cdot 10^{-4}$	584	J_{6,24}	35	13	$8,93 \cdot 10^{-4}$	726
J_{1,15}	60	65	$1,97 \cdot 10^{-4}$	3289	J_{1,2}	13	8	$1,00 \cdot 10^{-3}$	642
J_{2,41}	51	60	$1,15 \cdot 10^{-4}$	5635	J_{8,5}	7	26	$-2,41 \cdot 10^{-4}$	-2216
J_{30,38}	11	1	$9,25 \cdot 10^{-4}$	673	J_{30,39}	12,5	18	$9,65 \cdot 10^{-5}$	6616

Tableau 4.3-2 : Tableau récapitulatif de valeurs expérimentales extraites après traitement d'image. L représente le déplacement mesuré (en μm), et R le rayon de courbure (en μm).

4.4.1 Étude de la désorientation des joints de grains

L'analyse des résultats sur l'échantillon S85 (Figure 4.3-2) ne montre pas une bonne corrélation entre la mobilité des joints et la désorientation des joints étudiés. La migration des joints fluctue avec la désorientation. Néanmoins, on remarque que les joints de grains de faible désorientation ont une mobilité plus faible que ceux de forte désorientation. Les précédents travaux sur les joints de grains n'ont pas montré non plus une très bonne corrélation entre la mobilité des joints de grains et la désorientation. Les travaux de Olmsted (Olmsted, Foiles, et Holm 2009) en simulations numériques sur les propriétés des joints de grains sont en accord avec nos résultats, voir la Figure 4.3-4 ci-dessous. Sur cette dernière, il est donc difficile de dégager une vraie tendance, sinon aucune corrélation pour les différents types de joints étudiés. Il faut comprendre également ces résultats en prenant en compte les énergies différentes des joints de grains pour des désorientations différentes. On a vu plus haut que la désorientation à elle seule ne permet pas d'expliquer la mobilité des joints de grains. Il faut tenir compte du plan du joint qui joue un rôle important dans l'énergie du joint de grains.

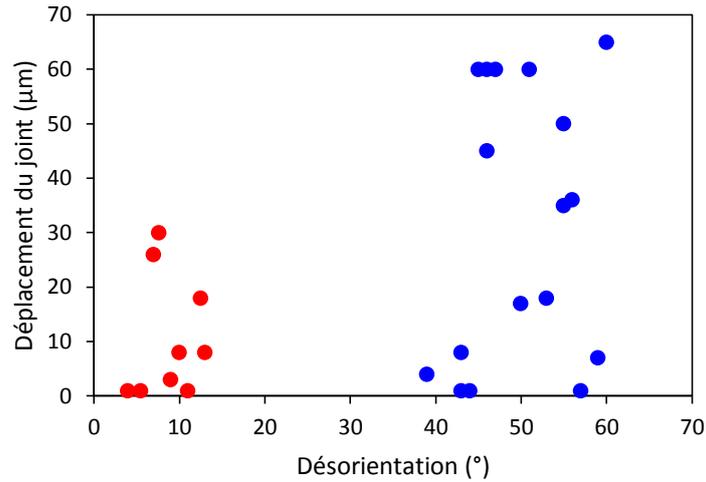


Figure 4.3-2 : Déplacement mesuré des joints de grains en fonction de leur désorientation (en rouge : joints de faible désorientation, en bleu : joints de forte désorientation).

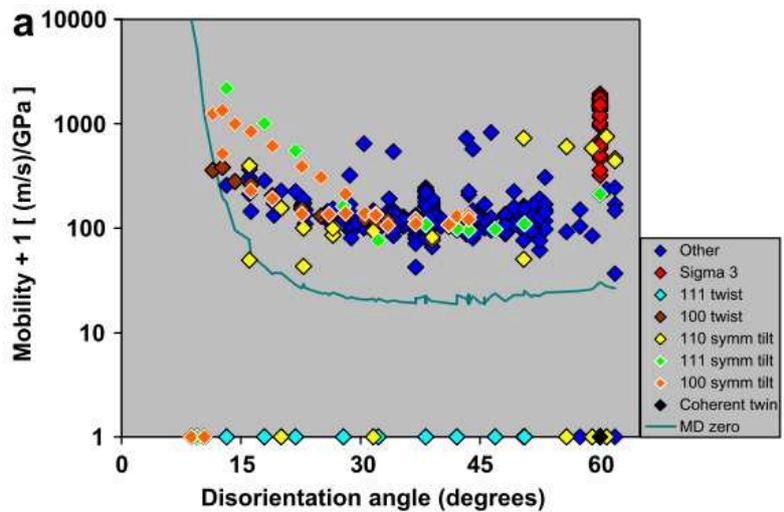


Figure 4.3-3 : mobilité de joints en fonction de la désorientation (Olmsted, Holm, et Foiles 2009).

4.4.2 Étude de l'énergie de courbure des joints de grains

L'énergie de courbure des joints est calculée à partir de l'Équation 1.1-9. Les données expérimentales de rayons de courbure des joints sont utilisées pour le calcul de cette énergie. Il convient de préciser que l'utilisation de la courbure mesurée en surface comme courbure locale d'un joint correspond à l'hypothèse d'une approximation sphérique locale de la surface du joint conformément à l'hypothèse usuelle (Burke 1949).

Dans un premier temps, le rayon de courbure est considéré toujours positif (seule sa valeur absolue est d'abord prise en considération). Le graphe présenté dans la Figure 4.3-4 fait apparaître une certaine corrélation entre le déplacement du joint de grains et la valeur absolue de l'énergie de courbure. La migration des joints est proportionnelle à l'énergie de courbure dans la majorité des cas. Globalement, les joints de faibles désorientations (en rouge) ont des déplacements de joints de grains plus faibles que les joints de fortes désorientations. Les joints de grains ayant les plus faibles énergies de courbures ($R \Rightarrow \infty$) ont des mobilités quasi nulles. Dans le cas de notre échantillon, l'énergie de courbure varie de $0,5 \text{ kJ/m}^3$ à $6,5 \text{ kJ/m}^3$. La migration des joints de grains est maximale autour de 5 kJ/m^3 , soit un déplacement du joint de $60 \mu\text{m}$ pour l'échantillon S85 étape 2.

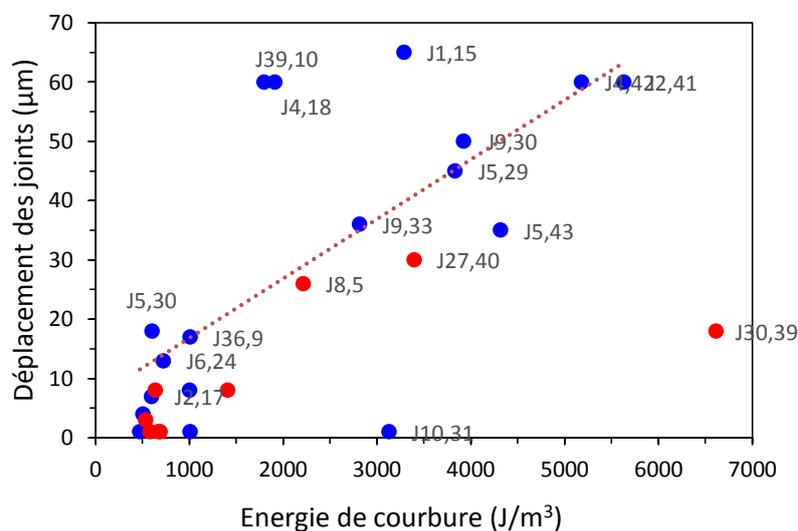


Figure 4.3-4 : relation entre déplacement et énergie du joint (en rouge : joints de faible désorientation, en bleu : joints de forte désorientation).

Le joint de grain ayant la plus forte énergie de courbure ($J_{30,39}$) ne suit pas la tendance des autres joints. L'explication peut provenir de sa qualité de joint de faible désorientation ($\theta=12,5^\circ$), ce type de joint possédant en général une mobilité plus faible que ceux de forte désorientation en raison de la faible différence d'énergie stockée associées à des grains d'orientations proches. Mais il y a aussi un joint de forte désorientation ($J_{10,31}$, 43°) qui est très en dessous de la tendance générale. Le joint qui a la plus grande mobilité ($J_{1,15}$) n'a pas non plus l'énergie de courbure plus élevée. Il s'agit d'un joint de grain qui a une énergie de courbure moyenne. D'autres joints de grains ne suivent pas non plus cette tendance, c'est le cas des joints ($J_{39,10}$, 47°) et ($J_{4,18}$, 46°).

Les explications de la mobilité de ces joints seront également discutées plus loin.

La relation entre vitesse de migration et courbure de joint a été démontrée dans les travaux de (Upmanyu et al. 1999). La Figure 4.3-5 montre le résultat obtenu par une étude expérimentale sur l'aluminium de haute pureté. Ils ont trouvé une parfaite corrélation entre la mobilité et la courbure pour les joints étudiés. Les rayons de courbure qu'ils ont obtenus sont de même ordre de grandeur que ceux obtenus sur l'échantillon S85.

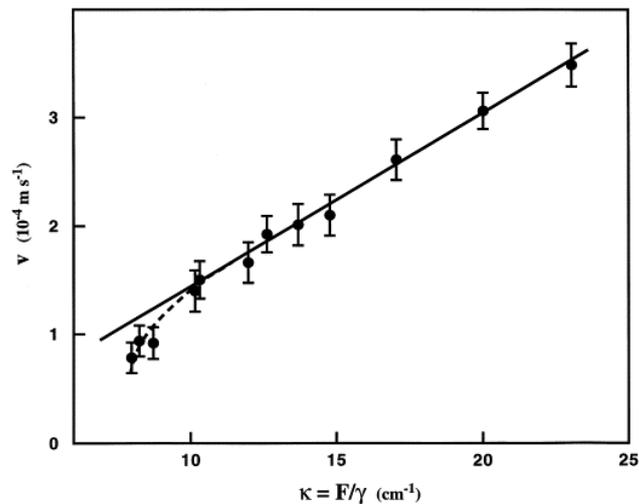


Figure 4.3-5 : Mesures expérimentales de la vitesse des joints de grains en fonction de la courbure des joints dans l'aluminium très pur. (Upmanyu et al. 1999).

Cependant, les travaux de (Upmanyu et al. 1999) ne prennent en compte que l'énergie de courbure des joints de grains (il n'y a pas de déformation plastique impliquée de type SIBM dans leur étude). Dans notre cas, une autre force importante est à considérer, c'est l'énergie stockée provenant de l'accumulation des dislocations lors de la déformation du matériau. L'influence conjuguée de ces 2 contributions (dislocations stockées et courbure) à la force motrice de migration des joints est discutée dans la partie suivante.

4.5 Influence de l'énergie stockée par la déformation et de la courbure sur la migration des joints

Dans la partie précédente, l'énergie stockée via les dislocations créées par écrouissage et l'énergie de courbure des joints ont été comparées séparément aux déplacements mesurés et sans tenir compte des signes et sens des différents termes. Nous allons, pour examiner les effets

conjugués de ces deux contributions, établir un « diagramme de migration de joints » permettant de comparer l'apport spécifique de l'énergie stockée par la déformation plastique et de l'énergie de courbure liée à la géométrie du joint de grains.

Par convention, on considère que la migration d'un joint de grains se fait toujours dans le sens positif (signe toujours positif attribué au déplacement), ce qui fait que les signes de l'énergie stockée de déformation et de l'énergie de courbure pourront être positifs ou négatifs en fonction du sens pris par rapport au sens de déplacement du joint de grains. Une énergie stockée calculée est dite positive si la migration du joint se fait dans la direction du grain ayant accumulé la plus forte densité de dislocations, c'est-à-dire dans le sens du grain le moins écroui vers le grain le plus écroui. Dans le cas contraire, cette énergie est considérée négative, et elle n'a pas un effet moteur sur la migration des joints de grains. L'énergie stockée est donnée par l'Équation 1.1-8

De la même façon, l'énergie de courbure sera prise positive si la migration se fait dans la direction du centre de courbure du grain dont la taille diminue. L'énergie de courbure associée à une migration de joint qui se fait en sens inverse est donc négative. Cette énergie négative a un effet inhibiteur sur la migration des joints.

Avant d'examiner l'effet conjugué des deux contributions, nous rapportons le déplacement du joint en fonction séparément de l'énergie stockée et en fonction de la courbure en tenant compte des signes comme indiqué. Ces graphes sont présentés sur les Figure 4.3-6(a) et (b) respectivement.

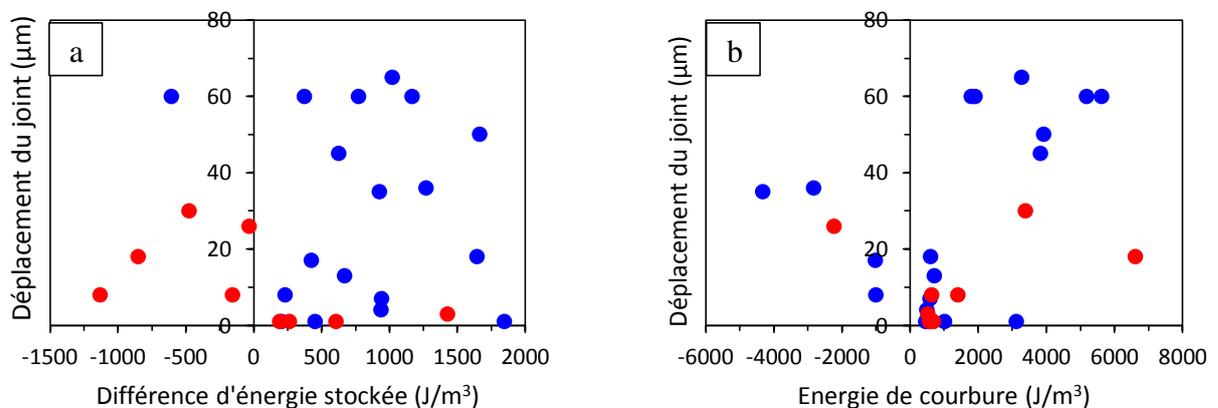


Figure 4.3-6 : Déplacement de joints en fonction de a) la différence d'énergie stockée b) l'énergie de courbure (en rouge : LAGB, en bleu : HAGB).

Sur ces deux courbes, on constate l'apparition de nouvelles caractéristiques en tenant compte des signes, comparées aux figures de la section précédente. On constate qu'une minorité des points (5 ou 6 sur 27 selon le cas) est du côté négatif des deux graphiques. On note également que ce ne sont pas les mêmes joints sur les 2 graphiques, ce qui rend possible la diminution de ces cas conflictuels si les 2 contributions participent conjointement au bilan.

En prenant en compte les signes des énergies, 4 situations se présentent : trois cas pouvant produire de la migration des joints sont possibles et un cas l'interdit, celui où les deux énergies sont négatives. Ces scénarios sont schématisés dans la Figure 4.3-7 ci-dessous.

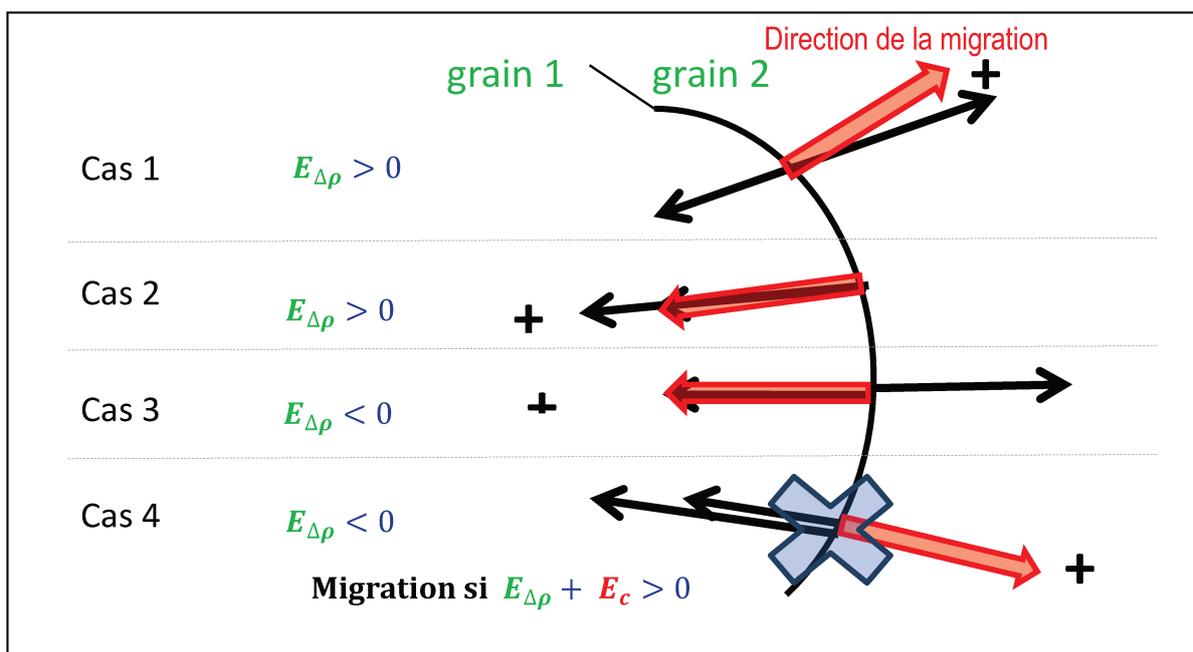


Figure 4.3-7 : Schématisation du sens de la migration des joints de grains suivant le sens de l'énergie stockée et l'énergie de courbure.

Le **diagramme de migration de joints** qui est proposé présente l'énergie de courbure (en abscisse) en fonction de la différence d'énergie stockée (en ordonnée). Sur ce diagramme, le diamètre des cercles est proportionnel au déplacement des joints de grains (Figure 4.3-8) à l'exception des joints de mobilité nulle, rendus visibles par une taille minimale (les plus petits points).

La migration du joint est considérée dans la direction de l'énergie positive $P = E_c + \beta E_{\Delta\rho}$. Le coefficient β est à ce stade un coefficient d'ajustement, car les poids relatifs des deux contributions ne sont pas strictement établis.

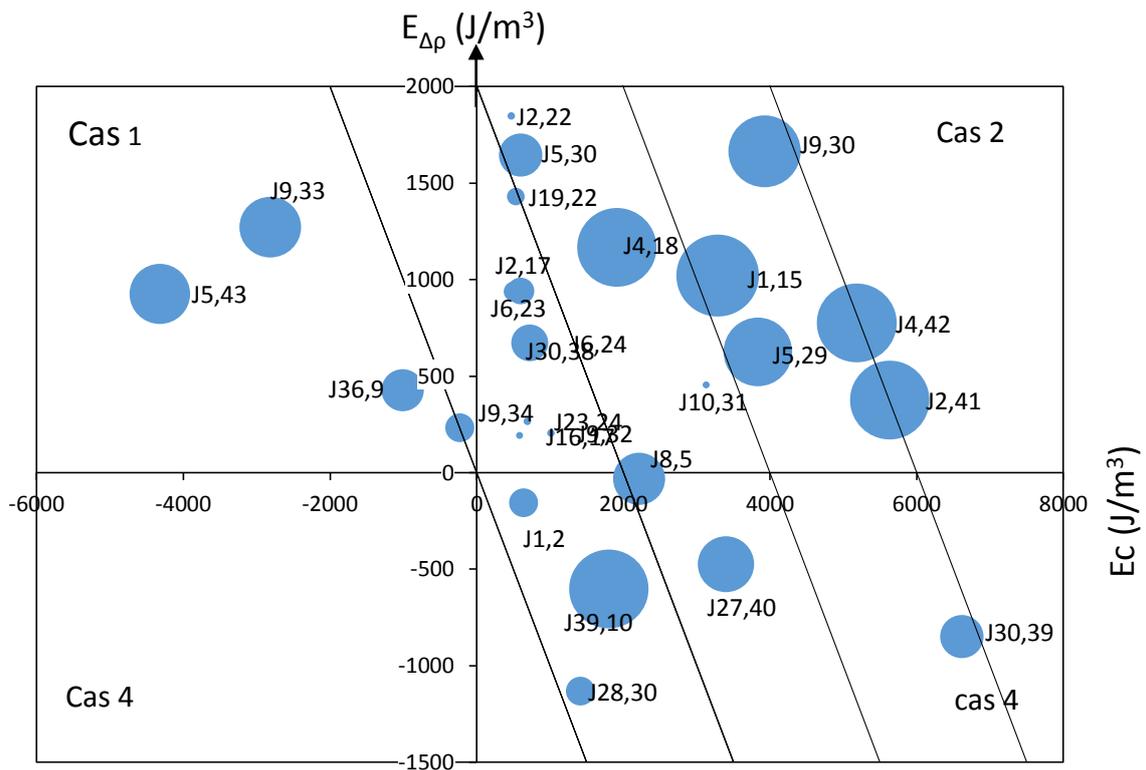


Figure 4.3-8: Diagramme de migration des joints de grains de l'échantillon S85 étape 2.

Les iso-valeurs de $P = E_c + \beta E_{\Delta\rho} = \text{cste}$ sont des droites parallèles à $P = E_c + \beta E_{\Delta\rho} = 0$ passant par l'origine et de pente commune $\frac{E_{\Delta\rho}}{E_c} = -\frac{1}{\beta} < 0$.

Le diagramme de migration des joints de grains regroupe ainsi les données concernant les 27 joints étudiés dans l'échantillon S85 étape 2 (voir Figure 4.3-8). Les isovaleurs de P qui sont tracées correspondent à une pente égale à -1, soit $\beta = 1$).

On constate d'abord sur ce premier graphe qu'il n'y a aucun point dans le secteur 4 strictement interdit, et que seulement 3 points se trouvent du côté interdit des valeurs négatives de P , secteur 1. La seconde constatation est qu'il n'existe aucune valeur de la pente (donc de β) pour laquelle aucun point ne se trouverait du côté $P < 0$: si l'on veut intégrer le point extrême du secteur 1 (J_{5,43}), ce qui nécessite une valeur de β proche de 1/5, c'est le gros point extrême (J_{39,10}) du secteur 3 qui se retrouve du côté négatif.

Ceci nous a amené, avant d'examiner les quelques joints limites, à analyser la migration dans le secteur 3 : en effet, le processus de mobilité dû à l'énergie stockée en dislocations fait déplacer le joint du grain de moindre densité de dislocations à celui de plus forte densité en

« consommant » (intégrant) le surplus de densité rencontrée. Mais lorsque le gradient de densité de dislocations est contraire au sens de la mobilité observée, il n'y a pas de production ou restitution de dislocation dans un processus inverse.

Ceci indique donc une dissymétrie du rôle de ce terme qui conduit à devoir reformuler l'expression de P sous la forme : $P = E_c + \sup(0, \beta E_{\Delta\rho}) = cste$ avec la limite $P = E_c + \sup(0, \beta E_{\Delta\rho}) = 0$. Cette modification faite que dans le secteur 3, l'énergie stockée se réduit à $P = E_c$ ce qui correspond à des isovaleurs de P parallèles à l'axe des ordonnées comme le montre le diagramme ainsi corrigé de la Figure 4.3-9 pour $\beta = 1$. Tous ces joints en secteur 3 sont de faible désorientation à l'exception du joint de grains $J_{39,10}$ qui est un joint de forte désorientation. Le joint $J_{39,10}$ dont la plutôt forte mobilité – déplacement – est associé à une énergie faible, est le seul cas où l'on a un grain plus déformé qui migre vers un grain moins déformé. Ce joint est examiné dans la suite.

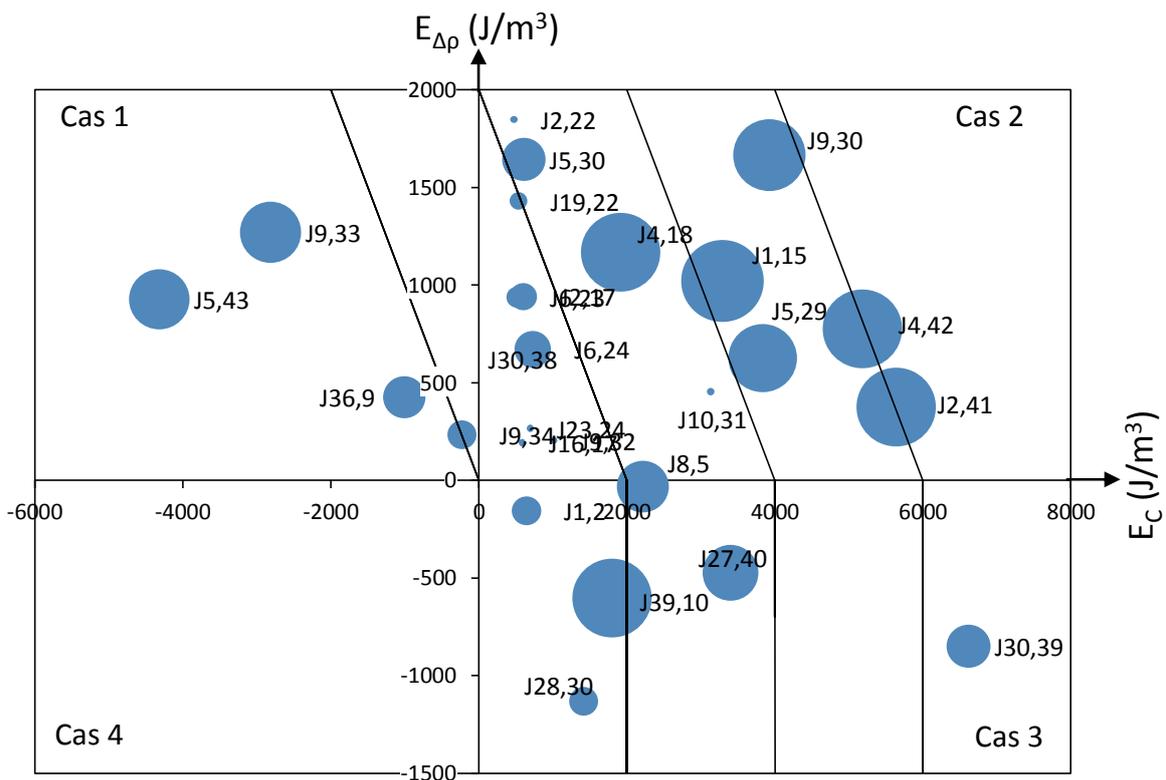


Figure 4.3-9: Diagramme de migration modifié (secteur 3) des joints de grains de l'échantillon S85 étape 2.

On retient que la modification apportée au secteur 3 améliore la relation de la mobilité puisque les plus gros points se voient associés à une énergie relevée (du fait que l'on ne soustrait plus le terme négatif dû aux dislocations du terme positif lié à la courbure). Il n'y a pas de

correction similaire dans le secteur 1, puisque la courbure reste attachée à la position du joint, quel que soit le sens de son déplacement.

Le déplacement de joint pourrait être considéré comme étant une vraie estimation de la vitesse si la migration de tous les joints se faisait à vitesse constante, ce qui n'est absolument pas le cas. En revanche, la représentation graphique du déplacement des joints en fonction de la contribution des deux énergies montre clairement qu'il y a une tendance à avoir de plus grands déplacements de joint pour des valeurs de P plus élevées. On y revient plus loin.

Que le diagramme de mobilité soit modifié ou non, on retrouve la majorité des joints traités dans le cas no 2, associé aux deux termes d'énergie positifs. Il y a également une tendance à avoir de plus grands déplacements de joints pour des valeurs de P plus élevées (points plus gros en secteur 2 en s'éloignant de la droite $P=0$ vers les isovaleurs croissantes). Cependant, certains joints de grains associés à une énergie stockée positive ne migrent pas, par exemple les joints $J_{2,17}$, $J_{6,23}$, $J_{2,22}$, $J_{19,22}$. On peut toutefois déjà noter la faible énergie de courbure de ces deux derniers joints.

Pour valider ces résultats, les mêmes traitements de données ont été faits pour l'échantillon S90. Nous avons traité un plus grand nombre de grains soit 50 joints de grains analysés pour un total de 117 grains identifiés, dont 13 joints de faible désorientation. Les tableaux des joints, avec les valeurs des paramètres mesurés et estimés, sont donnés en Annexe B.

Sur la Figure 4.3-10a et b, on présente séparément le déplacement du joint de grains en fonction de l'énergie stockée des dislocations et de l'énergie de courbure. On a quasiment les mêmes scénarios que sur l'échantillon S85 ; en effet, on ne peut dégager une vraie tendance de la représentation du déplacement des joints en fonction de l'énergie stockée. La migration du joint de grains apparaît aléatoire en tenant compte seulement de l'énergie stockée en densités de dislocations, avec 18 joints sur 50 correspondants à une énergie de dislocations stockées de signe contraire à la mobilité constatée. La Figure 4.3-10b montre qu'également l'accroissement de la migration de joints suit assez bien celle de l'énergie de courbure.

On notera également que les énergies de courbures s'étendent jusqu'à des valeurs très supérieures à celles de l'échantillon S85, du fait de la plus petite taille des grains dans le S90. À l'inverse, l'éventail des énergies stockées en dislocations (estimées) est moindre que pour le

S85, ce qui provient de la distribution différente des orientations des grains, avec peu d'orientations dans le voisinage d'une direction $\langle 111 \rangle$.

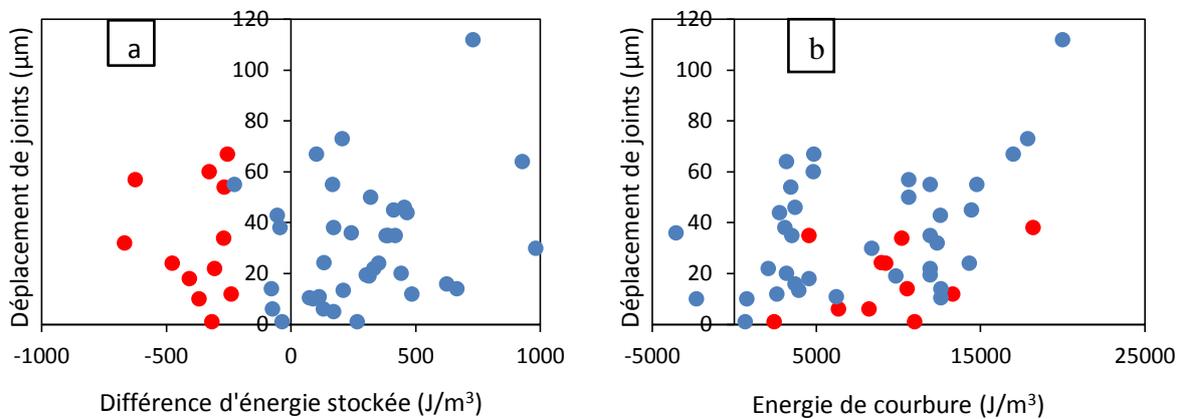


Figure 4.3-10 : Déplacement mesuré des joints de l'échantillon S90 en fonction de a) la différence d'énergie stockée b) l'énergie de courbure (en rouge : LAGB, en bleu : HAGB)

Les joints de grains de l'échantillon S90 ont été ajoutés à ceux de l'échantillon S85 dans le diagramme de migration, voir la Figure 4.3-11 et 4.3-12. On constate les mêmes grandes tendances que celles observées pour l'échantillon S85 étape 2. Aucun joint dans le secteur 4 totalement interdit, seulement 2 de plus dans la partie interdite du secteur 1.

La majorité des grains se trouvent dans le secteur 2 du diagramme où les deux énergies sont positives. On constate également une tendance à des mobilités plus grandes (points plus gros) en s'éloignant de la droite $P = 0$, même si cette tendance est moins nette que pour le cas S85. Globalement parlant, les joints de l'échantillon S90 sont plutôt proches de l'axe des abscisses (effet de courbure dominant dû à la petite taille des grains) tandis que ceux de l'échantillon S85 sont plutôt proches de l'axe des ordonnées (effet de dislocations stockées dominant, en raison de nombreux joints séparant des grains d'orientations plus nettement différentes ou des mécanismes de glissement simple versus glissement multiple accroissent le différentiel des densités de dislocations de part et d'autre).

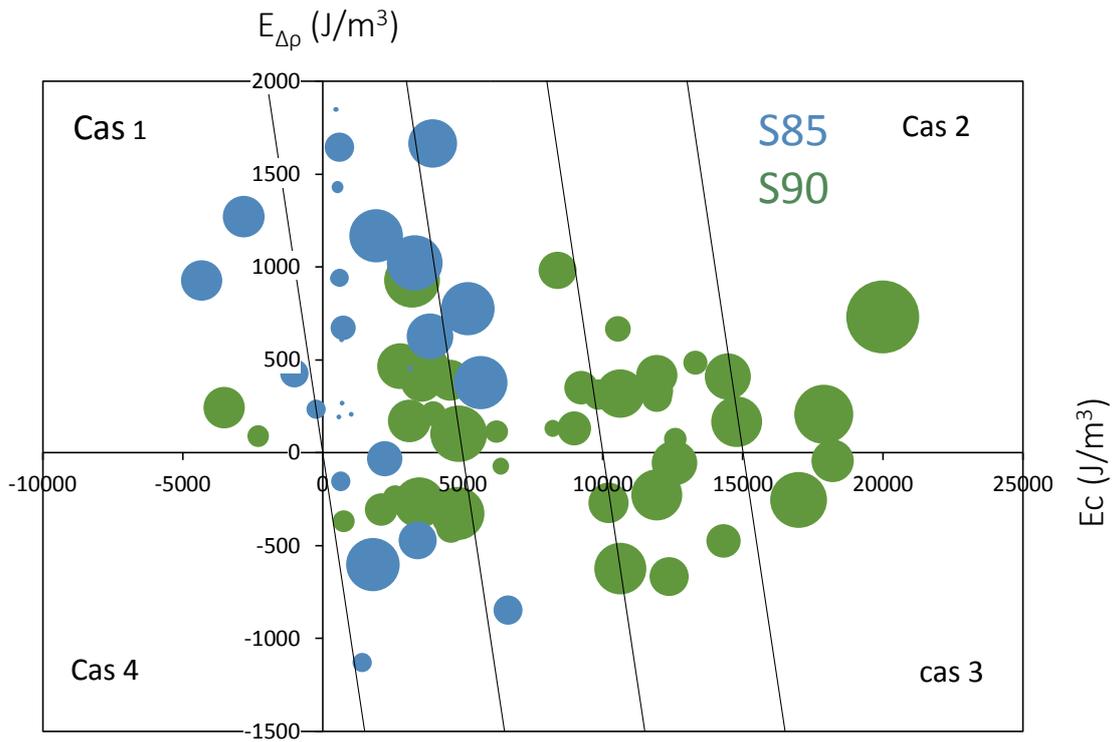


Figure 4.3-11 : Diagramme de migration des joints de grains la croissance des grains de l'échantillon S85 étape 2 en bleu et de l'échantillon S90 en vert.

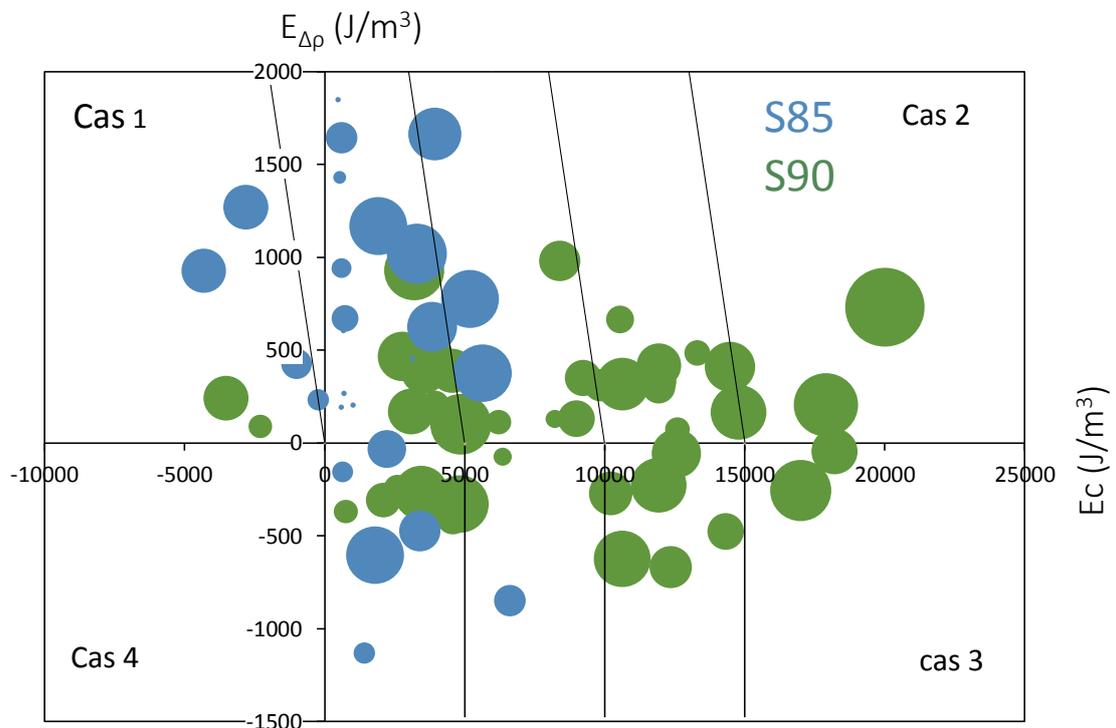


Figure 4.3-12 : Diagramme de migration des joints de grains la croissance des grains de l'échantillon S85 étape 2 en bleu et de l'échantillon S90 en vert.

Selon la loi de mobilité modifiée en secteur 3 (isovaleurs verticales) les différences sont relativement faibles, toujours pour la raison que c'est le terme de courbure qui domine dans cet échantillon S90. Une valeur de pente (donc de β) pour laquelle tous les points (des 2 échantillons seraient du côté positif de P, est, à cause des 2 points de l'échantillon S90 situés en secteur 1, très faible (de l'ordre de -0,05, voire moins). Ces 2 joints, sur 50 seront considérés comme anomalies, leur examen individuel étant difficile.

Une analyse 2D et 3D de l'échantillon S85 sera faite en vue d'analyser les points les plus critiques.

4.6 Étude 2D des cas particuliers du diagramme de mobilité

La partie 4.5 fait apparaître assez nettement, malgré des mesures souvent de précision limitée (ni la courbure d'un joint ni son déplacement ne sont en général constants sur toute sa longueur par exemple) et malgré le fait que les mesures ne soient qu'en projection en surface de caractéristiques tridimensionnelles, que l'une des relations fondamentales majeures décrivant la mobilité des joints de grains se retrouve plutôt bien à partir d'un échantillonnage de moins de 100 joints. L'analyse menée, de manière non automatisée, car difficilement automatisable, et donc couteuse en investissement humain, montre aussi qu'il est assez difficile d'aller plus finement dans l'extraction de l'expérience des lois constitutives de la mobilité des joints de grains sous les effets conjugués de déformation plastique et de traitement thermique.

Si dans l'ensemble des joints examinés, seul un petit nombre se comporte en apparence anormalement par rapport à l'énergie stockée que la plupart satisfont, il importe d'examiner plus précisément si ces anomalies apparentes proviennent d'une spécificité, d'une erreur de mesure, d'un artefact ou de toute raison susceptible d'être identifiée, par exemple de la participation d'une (ou plusieurs) autre(s) contributions.

Un certain nombre de joints et de jonctions (joints triples) ont fait l'objet d'analyse AFM que nous présentons dans cette partie. Dans un premier temps, nous examinons un phénomène intimement lié au protocole expérimental, abondamment étudié dans la littérature au motif qu'il interfère notablement avec la mobilité des joints et jonctions de grains que l'on peut observer en surface et qui constitue en cela une source majeure d'artefact dans toutes les études expérimentales de mobilité : la gravure thermique. Un autre facteur impactant les mobilités

observées des joints de grains sont leurs points triples c'est-à-dire les jonctions par lesquelles ils s'accrochent aux autres joints voisins : une question encore largement ouverte concerne de mobilité propre à ces jonctions, qui pourraient soit gouverner la mobilité des joints qu'elles bordent ou au contraire être trainées sans résistance propre par ceux-ci. Nous discuterons de ces jonctions en second point de cette partie.

Cette partie montrera également que parallèlement (et en complémentarité) à l'analyse globale menée en section précédente, les lois locales d'équilibre sur les jonctions triples et entre jonctions triples sont également assez bien vérifiées.

4.6.1 Effet de la gravure thermique

Les travaux de Gottstein (Gottstein et Shvindlerman 1992) ont montré l'influence de la gravure thermique sur la migration des joints de grains à la surface de l'échantillon. À très haute température, la gravure thermique arrive très rapidement à la surface de l'échantillon, ce qui a pour effet de retarder la mobilité des joints de grains. Les joints de grains gravés ne vont pas forcément suivre la relation $V=MP$ basée sur les deux seuls termes de la relation de l'Équation 1.1-7 dans l'Équation 1.1-5. La gravure thermique provoque des mouvements « Stop and Go » ce qui a pour effet de retarder la migration par une retenue en surface. Gottstein a démontré que le joint se déplaçait plus facilement en profondeur et entraînait par la suite le joint à la surface en le décrochant en quelque sorte, et ceci dans un processus répétitif de type désencrage/ré-encrage. Ce joint est donc constamment gravé et creusé, ce qui en retarde la migration. En effet, sur certains joints qui ne migrent pas, la gravure est plus importante du fait que le joint est constamment creusé lors du recuit. Les Figure 4.6-1a,b,c montrent des gravures laissées par les joints de grains qui disparaissent lors du recuit tandis que la Figure 4.6-1 d montre un joint de grains très marqué qui ne migre pas.

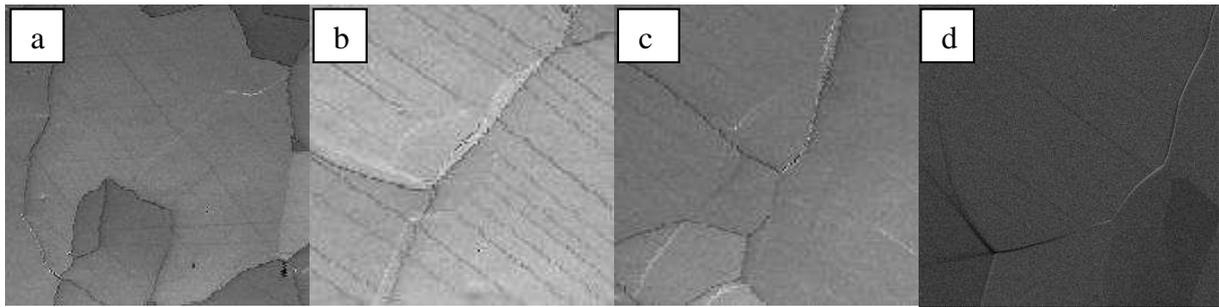


Figure 4.6-1 : Différents cas de gravure thermique observés à la surface de l'échantillon lors du recuit sous vide. Les figures a, b, et c sont des gravures suivi d'une migration de joint et d) représente un cas gravure sans migration.

La gravure fait son apparition au cours du recuit et s'accroît avec le temps. L'image de la Figure 4.6-2 de l'échantillon S85 de l'étape 2 montre certains joints gravés qui migrent au cours du recuit (flèches bleues) tandis que d'autres joints ayant des gravures (flèches noires) ne migrent pas même si les conditions nécessaires pour la migration sont présentes. Par exemple le joint de grain $J_{10,31}$ est un joint de forte désorientation qui ne se déplace pas visiblement en surface tandis que la valeur de P est non nulle.

Ce type de situation suggère que la loi de mobilité puisse intégrer un terme représentant ce freinage en surface. S'agissant d'un facteur ralentissement, cela revient à considérer que la mobilité réelle de tout joint est plutôt supérieure à celle estimée en surface. On peut donc s'attendre à ce que la croissance d'un grain que l'on observe en surface soit moindre que ce qui se passe en profondeur.

Maintenant, on peut aussi penser qu'il ne s'agit pas seulement d'un facteur de correction multiplicatif (>1) sur toutes les mobilités mesurées en surface, car l'effet de gravure est d'autant moins fort sur la mobilité que celle-ci est grande, mais plutôt d'un effet inverse : effet important pour les mobilités faibles, effet négligeable sur les mobilités fortes.

Quelques exemples de gravure seront examinés sur les clichés AFM du paragraphe 4.7.

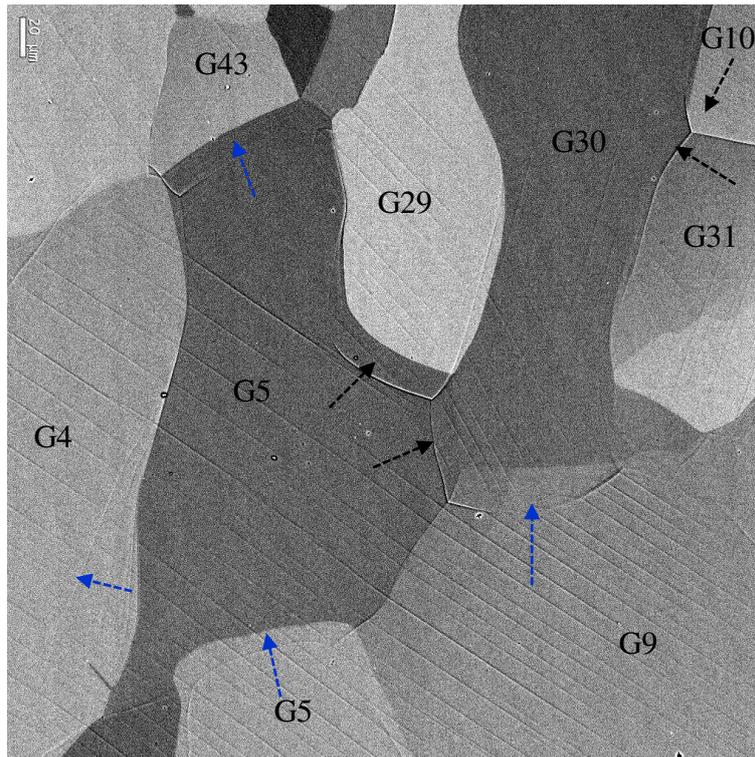


Figure 4.6-2 : Gravure observée sur la surface de l'échantillon. Des gravures liées à la migration des joints de grains (flèche bleu) et d'autres traces (flèches noir) avec des marques plus prononcées.

4.6.2 Les points triples

L'équilibre des jonctions triples a été étudié via Équation 1.4-1 qui établit la relation d'équilibre pour ces points. On rappelle que la relation d'équilibre est donnée par l'équation ci-dessous :

$$\frac{\gamma_{12}}{\alpha_3} = \frac{\gamma_{13}}{\alpha_2} = \frac{\gamma_{23}}{\alpha_1}$$

La stabilité de quelques jonctions triples a été vérifiée pour l'échantillon S85. Les jonctions triples sont analysées avant et après le recuit de croissance R3. Ces points triples sont identifiés dans la figure avec leurs angles caractéristiques.

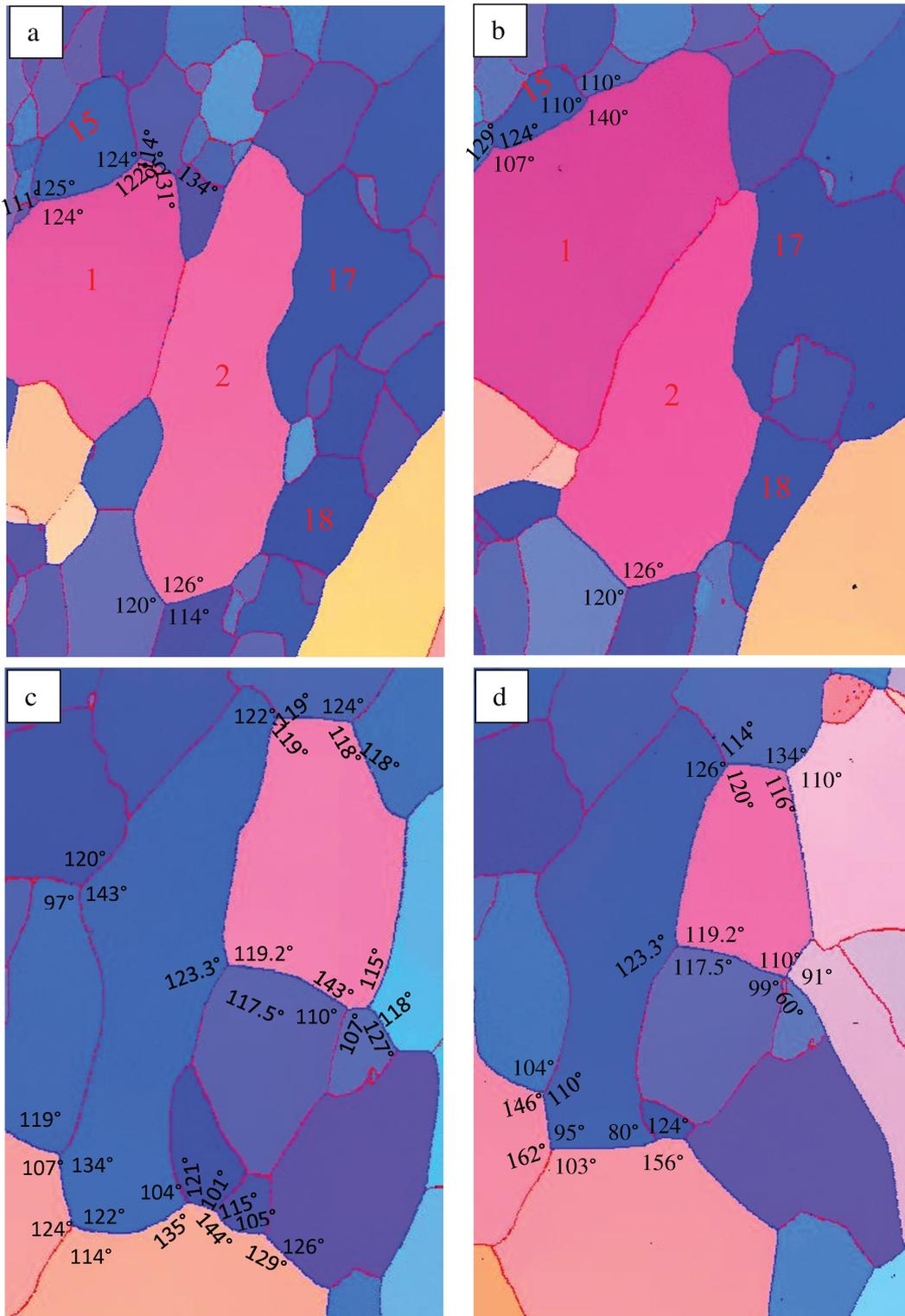


Figure 4.6-3 : Angles associés aux joints *triple* de l'échantillon S85 : a et c) état R2+3% b et d) après état R3.

Les résultats d'analyse des points triples sont donnés dans le Tableau 4.6-1. Les résultats de γ/α pour les points triples analysés montrent qu'ils ne sont en général pas loin de l'équilibre. La seule condition d'équilibre d'angle 120° n'est pas suffisante pour la stabilité d'un point triple. Le point triple $J_{10,30,31}$ est le seul joint à l'équilibre parmi tous les points triples analysés où les trois valeurs γ/α sont égales. Ceci est un résultat très intéressant dans la mesure où les joints de grains liés à ce point triple n'ont pas migré. La stabilité des joints de grains liés à leur géométrie avec l'existence des jonctions triples est un facteur déterminant dans la non-migration de certains joints, comme on le voit ainsi dans le polycristal S85. Ceci peut expliquer pourquoi par exemple le point triple $J_{10,30,31}$ n'a pas migré lors du recuit de la croissance des grains.

Point triple	Angle	Angle radians (α)	γ_b	γ/α	Angle	Angle radian	γ_b	γ/α
$J_{1,15,x}$	111	1,94	0,340	0,18	129	2,25	0,34	0,15
	124	2,16	0,276	0,13	107	1,87	0,316	0,17
	125	2,18	0,340	0,16	124	2,16	0,34	0,16
$J_{10,30,31}$	119,2	2,08	0,340	0,16	119,2	2,08	0,33	0,16
	123,3	2,15	0,340	0,16	123,3	2,15	0,34	0,16
	117,5	2,05	0,340	0,17	117,5	2,05	0,34	0,17
$J_{10,30,39}$	122	2,13	0,340	0,16	126	2,20	0,34	0,15
	119	2,08	0,337	0,16	120	2,09	0,335	0,16
	119	2,08	0,340	0,16	114	1,99	0,34	0,17
$J_{5,9,30}$	122	2,13	0,222	0,10	95	1,66	0,229	0,14
	114	1,99	0,340	0,17	103	1,80	0,34	0,19
	124	2,16	0,340	0,16	162	2,83	0,34	0,12
$J_{9,30,33}$	121	2,11	0,340	0,16	124	2,16	0,34	0,16
	135	2,36	0,285	0,12	156	2,72	0,289	0,11
	104	1,82	0,340	0,19	80	1,40	0,34	0,24
$J_{2,19,22}$	120	2,09	0,34	0,16	120	2,09	0,34	0,16
	126	2,20	0,314	0,14	126	2,20	0,314	0,14
	114	1,99	0,34	0,17	114	1,99	0,34	0,17
$J_{5,29,30}$	107	1,87	0,326	0,17	146	2,55	0,327	0,13
	119	2,08	0,34	0,16	104	1,82	0,34	0,19
	134	2,34	0,34	0,15	110	1,92	0,34	0,18

Tableau 4.6-1 : *Tableau de calcul des relations d'équilibres des points triples*

En considérant l'approche topologique de Hillert (voir chapitre 1), le grain numéro 10 a peu de grains voisins par rapport aux autres grains, ce grain aura donc plus tendance à disparaître même si son orientation est favorable à la croissance par rapport à ses voisins. Ceci

explique pourquoi le grain 39 a pu croître au dépend du grain 10 sachant que le grain 39 est un grain ayant accumulé plus d'écroutissage (Joint 10,39).

4.7 Étude 3D des cas particuliers

Pour ces analyses individuelles de cas particuliers, nous ferons usage des données déjà mentionnées et rassemblées dans les différents tableaux, auxquelles nous ajoutons des données obtenues par examen final en profondeur, à 200 μm et à 400 μm , de l'échantillon S85. Ces examens en profondeur ont permis dans certains cas de montrer que les caractéristiques sous la surface peuvent être renversées (la courbure notamment) par rapport à l'information de surface, d'où la nécessité de grande prudence pour l'utilisation d'informations brutes de surface. Préalablement à ces polissages, un certain nombre de joints et de jonctions (joints triples) ont fait l'objet d'analyse AFM que nous présentons dans cette partie.

4.7.1 Analyse 3D par AFM

La microscopie à force atomique a été utilisée pour analyser quelques joints de grains après l'étape de croissance finale pour l'échantillon S85. L'analyse du joint $J_{4,18}$ montré dans la Figure 4.7-1 (a et b) montre que la migration du joint ne se fait pas sans difficulté à la surface de l'échantillon. Un profil effectué le long de la position où le joint a migré (ligne noire) montre que le joint est gravé régulièrement au cours du recuit (Figure 4.7-2a). Un profil mesuré sur un déplacement plus court (ligne bleue) montre que le joint est gravé sur des distances d'au moins 0.2 μm .

On constate nettement sur la Figure 4.7-1 qu'entre les positions initiales et les positions finales des joints, les traces de glissement que l'on observe sont celles du grain qui a été « consommé » par l'expansion de son voisin. Ces traces en surface ne correspondent plus aux plans cristallins par lesquels ils ont été créés puisque la structure du grain a changé. La mobilité de ces joints (en secteur 2 du diagramme de mobilité) élimine dans le même temps les dislocations en excès dans la zone balayée.

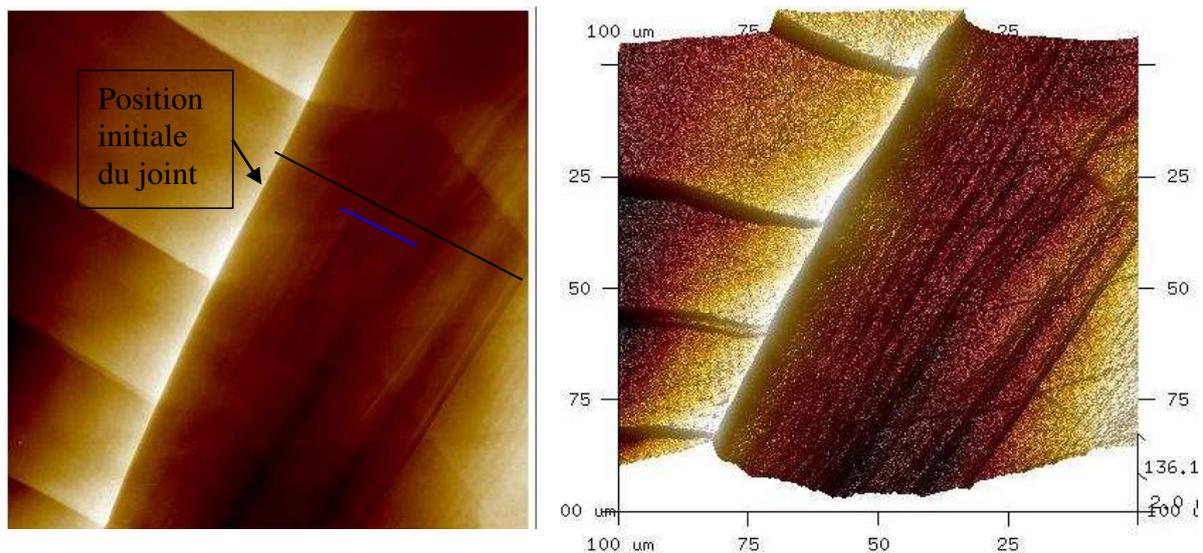


Figure 4.7-1 : Gravure thermique observée à la surface de l'échantillon S85 après le recuit R3. La figure à droite est une vue 3D de la figure de gauche après une rotation de 180° et inclinaison de 30°.

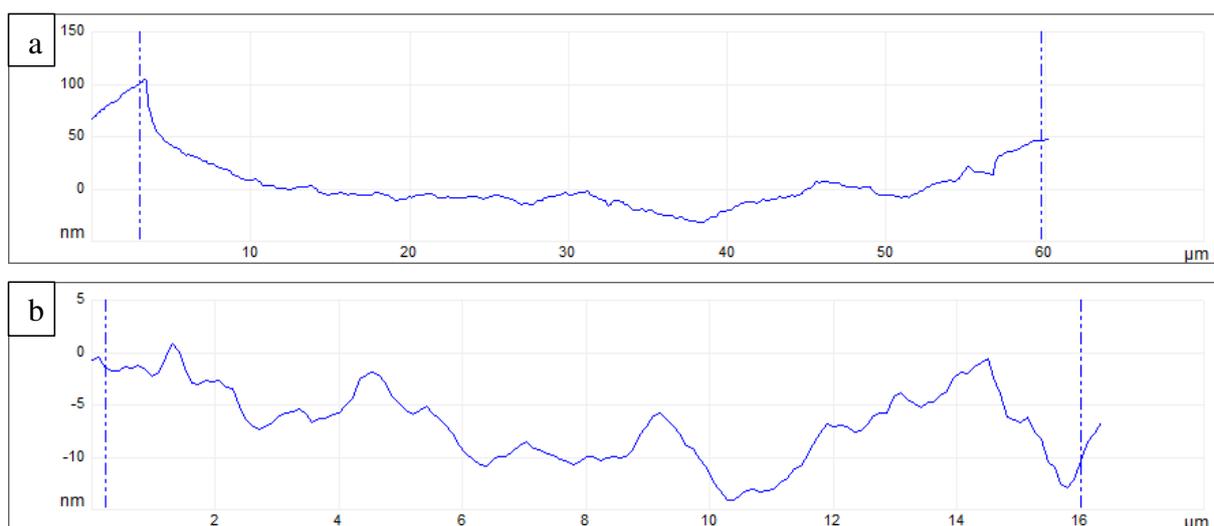


Figure 4.7-2 : Profil mesuré le long du déplacement du joint de grain a) trait noir sur l'image précédente b) trait bleu.

La Figure 4.7-3 illustre encore mieux l'effet de la gravure thermique sur la migration des joints de grains. La partie du joint la plus marquée (identifiée en flèche rouge) migre moins que la partie la moins marquée. La partie la plus marquée fait environ 200nm de profondeur tandis que la partie la moins gravée fait environ 100nm de profondeur. On constate que la partie du joint la moins gravée migre deux fois plus vite que l'autre partie du joint. Une étude plus systématique de ce type pourrait permettre de quantifier l'effet de gravure thermique sur la mobilité.

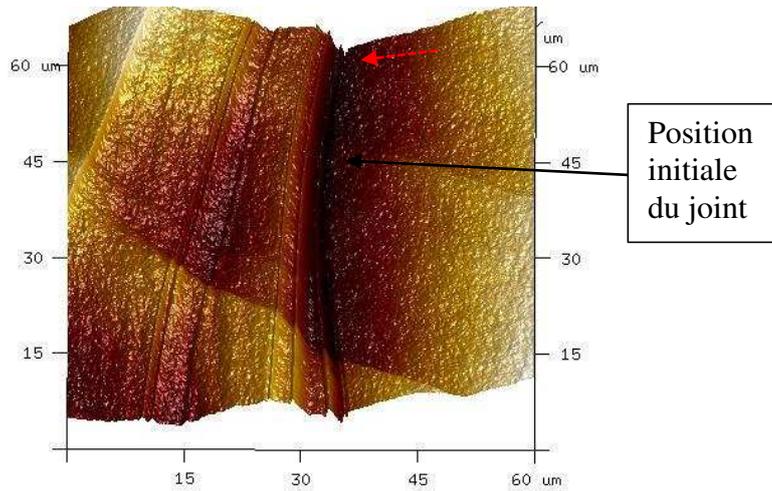


Figure 4.7-3 : gravure thermique observée sur le joint J4,5 de l'échantillon S85 après l'étape R3.

Toutes ces observations indiquent que la gravure thermique ne produit pas un blocage total des joints, mais qu'elle ne fait que ralentir le processus de migration des joints de grains, ce qui confirme des travaux antérieurs en ce sens (Mullins 1958; Gottstein et Shvindlerman 1992). Si l'énergie disponible P est substantielle le joint reste en capacité de migrer, même en cas de gravure prononcée.

Quelques jonctions triples ont également été analysées par AFM après le recuit. Trois joints de grains ont été repérés suivant qu'ils ont migré ou non, et ont été ensuite analysés. Ces joints de grains sont les suivants : $J_{10,30,31}$, $J_{5,9,30}$, $J_{5,29,30}$. Une image 3D de ces joints de grains est présentée sur les Figure 4.7-4a,b,c. Elles sont à comparer à l'image 2D associée, présentée sur les Figure 4.7-8a,b,c.

Sur ces trois jonctions triples analysées, on constate qu'il y a une marche au niveau de l'un ou de deux des joints. La marche correspond à la position initiale du joint (ou à sa position fixe si le joint ne bouge pas, tel le joint $J_{10,30,31}$). La vue 3D indique clairement qu'il n'y a pas de marche à la position finale d'un joint qui s'est déplacé. Les marches ne sont pas sur les joints.

Des profils effectués le long de ces marches montrent qu'elles sont de l'ordre de 100nm à 200nm de hauteur. Ces valeurs sont quasiment similaires à celles que l'on a mesurées sur le joint $J_{4,5}$. Deux profils types de ces marches effectués à des endroits différents sont montrés sur la Figure 4.7-5 et 4.7-6. Que ces marches soient strictement le résultat de la gravure thermique est parfois questionnable, cette gravure ayant plus souvent un aspect arrondi que les dénivelés aigus observés et présentés ici. Cependant, le profil effectué sur la Figure 4.7-6 est

quasi similaire au profil de gravure thermique obtenu an AFM sur un intermétallique NiAl (voir la Figure 4.7-7) (Rabkin, Klinger, et Semenov 2000).

Ces facies peuvent évoquer également du glissement aux joints associé à la gravure thermique. Des glissements aux joints ont été observés dans l'aluminium à grains ultrafins (Ivanov et Naydenkin 2012) et lors de la déformation à chaud (Arun Babu et al. 2016). Ivanov a démontré que les glissements aux joints de grains prennent place lors des premières étapes de la déformation plastique, les glissements intra-granulaires arrivent plus tard et deviennent alors le mécanisme primaire de la déformation. Le glissement aux joints s'identifie sur des images 2D par un décalage de lignes de glissement de part et d'autre d'un joint. Cependant, on ne s'attend pas à avoir du glissement aux joints à 3% de déformation à froid dans l'aluminium à gros grains. S'il s'agit de glissement aux joints, il ne peut qu'être déclenché par le recuit après déformation plastique et il participerait donc dans ce cas à la mobilité. Mais comme les marches observées sont à la position initiale des joints, le scénario compatible avec ces observations serait un glissement au joint au début de la mise en mouvement des joints : au début du recuit, le joint s'il ne bouge pas immédiatement d'une manière ou d'une autre se trouve gravé thermiquement et encore plus empêché de se déplacer. C'est durant ce moment que grâce à l'activation thermique du glissement aux joints pourrait se produire en accompagnement d'une dissipation d'énergie qui ne peut encore se faire librement dans un mouvement qui modifie la structure cristalline. Il serait plus simple pour les 2 grains voisins de glisser d'abord l'un contre l'autre, ce qui pourrait même dans certains cas aider à l'arrachage de la gravure.

Pour établir clairement que ces marches proviennent non de la déformation, mais du recuit, nous avons analysé un autre échantillon, ayant été laminé à 90%, recuit à 380°C puis déformé à 3%. Quelques joints de cet échantillon analysé à l'AFM sont présentés sur les Figure 4.7-9a,b,c. Sur ces trois joints analysés, on n'observe pas de glissement aux joints, il y a cependant de l'affaissement au niveau de ces trois nouveaux joints analysés. Le contraste en noir au niveau des joints indique que les bords des images sont en hauteur. Donc, on peut éliminer l'hypothèse que les marches observées proviennent de la seule déformation plastique à froid.

On peut en conséquence affirmer que ces marches sont créées lors du recuit de croissance de l'échantillon, soit par gravure thermique, soit par glissement au joint ou par d'autres mécanismes non encore expliqués.

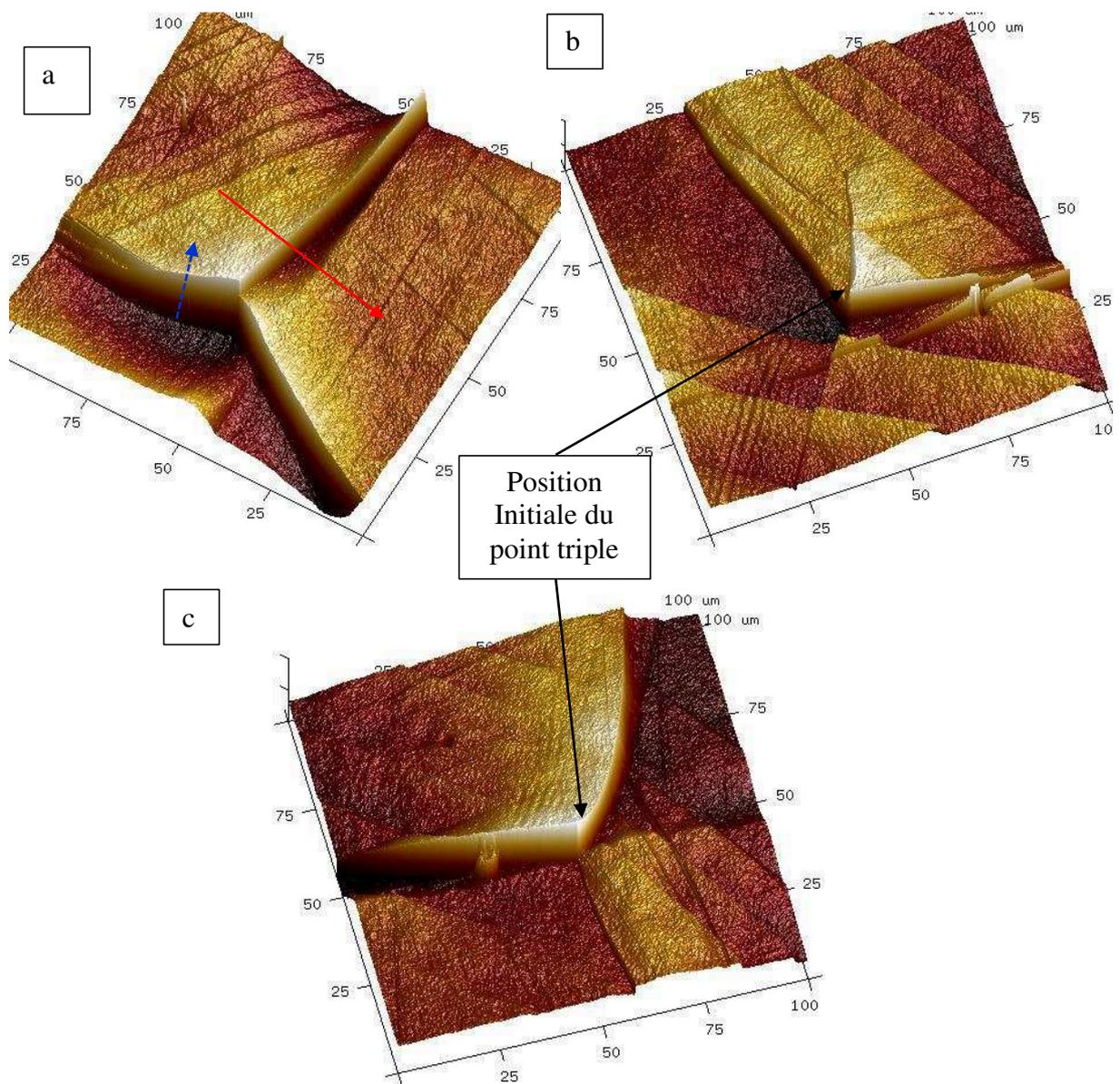


Figure 4.7-4 : Profil 3D des joints a) $J_{10,30,31}$ b) $J_{5,9,30}$ c) $J_{5,29,30}$ de l'échantillon S85 après l'étape R3

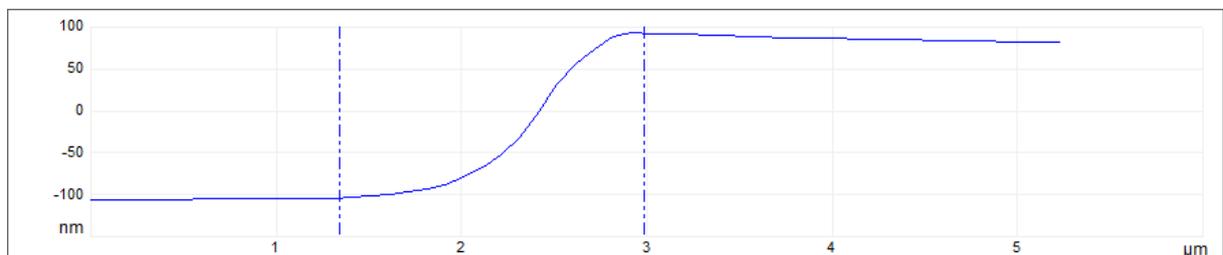


Figure 4.7-5 : profil effectué sur le joint de la Figure 4.7-4a (position flèche bleue)

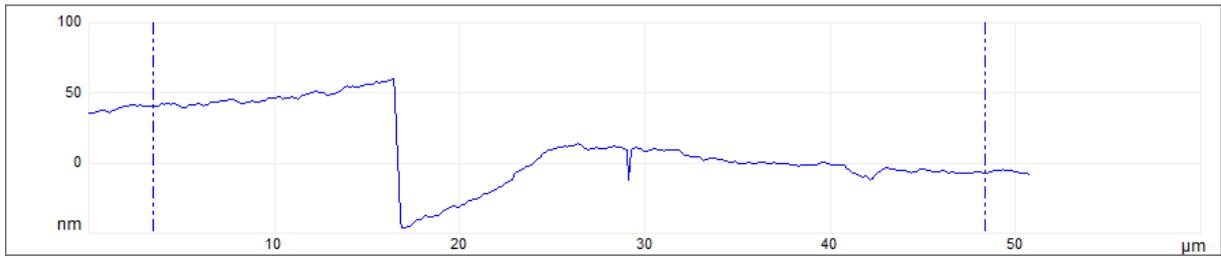


Figure 4.7-6 : profil effectué sur le joint de la Figure 4.7-4a (position flèche rouge)

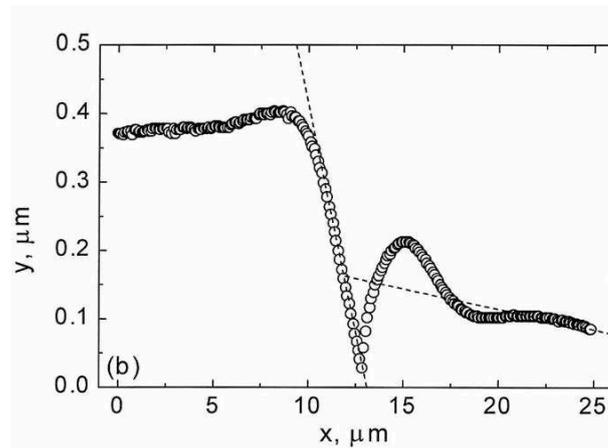


Figure 4.7-7 : profil gravure thermique obtenu en AFM sur un intermétallique NiAl (Rabkin, Klinger, et Semenov 2000)

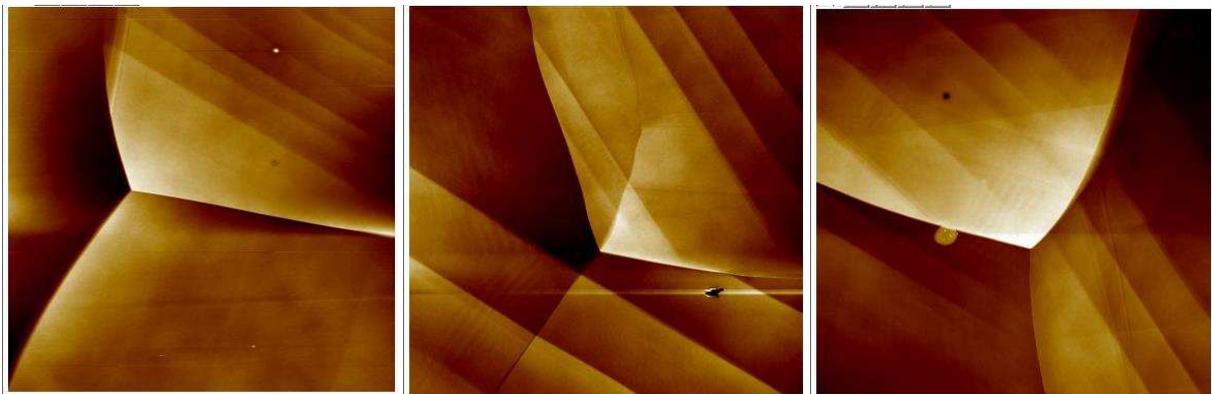


Figure 4.7-8 : Image 2D des points triples analysés en AFM

Finalement, on peut donc dire que la gravure thermique ainsi que les marches observées au niveau des joints ne bloquent pas totalement la mobilité des joints de grains. S'il s'agit en partie de glissement au joint, on peut même penser que ce mécanisme pourrait aider le joint à entrer en mobilité en fournissant une aide au désencrage par la gravure.

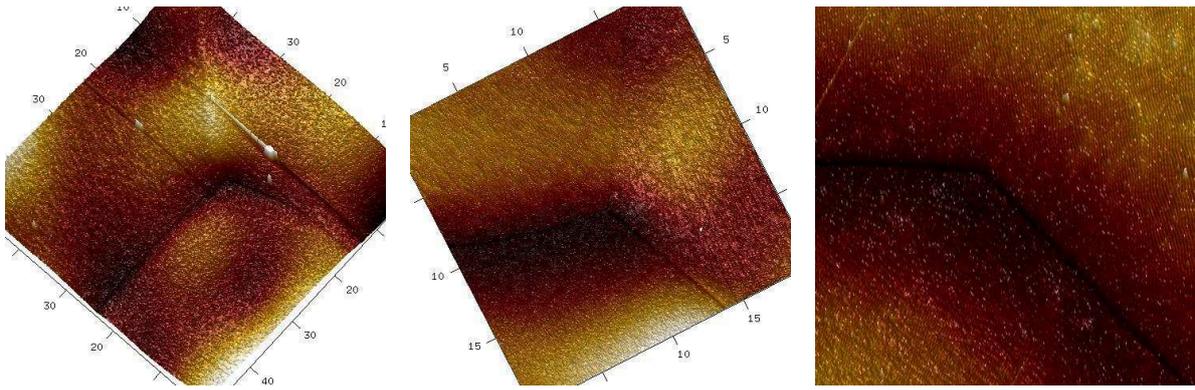


Figure 4.7-9 : Image des joints d'un échantillon d'aluminium déformé à l'AFM

On rappelle que le point triple de la Figure 4.7-4a reste stationnaire au cours du recuit de croissance tandis que deux autres jonctions triples des Figure 4.7-4b et c ont pu migrer de $20\mu\text{m}$ à $40\mu\text{m}$ respectivement.

4.7.1 Étude de la profondeur

Afin d'obtenir plus de données sur le processus de migration des joints de grains, nous avons procédé à une étude en profondeur en enlevant à deux reprises une couche de $150\text{-}200\mu\text{m}$ puis nous avons analysé la microstructure de l'échantillon à l'EBSD. La Figure 4.7-10a montre la cartographie EBSD de l'échantillon S85 à $200\mu\text{m}$ de profondeur superposée avec les contours de grains de l'état de surface R3. La Figure 4.7-10b est la cartographie EBSD à $400\mu\text{m}$ de profondeur avec les contours de grains de l'état de surface R3. On note que cette superposition reste très délicate, car il n'y a quasiment pas de joint stable ayant gardé leur position initiale dans ce cas.

Sur la première figure, on constate que la majorité des grains initialement présents à l'état de surface sont encore présents à $200\mu\text{m}$ de profondeur. Les grains de direction $\langle 100 \rangle$ ayant migré en surface ont une taille légèrement plus grande. On peut penser que cela est dû au phénomène de la gravure thermique qui retarde la migration en surface pendant le recuit. Sur la Figure 4.7-10b, on observe de nouveaux grains qui n'étaient pas présents à la surface. La microstructure à cœur montre plus de diversité en terme d'orientation de grains.

On a déjà souligné au chapitre 3 que la microstructure est différente au cœur de l'échantillon (soit $400\mu\text{m}$ de profondeur) avec de nombreux joints plus rectilignes qu'en surface et même qu'à la profondeur intermédiaire. Ceci indique que sous la surface, l'énergie de

courbure a été consommée, qu'elle ait été identique ou différente de celle observée initialement en surface.

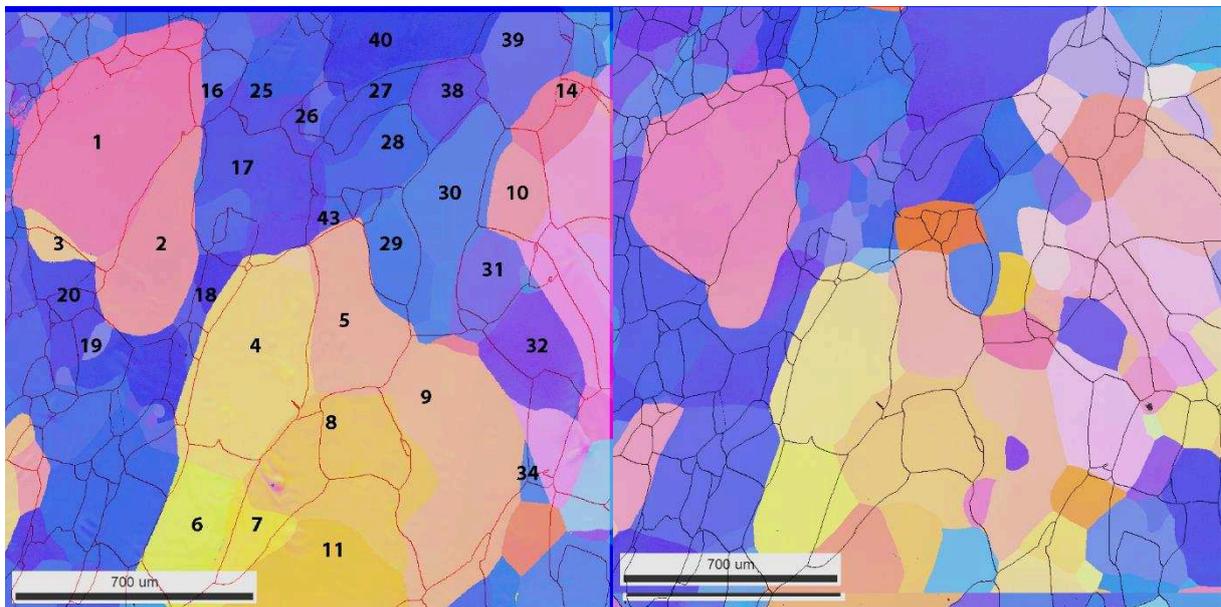


Figure 4.7-10 : *microstructure de l'échantillon S85 étape R3 mesurée à : a) 200μm de profondeur b) 400μm de profondeur.*

On voit la présence de nouvelles orientations et des tailles de grains plus petites, notamment dans la famille de grains orientés proche d'une direction $\langle 111 \rangle$ (grains bleus). Au contraire, beaucoup des gros grains de la surface restent présent jusqu'à 400μm, avec plutôt une tendance à être plus gros (notamment dans la zone droite de la micrographie où un groupe peu présent en surface est révélé. Ceci est plutôt en accord avec le fait que les épaisseurs d'abrasion (200μm) sont plutôt plus grandes que la taille des « grains bleus », dont on voit apparaître soit les extrémités qui s'amenuisent, soit les grains de la couche inférieure. A contrario, les « grains jaune-rose » plutôt plus gros que cette épaisseur, ne sont pas éliminés et se révèle souvent être plus gros sous la surface.

Ayant été observé qu'à la surface la croissance des grains (donc la mobilité des joints) allait plutôt des « grains jaune-rose » vers les « grains bleus », la tendance se trouve plutôt corroborée en profondeur.

Finalement, une valeur de $\beta = 1$ dans la loi de mobilité modifiée (en secteur 3) n'étant désaccord qu'avec un nombre très petit de joints, pour les 2 échantillons examinés, il paraît préférable de garder cette valeur en première approximation, et en considérant les points mal placés comme des anomalies.

4.8 Evaluation de la vitesse de mobilité des joints en fonction du déplacement des joints

Dans le cadre de ce travail, nous avons d'une part estimé le déplacement d'un certain nombre de joints (pour 2 échantillons) durant un temps t de recuit et d'autre part estimé l'énergie disponible à l'origine de ce déplacement. Cependant, la vitesse de mobilité des joints ne peut être déterminée malgré les séquences de photos, parfois nombreuses, effectuées avec l'intention d'estimer cette vitesse. Expérimentalement, en raison d'une faible différence de contraste cristallographique entre les grains et des perturbations à chaud lors des recuits, il s'est avéré difficile de suivre un nombre assez grand de joints sur plusieurs images successives. Même dans les cas où quelques images permettaient le suivi du déplacement d'un joint, il est difficile de préciser à quel instant la mobilité du joint s'arrête, sans non plus être sûre de l'instant où il a commencé à se déplacer, peut-être avant même que la température du recuit soit atteinte.

Ce qu'il est permis de dire c'est qu'un joint qui s'est déplacé de la distance $D(t)$ durant le temps t du recuit, s'est déplacé à une vitesse moyenne minimale $\langle V \rangle$ donnée par $D(t)/t$. La dispersion des déplacements mesurés correspond donc à la même dispersion de ces vitesses moyennes minimales. D'autre part, la loi de vitesse, $V = MP$ fait intervenir la mobilité des joints qui est donnée par l'Équation 1.1-6 du chapitre 1, soit :

$$M = M_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right).$$

La littérature donne une grande variabilité de valeur pour le facteur préexponentiel M_o pour des nuances d'aluminium (Aluminium pur ou faiblement allié). Elle peut aller de $10^{-9} m^4/J.s$ (LENS 2004) jusqu'à $2.10^3 m^4/J.s$ (Huang(a) et Humphreys 2012). La valeur de M_o varie beaucoup avec le type de joint. En comparaison, la valeur de Q varie de 66 à de 212 kJ/mol dans le travail de (Huang(a) et Humphreys 2012), elle est de 65 kJ/mol dans (Haessner et Hofmann 1978).

Dans notre travail, à partir des deux polycristaux examinés, un calcul simple (Annexe D) utilisant une valeur de $M = \langle\langle V \rangle\rangle / \langle\langle P \rangle\rangle V = MP$, où $\langle\langle V \rangle\rangle$ est la moyenne des vitesses moyennes minimales des joints qui se sont déplacés et $\langle\langle P \rangle\rangle$ la moyenne correspondante de leurs énergies calculées donne :

$M_o = 2.10^{-7} m^4 / J.s$ et $Q = 67.5 kJ/mol.$, pour $R = 8,31 J.mol^{-1}K^{-1}$, $T = 673K$ pour l'échantillon S85 et $623K$ pour l'échantillon S90.

Cette valeur pour M_o n'est pas déraisonnable pour l'aluminium, s'agissant d'une moyenne, quand on sait que la dispersion est grande selon le type de joints. La valeur de Q est aussi cohérente avec la littérature. À l'aide de cette valeur pour la mobilité M (différente pour les 2 échantillons S85 et S90 puisque T est différent), nous pouvons tracer les déplacements des joints $D(t)$ en fonction de MP

Le déplacement des joints est tracé en fonction de la valeur MP associée (voir Figure 4.8-1). Le coefficient de corrélation linéaire est de 0.43. Cette faible valeur n'est pas surprenante puisque les joints de grains se déplacent à vitesse variable, c'est-à-dire, un grand déplacement peut être obtenu pour un temps de recuit très court ou pour un temps relativement long. Ce qui a été confirmé par nos observations in situ, des joints de grains qui migrent très rapidement lors du recuit ($J_{2,41}$) tandis que d'autres migrent progressivement pour un temps plus long ($J_{4,18}$ et $J_{1,15}$).

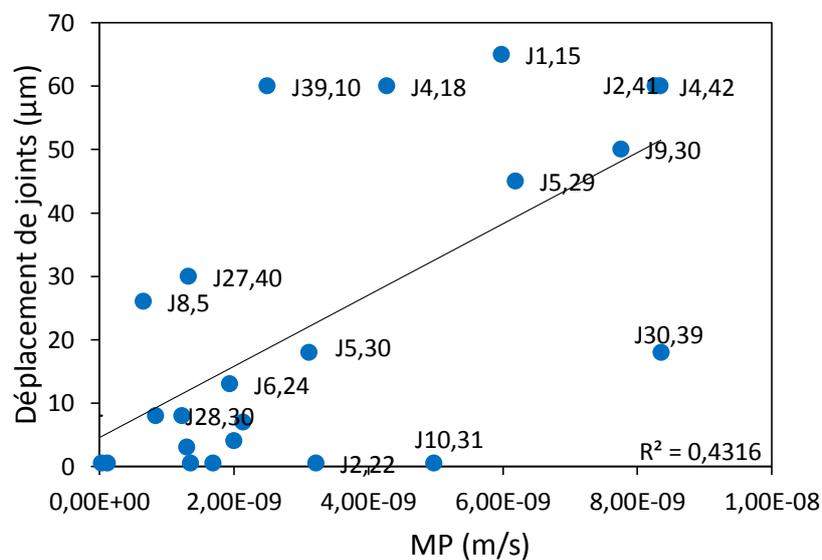


Figure 4.8-1 : Migration des joints en fonction de MP pour l'échantillon S85 étape 2

Le même scénario existe pour l'échantillon S90, la courbe de tendance montre cette fois un coefficient de corrélation linéaire de 0.33 encore plus faible que la précédente. Par contre l'allure des différents points montre la tendance à avoir des déplacements plus importants pour des vitesses plus élevées, Figure 4.8-2. Si on trace de préférence une courbe de tendance

polynomiale d'ordre 4, le coefficient de corrélation linéaire augmente pour atteindre la valeur de 0.57 (voir la Figure 4.8-3).

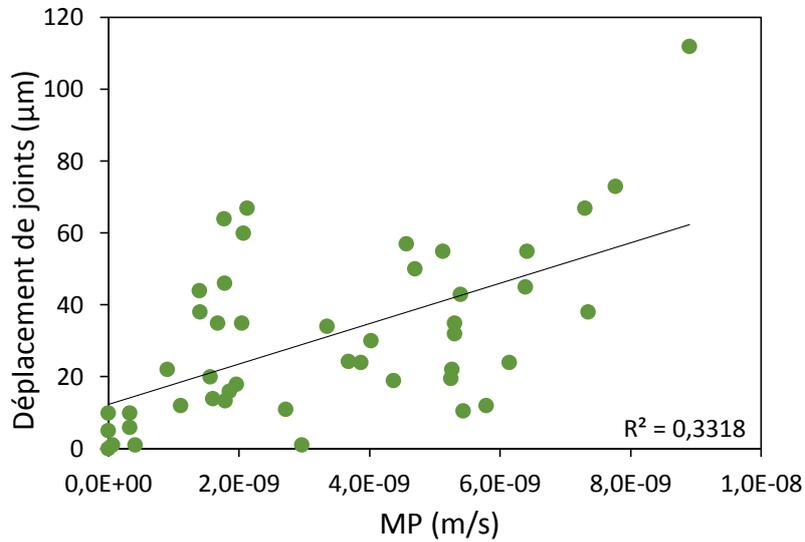


Figure 4.8-2 : Migration des joints en fonction de MP pour l'échantillon S90 étape 1 montrant une courbe de tendance linéaire

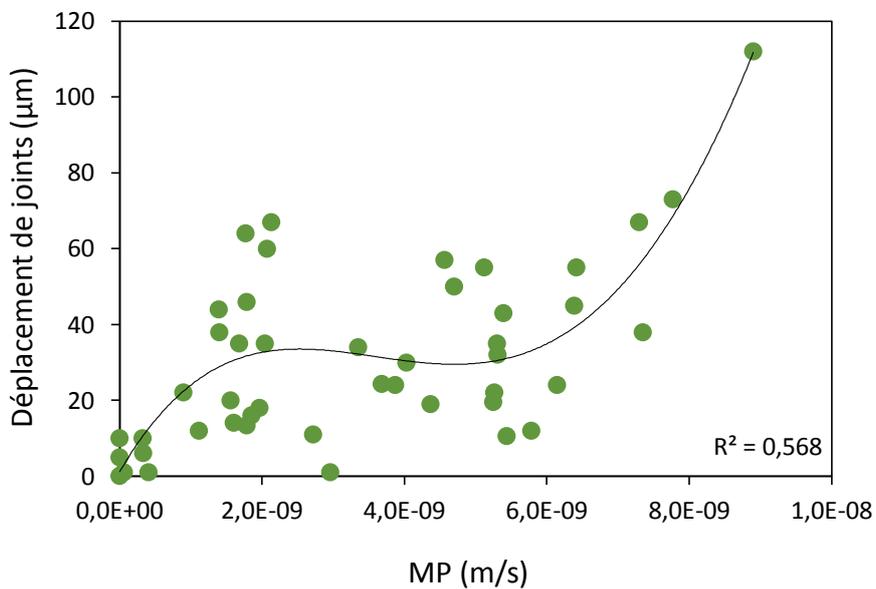


Figure 4.8-3 : Migration des joints en fonction de MP pour l'échantillon S90 étape 1 montrant une courbe de tendance polynomiale d'ordre 4

La comparaison des deux échantillons représentés sur la même figure montre que l'échantillon S90 a des valeurs de MP plus grandes (Figure 4.8-4). Ce qui est expliqué par des valeurs d'énergies de courbure plus importante (grains plus petits) qui a une grande influence

sur P. Ces valeurs de P importantes sont capables de provoquer des migrations de joint plus fortes pour l'échantillon S90.

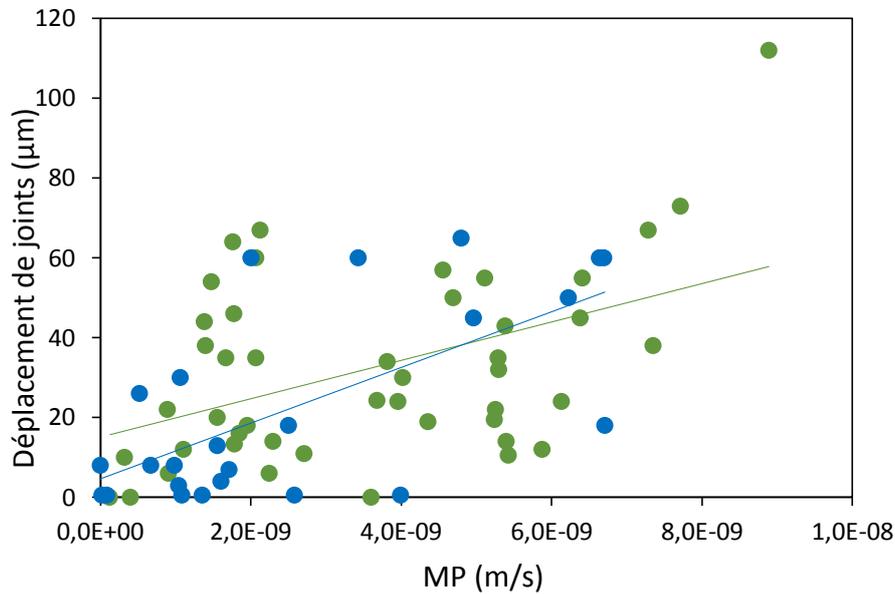


Figure 4.8-4 : Migration des joints en fonction de MP pour les deux échantillons

Avec le calcul de M à partir de $\langle\langle V \rangle\rangle$ et de $\langle\langle P \rangle\rangle$ tels que définis, on peut également de tracer $\langle V \rangle$ en fonction de MP, au lieu de $D(t)$. Ce qui est identique en dispersion des points puisque $\langle V \rangle = D(t)/t$ pour tous les joints et t (temps de recuit) étant commun (voir Figure 4.8-5 et 4.8-6).

Cela vérifie d'une part que les estimations simples de M_0 et Q utilisés ne sont pas déraisonnables et cela montre d'autre part que 6 des 27 joints ont une vitesse moyenne plutôt supérieure à la vitesse théorique (pour l'échantillon S85). Pour aller au-delà dans l'analyse de cette figure, il faudrait disposer de la loi $D(t)$ donnant le déplacement en fonction du temps que nous n'avons pas pu extraire de nos séries de micrographies. Néanmoins au vu des résultats de ce travail, cette détermination expérimentale ne semble pas impossible avec un protocole très affiné et cela constitue une des perspectives ouvertes.

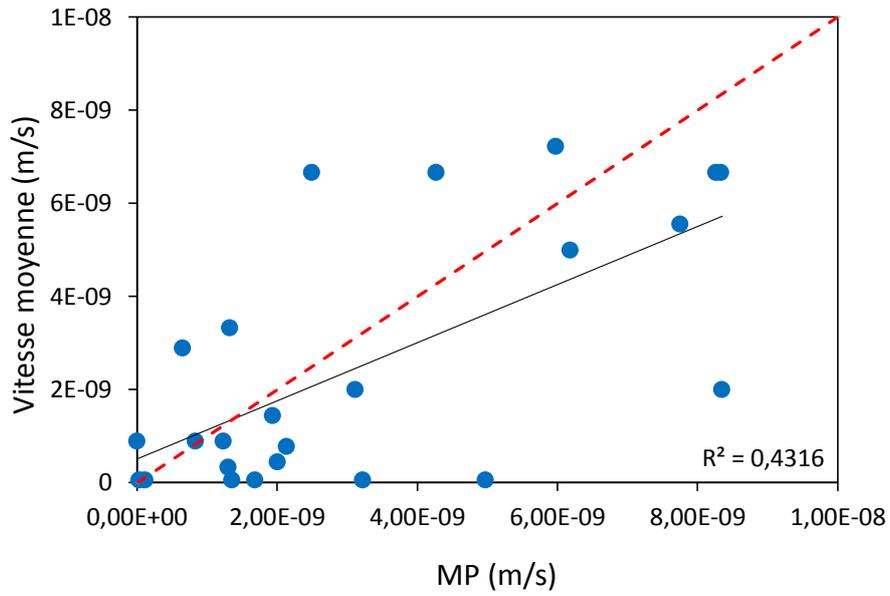


Figure 4.8-5 : graphique de la vitesse moyenne calculée (D/t) en fonction de la vitesse théorique (MP) pour l'échantillon S85.

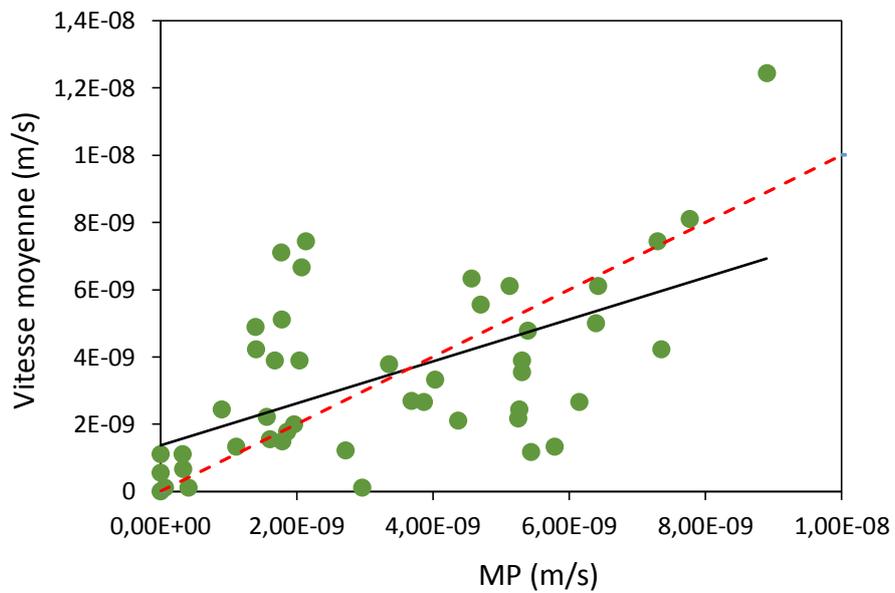


Figure 4.8-6 : graphique de la vitesse moyenne calculée (D/t) en fonction de la vitesse théorique (MP) pour l'échantillon S90

Conclusion partielle

Nous avons fait une analyse statistique et quantitative de la migration des joints de grains dans l'aluminium de haute pureté. Le traitement des cartographies EBSD permet de recueillir les données nécessaires permettant d'évaluer l'énergie de courbure d'environ 80 joints dans 2 types d'échantillons (« gros » et « petits » grains). L'énergie stockée par les dislocations dans chacun des grains à 3 pour cent de déformation plastique a été évaluée à l'aide d'un modèle de plasticité cristalline assez largement utilisé et validé. Le diagramme de migration proposé permet de montrer la dépendance de la migration des joints à l'énergie stockée à partir de ces 2 contributions. Ce diagramme permet de montrer que les résultats des densités de dislocations obtenues par le modèle sont assez pertinents pour évaluer la migration des grains. La prise en considération de la dissymétrie du rôle du terme lié aux gradients de densités de dislocations près des joints a conduit à proposer une loi de mobilité modifiée pour les joints se déplaçant du grain de plus forte densité vers celui à plus faible densité de dislocations. Le diagramme de migration a été fait également pour l'échantillon S90 à petits grains, pour lequel l'effet de courbure des joints domine l'effet de la déformation, qui montre que les énergies plus élevées entraînent des déplacements plus importants. On a vérifié également, grâce à quelques observations en profondeur, que la gravure thermique, inévitable lors d'un recuit, réduisait, sans la supprimer totalement, la migration des joints de grains en surface alors que celle-ci est plus importante en profondeur. Cette gravure thermique devrait être prise en compte dans la loi de mobilité, mais une étude reste à faire pour déterminer la forme à donner à cette dépendance d'autant plus forte que la mobilité a peu d'énergie disponible. L'aspect des faciès de surface au niveau des gravures de joints laisse penser que du glissement aux joints participe également au processus global de mise en mouvement des joints, par exemple en aidant au désencrage de la gravure. Ceci est un élément de perspective. On a vérifié également que les jonctions triples ayant un état d'équilibre thermodynamique plus ou moins stable ne participent pas ou très peu au processus de migration des joints de grains. L'AFM a été utilisée pour évaluer la gravure des joints de grains et des points triples. Les cas d'anomalies de migration de joints ont été analysés en détail et certains ont pu être expliqués dans le cadre de la loi de mobilité. À 400 μm de profondeur, on a observé plus de joints rectilignes qu'en surface.

Chapitre5 : Conclusion générale

5 Conclusion et perspectives

5.1 Conclusion

Dans ce travail de thèse essentiellement expérimentale sur l'aluminium très pur, nous avons examiné quelques caractéristiques essentielles de la migration de joints de grains à partir du mécanisme de SIBM. Nous avons étudié les principales forces contribuant à la migration des joints et différents facteurs entraînant le blocage ou le retardement de la migration des joints étudiés. Nous avons travaillé sur deux échantillons dont le premier (échantillon S85) a été laminé à 85 % puis recuit à 400°C et le second (échantillon S90) a été laminé à 90% puis recuit à 350°C.

Le premier échantillon (S85), comportant des grains de taille de 500µm, a une microstructure avec deux familles d'orientation $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$. Le deuxième échantillon (S90), comportant des grains de l'ordre de 150µm, a une texture avec des grains orientés de manière plus dispersée entre directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, sans orientations proches d'un axe $\langle 111 \rangle$. Ces deux états de la microstructure constituent l'étape préliminaire au mécanisme de SIBM.

La déformation plastique de 3% appliquée aux deux échantillons révèle de l'émergence de glissement pour l'échantillon S85 avec des glissements simples pour les grains d'orientation proche de $\langle 100 \rangle$, tandis qu'il n'y a pas eu d'émergence observée de glissement pour l'échantillon S90. Ces différences de comportement peuvent provenir à la fois de la différence de taille de grains (grains plus gros pour l'échantillon S85) et de la texture de l'échantillon S90. Les images AFM effectuées sur quelques grains de l'échantillon S85 montrent que les grains d'orientation $\langle 111 \rangle$ sont les plus écrouis, et sont donc destinés à être réduits en taille ou à disparaître. La densité de dislocation dans chacun ne pouvant être exprimée expérimentalement a été estimée par un modèle de plasticité cristalline. Les résultats de ce modèle vont dans le même sens des observations qualitatives au MEB et à l'AFM de l'état déformé. Cependant, le modèle ne prend pas en compte l'hétérogénéité de la déformation qui peut exister dans les grains.

Le recuit in situ nous a permis de suivre la croissance des grains et de visualiser la fin de la migration des joints de grains. On a proposé un diagramme de migration nous permettant

de relier le déplacement des joints de grains en fonction des énergies de courbure et l'énergie stockée par la déformation. Ce diagramme a été fait pour les deux échantillons, S85 et S90. Nous notons que l'échantillon S85 présente une énergie de déformation (E_D) plus élevée que l'échantillon S90 en raison d'une différence significative des deux familles d'orientation du S85. Cependant l'énergie de courbure est plus élevée pour l'échantillon S90. Celle-ci est expliquée par une plus petite taille de grains qui donne des rayons de courbure plus petite.

On a montré que pour les joints de grains ayant des énergies E_D négatives, seule l'énergie de courbure doit être prise en compte. La plupart des cas particuliers c'est-à-dire les joints de grains à faible migration ou joints de grains immobiles ont été expliqués. Nous avons confirmé que la gravure thermique en surface a une influence de freinage sur la migration des joints de grains, qui mérite d'être prise en compte, mais la formulation de cet effet est difficile. Des cartographies en AFM montrent que pour certains joints de grains le déplacement ne se fait pas toujours de manière constante. Les joints se déplacent par saccades et sont gravés pas à pas à la surface au cours du recuit. On a montré que la gravure thermique réduit la migration des joints de grains sans pouvoir la bloquer complètement, car elle progresse sous la surface. La partie la moins gravée d'un même joint se déplace en surface plus facilement que la partie la plus gravée. Une analyse AFM plus systématique de ce phénomène de gravure semble pouvoir conduire à une description de cet effet inévitable.

Quelques jonctions triples ont été analysées en AFM. Les images 3D montrent une différence de hauteur entre les grains après le recuit. Nous avons montré que ces différences de hauteur ne viennent pas de l'état déformé, mais apparaissent plutôt après le recuit de croissance des grains. Ces marches abruptes, assez différentes des faciès de gravure généralement observés laissent penser qu'il peut s'agir d'un glissement aux joints qui se produirait au début du recuit avant que le mouvement du joint ait commencé ce dont la gravure subie atteste. Ce glissement aux joints, s'il est confirmé, pourrait être un mécanisme aidant le désencrage du joint de la forte gravure initiale et sa contribution à la loi de mobilité serait également à prendre en compte.

Une analyse de la stabilité des jonctions triples montre que ces derniers sont stables pour un angle de 120° si les trois joints en présence ont la même énergie. Les points triples stables dans ce cas (angle 120°) bloquent la migration des joints de grains même si les conditions d'énergies (valeur de P) sont a priori favorables à une mobilité. Mais l'équilibre global est complexe à formuler, car on a aussi observé que certaines jonctions peuvent approcher une

position d'équilibre angulaire au prix d'une augmentation de courbure de l'un ou plusieurs des joints constitutifs.

On a analysé (post mortem) la microstructure à une profondeur de 200 μm et de 400 μm tout en prenant le soin de repérer les grains initialement analysés. La superposition des cartographies en profondeur avec la surface montre qu'en profondeur on a une mobilité de joints légèrement plus importante. Ceci confirme que la gravure en surface entrave la migration des joints en surface. Sur la micrographie EBSD obtenue à 400 μm de profondeur, on a de nombreux rayons de courbure quasi nuls, bien plus qu'en surface, et les jonctions triples ne sont pas à l'équilibre. L'équilibre des joints de grains à cœur de l'échantillon est-elle guidée par un mécanisme plus complexe ? D'autres termes interviennent-ils dans la loi de mobilité que les principaux étudiés ici et les contributions additionnelles suggérées ? C'est probable compte tenu de la complexité de ces défauts surfaciques. Avant d'en revenir aux caractéristiques individuelles des joints de grains dont le nombre de combinaisons est prohibitif de toute représentation simple, les éventuelles contraintes internes introduites et non prises en compte dans cette étude, plus importantes à cœur qu'en surface, pourraient peut-être contribuer en premier lieu à ces différences. Mais la détermination suffisamment précise de ces contraintes n'est à portée ni au plan expérimental ni à partir de modèles.

Ce sont des questions qui restent encore sans réponse.

5.2 Perspectives

Nous avons travaillé à une échelle nous permettant de suivre la mobilité d'une assez grande quantité de joints avec des comportements différents. Nous proposons pour la poursuite de ces études de faire une analyse plus fine de l'état déformé au MEB en imagerie. Des cartographies EBSD pourront être faites avec des pas plus petits soit 50nm de l'ordre de la résolution du MEB. Cela permettrait de mettre en évidence des hétérogénéités de la déformation au niveau des grains. Le rôle des joints durs et des joints mous serait plus facile à mettre en évidence dans le polycristal et de déterminer ainsi leur influence dans la déformation intra-granulaire.

Nous recommandons également d'analyser plus finement l'état déformé en AFM, avant recuit et après recuit, les essais in situ n'étant actuellement pas disponibles en températures

élevées. Cela permettrait de bien quantifier les glissements émergents en surface et de mieux comprendre le comportement des joints de grains lors de la déformation. Une analyse plus fine et plus systématique de l'état recuit est également à préconiser en AFM, au voisinage de joints et de jonctions triples dont la faisabilité a été montrée dans ce travail.

Enfin, il serait souhaitable de réaliser des essais in situ de traction et de recuit au MET afin d'observer avec plus de précision la migration des joints, et de caractériser à l'aide du logiciel ASTAR par exemple, l'évolution des microstructures lors des essais et des recuits.

Références bibliographiques

- Arun Babu, K., V. Subramanya Sarma, C.N. Athreya, et K.A. Padmanabhan. 2016. « Experimental verification of grain boundary-sliding controlled steady state superplastic flow in both continually and statically recrystallizing Al alloys ». *Materials Science and Engineering: A* 657 (mars): 185- 96.
- Bacroix, B., et R. Brenner. 2012. « A phenomenological anisotropic description for dislocation storage and recovery processes in fcc crystals ». *Computational Materials Science* 54 (mars): 97- 100.
- Bailey, J. E., et P. B. Hirsch. 1962. « The Recrystallization Process in Some Polycrystalline Metals ». In *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 267:11- 30.
- Bate, Peter, et Bevis Hutchinson. 1997. « A re-evaluation of the mechanism of SIBM ». *Scripta Materialia* 36 (2): 195- 98.
- Beck, Paul A., et Philip R. Sperry. 1950. « Strain Induced Grain Boundary Migration in High Purity Aluminum ». *Journal of Applied Physics* 21 (2). AIP Publishing: 150.
- Blade, JC, PL Morris, GJ Davies, et IL Dillamore. 1975. « Texture and the Properties of Materials ». In *4th Int. Conf. on Texture, on Texture*, Cambridge, Cambridgeshire, 171.
- Bollmann, W. 1970. *Crystal defects and crystalline interfaces*. Springer-V. Berlin.
- Burke, JE. 1949. « Some factors affecting the rate of grain growth in metals ». *Aime Trans* 180: 73- 91.
- Burke, JE, et D Turnbull. 1952. « Recrystallization and grain growth ». *Progress in metal physics* 3.
- Chiron, R, J Fryet, et PV De Lesegno. 1997. « In situ tensile testing machine and sample for a scanning electron microscope ». *US Patent* 5,606,168.
- Demianczuk, DW, et KT Aust. 1975. « Effect of solute and orientation on the mobility of near-coincidence tilt boundaries in high-purity aluminum ». *Acta Metallurgica* 23 (10): 1149- 62.
- Doherty, RD, et F Haessner. 1978. *Recrystallization of metallic materials*. Édité par Frank Haessner. Doherty197 éd. Stuttgart.

- Doherty, RD, et DA Hughes. 1997. « Current issues in recrystallization: a review ». *Materials Science and Engineering : A* 230 (2): 219- 74.
- Driver, JH. 1995. « Effect of crystal orientation on recrystallization ». In 16th International Risø Symposium.
- Ferran, G, G Cizeron, et KT Aust. 1967. « Relations d'orientation dans le cuivre ». *Mem. Scju Rev. Met* 54: 1067.
- Franciosi, P. 1985. « The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals ». *Acta Metallurgica* 33 (9): 1601- 12.
- Franciosi, P, M Berveiller, et A Zaoui. 1980. « Latent hardening in copper and aluminium single crystals ». *Acta Metallurgica* 28 (3): 279- 83.
- Franciosi, P., L.T. Le, G. Monnet, C. Kahloun, et M.-H. Chavanne. 2015. « Investigation of slip system activity in iron at room temperature by SEM and AFM in-situ tensile and compression tests of iron single crystals ». *International Journal of Plasticity* 65 (février): 226- 49.
- Fridman, EM, CV Kopesky, et LS Shvindlerman. 1975. « Effects of Orientation and Concentration Factors on Migration of Individual Grain Boundaries in Aluminum ». *Zeitschrift fur Metallkunde* 66 (9): 533- 39.
- Gleiter(b), H. 1970. « Observations suggesting a transformation in the structure of high-angle grain boundaries in lead ». *Z Metallkunde* 61 (4): 282- 87.
- Gleiter, H. 1969. « Theory of grain boundary migration rate ». *Acta Metallurgica* 17 (7): 853- 62.
- Godfrey, A, DJ Jensen, et N Hansen. 2001. « Recrystallisation of channel die deformed single crystals of typical rolling orientations ». *Acta materialia* 49 (12): 2429- 40.
- Gottstein(b), G., et L.S. Shvindlerman. 1998. « Triple Junction Dragging and Von Neumann-Mullins Relation ». *Scripta Materialia* 38 (10): 1541- 47.
- Gottstein, G, et H Mecking. 1985. « Recrystallization. Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis », 183- 218.
- Gottstein, G, et LS Shvindlerman. 1999. « Grain boundary migration in metals. CRC Series in Materials Science and Technology ».
- Gottstein, G., et L.S. Shvindlerman. 1992. « On the true dependence of grain boundary

- migration rate on driving force ». *Scripta Metallurgica et Materialia* 27 (11): 1521 - 26.
- Haessner, F, et S Hofmann. 1978. « Migration of high angle grain boundaries ». Riederer Verlag GmbH 1: 63- 95.
- Hasson, G., J.-Y. Boos, I. Herbeuval, M. Biscondi, et C. Goux. 1972. « Theoretical and experimental determinations of grain boundary structures and energies: Correlation with various experimental results ». *Surface Science* 31: 115- 37.
- Higginson, R, et P Bate. 1999. « Substructure drag effects and recrystallization textures in aluminium ». *Acta Materialia* 47 (4): 1079- 90.
- Hillert, M. 1965. « On the theory of normal and abnormal grain growth ». *Acta Metallurgica* 13 (3): 227- 38.
- Hjelen, J., R. Ørsund, et E. Nes. 1991. « On the origin of recrystallization textures in aluminium ». *Acta Metallurgica et Materialia* 39 (7): 1377- 1404.
- Hornstra(b), J. 1960. « Models of grain boundaries in the diamond lattice ». *Physica* 26 (3): 198- 208.
- Hornstra, J. 1959. « Models of grain boundaries in the diamond lattice I. Tilt about I 10 ». *Physica* 25 (1-6): 409- 22.
- Huang(a), Y., et F.J. Humphreys. 2012. « The effect of solutes on grain boundary mobility during recrystallization and grain growth in some single-phase aluminium alloys ». *Materials Chemistry and Physics* 132 (1): 166- 74.
- Huang, Y, et F J Humphreys. 2000. « Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminum crystals of orientation $\{110\}\langle 001\rangle$ ». 48: 2017- 30.
- Huang, Y., et F.J. Humphreys. 1999. « Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase aluminium alloy ». *Acta Materialia* 47 (7): 2259- 68.
- Humphreys, F., et M. Hatherly. 2004. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Édité par Elsevier. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Oxford.
- Humphreys, FJ, et JW Martin. 1968. « The effect of dispersed phases upon the annealing behaviour of plastically deformed copper crystals ». *Philosophical Magazine* 17 (146): 365- 403.
- Hutchinson, B, S Jonsson, et L Ryde. 1989. « On the kinetics of recrystallisation in cold worked metals ». *Scripta metallurgica* 23 (3): 671- 76.

- Ivanov, Konstantin V., et Evgeny V. Naydenkin. 2012. « Grain boundary sliding in ultrafine grained aluminum under tension at room temperature ». *Scripta Materialia* 66 (8): 511- 14.
- Julliard, Franck. 2001. « Etude des mécanismes de recristallisation dans l'Invar, alliage Fe-36%Ni ». Université Paris Sud, Orsay.
- LENS, Arnaud. 2004. « Mobilité des joints de grains dans les alliages Al-Mn et Al-Fe-Si ».
- Liebmann, B, K Lucke, et G Masing. 1956. « Untersuchungen uber die orientierungsabhängigkeit der wachstumsgeschwindigkeit bei der primären rekristallisation von aluminum-einkristallen ». *Zeitschrift fur Metallkunde* 47 (2): 57- 63.
- May, M., et F. Erdmann-Jesnizer. 1959. « Z ». *Z METALLK* 50: 434.
- Michalak, JT, et HW Paxton. 1961. « Some recovery characteristics of zone-melted iron ». *Transactions of the Metallurgical Society of Aime* 221 (4): 850- 57.
- Mohamed, G, et B Bacroix. 2000. « Role of stored energy in static recrystallization of cold rolled copper single and multicrystals ». *Acta materialia* 48 (13): 3295- 3302.
- Moussa, C, M Bernacki, R Besnard, et N Bozzolo. 2015. « About Quantitative EBSD Analysis of Deformation and Recovery Substructures in Pure Tantalum ». *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 89 (1). IOP Publishing: 012038.
- Mullins, W.W. 1958. « The effect of thermal grooving on grain boundary motion ». *Acta Metallurgica* 6 (6): 414- 27.
- Murr, LE. 1975. *Interfacial phenomena in metals and alloys*. United States: Addison-Wesley Publishing Company.
- Neumann, J von. 1952. « Metal interfaces ». American Society for Metals, Cleveland, 108.
- Olmsted, David L., Stephen M. Foiles, et Elizabeth A. Holm. 2009. « Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals: I. Grain boundary energy ». *Acta Materialia* 57 (13): 3694- 3703.
- Olmsted, David L., Elizabeth A. Holm, et Stephen M. Foiles. 2009. « Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals—II: Grain boundary mobility ». *Acta Materialia* 57 (13): 3704- 13.
- Priester, L. 2011. *Joints de grains et plasticité cristalline*. Lavoisier. Paris.
- Rabkin, E., L. Klinger, et V. Semenov. 2000. « Grain boundary grooving at the singular

- surfaces ». *Acta Materialia* 48 (7): 1533- 40.
- Rath, BB, et H Hu. 1972. « The Nature and Behavior of Grain Boundaries ». éd. H. Hu, Plenum Press, New York.
- Read, W. T. 1953. *Dislocations in crystals*. McGraw-Hill.
- Read, W. T., et W. Shockley. 1950. « Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries ». *Physical Review* 78 (3): 275- 89.
- Rutter, JW, et KT Aust. 1965. « Migration of < 100 > tilt grain boundaries in high purity lead ». *Acta Metallurgica* 13 (3): 181- 86.
- Schmid, E., et W. Boas. 1935. *Kristallplastizität*. Berlin, Heidelberg.
- Schmidt, C., M. W. Finnis, F. Ernst, et V. Vitek. 2009. « Theoretical and experimental investigations of structures and energies of $\Sigma = 3$, [112] tilt grain boundaries in copper ». *Philosophical Magazine A* 77 (5): 1161- 84.
- Schwartz, D., P.D. Bristowe, et V. Vitek. 1988. « Dislocation structure and energy of high angle [001] twist boundaries: A computer simulation study ». *Acta Metallurgica* 36 (3): 675- 87.
- Schwartz, D., V. Vitek, et A. P. Sutton. 1985. « Atomic structure of (001) twist boundaries in f.c.c metals Structural unit model ». *Philosophical Magazine A* 51 (4): 499- 520.
- Shimokawa, T, T Kinari, et S Shintaku. 2007. « Interaction mechanism between edge dislocations and asymmetrical tilt grain boundaries investigated via quasicontinuum simulations ». *Physical Review B* 75 (14): 1441.
- Sutton, AP, et RW Balluffi. 1995. *Interfaces in crystalline materials*. Édité par Oxford University Press. Oxford.
- Tabourot, L., M. Fivel, et E. Rauch. 1997. « Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals ». *Materials Science and Engineering: A* 234-236: 639- 42.
- Taylor, GI. 1934. « The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. » In *Proceedings of the Royal Society of London*.
- Theyssier, M.C, et J.H Driver. 1999. « Recrystallization nucleation mechanism along boundaries in hot deformed Al bicrystals ». *Materials Science and Engineering: A* 272 (1): 73- 82.
- Tschopp, M. A., et D. L. McDowell. 2007. « Asymmetric tilt grain boundary structure and energy in copper and aluminium ». *Philosophical Magazine* 87 (25). Taylor & Francis

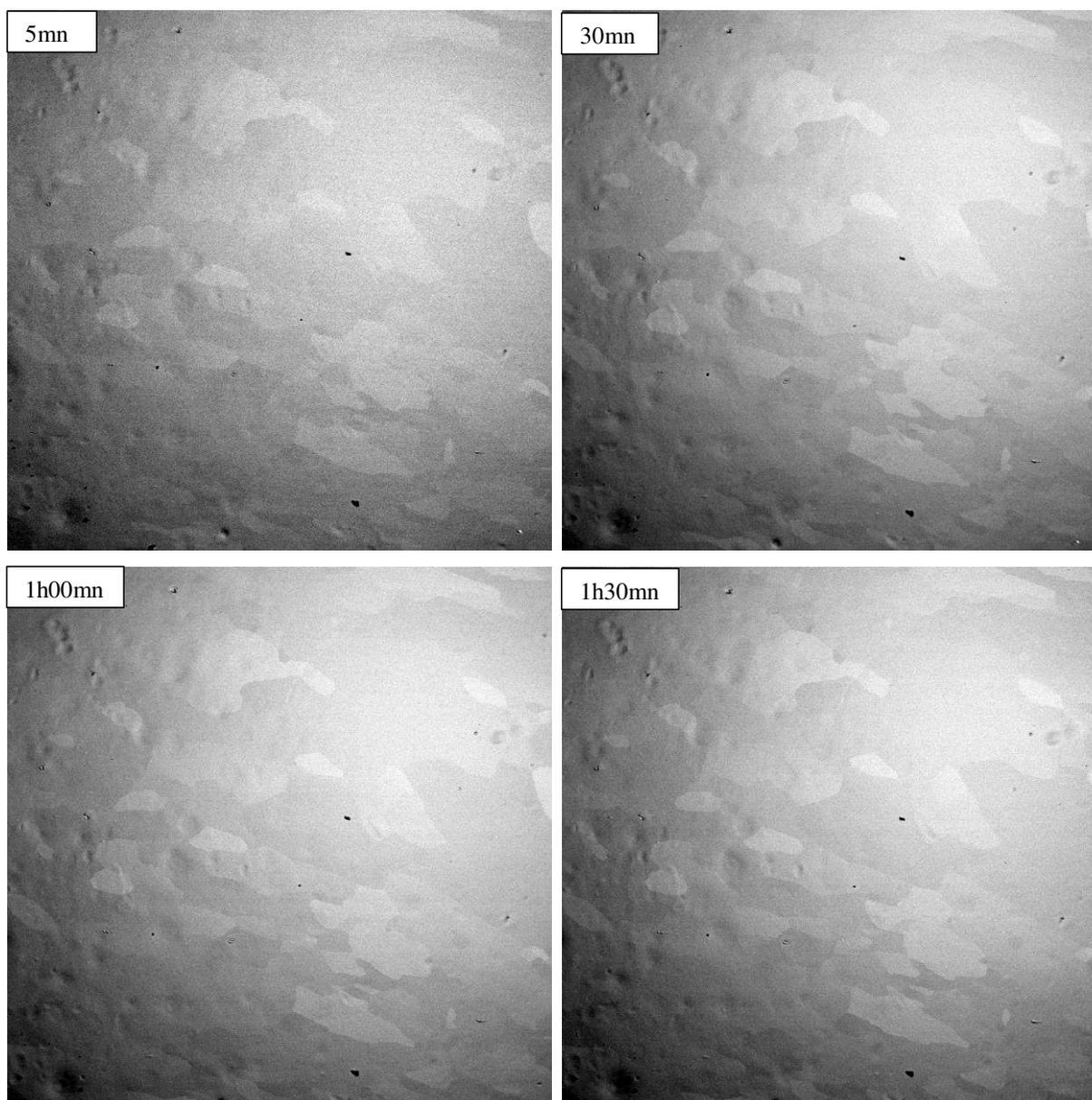
Group: 3871 - 92.

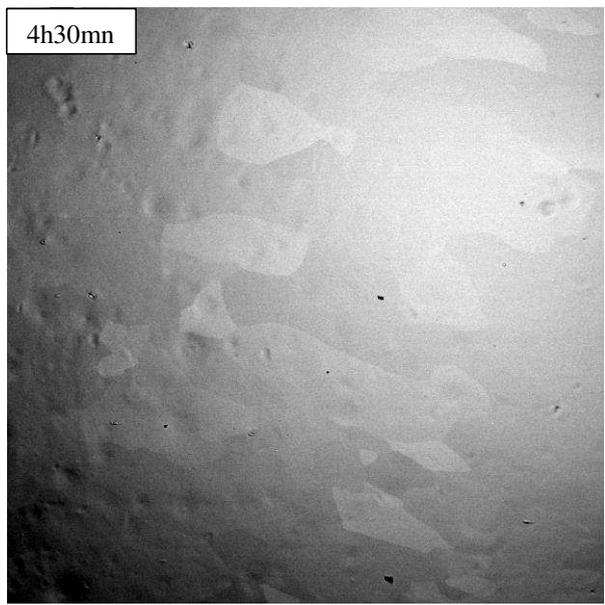
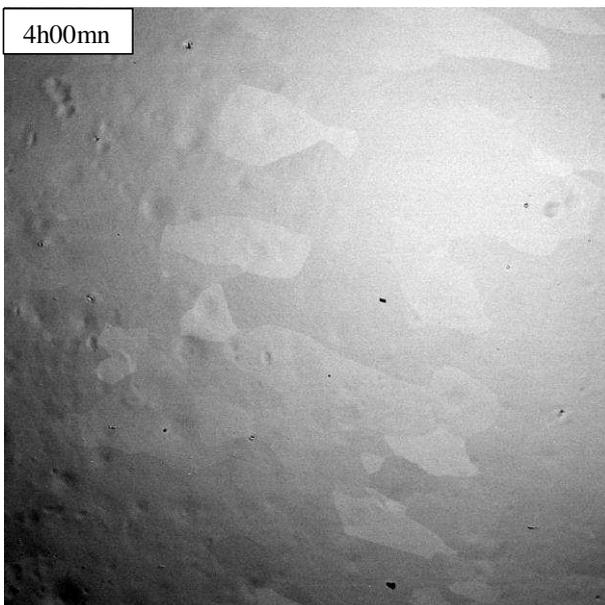
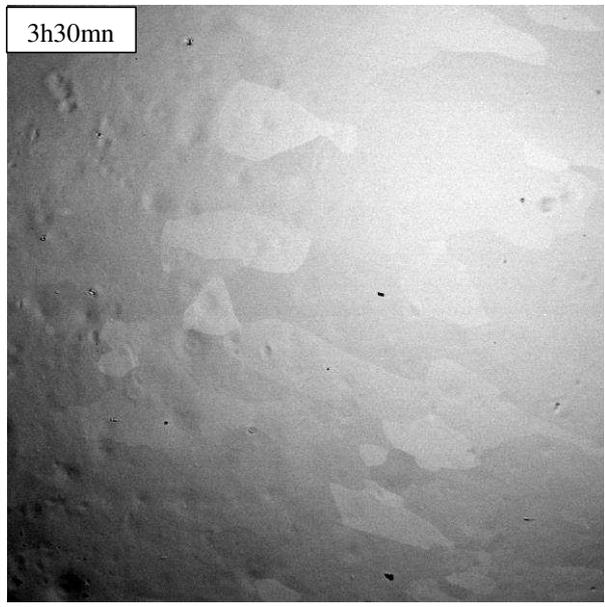
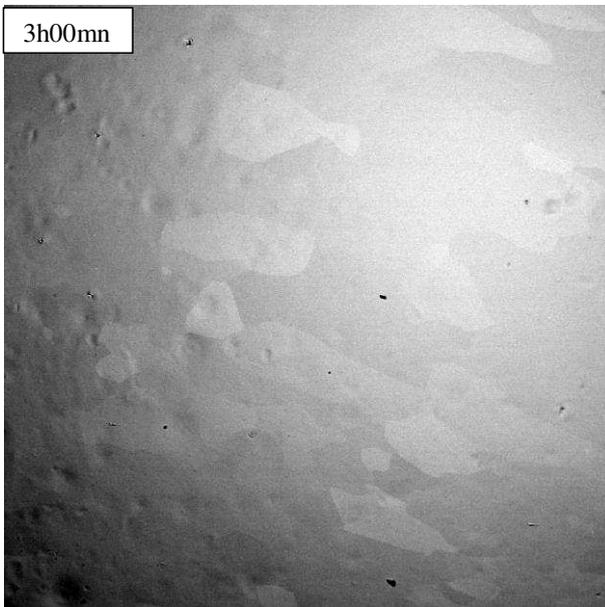
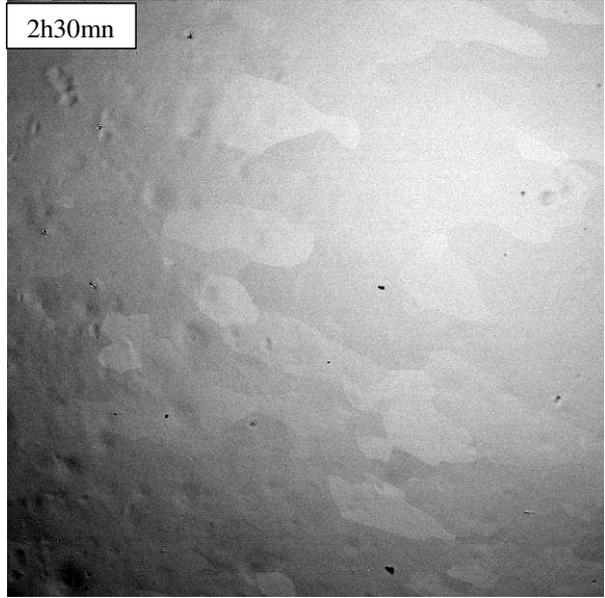
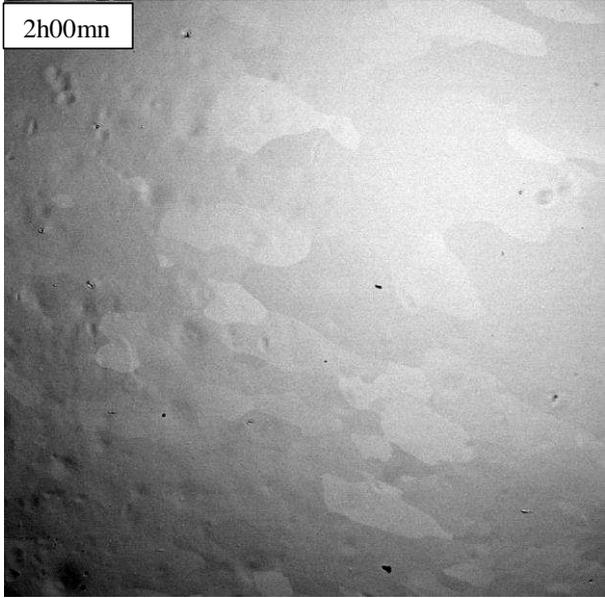
- Upmanyu, M., D.J. Srolovitz, L.S. Shvindlerman, et G. Gottstein. 1999. « Misorientation dependence of intrinsic grain boundary mobility: simulation and experiment ». *Acta Materialia* 47 (14): 3901 - 14.
- Viswanathan, R, et CL Bauer. 1973. « Kinetics of grain boundary migration in copper bicrystals with rotation axes ». *Acta Metallurgica* 21 (8): 1099- 1109.
- Wagner, F., A. Ouarem, C.F. Gu, N. Allain-Bonasso, et L.S. Toth. 2014. « A new method to determine plastic deformation at the grain scale ». *Materials Characterization* 92: 106- 17.
- Wolf(b), D. 1998. « Structure-energy correlation for grain boundaries in f.c.c. metals—II. Boundaries on the (110) and (113) planes ». *Acta Metallurgica* 37 (10): 2823- 33.
- Wolf(c), D. 1990. « Structure-energy correlation for grain boundaries in FCC metals—III. Symmetrical tilt boundaries ». *Acta Metallurgica et Materialia* 38 (5): 781 - 90.
- Wolf(e), D. 1989. « Structure-energy correlation for grain boundaries in F.C.C. metals—I. Boundaries on the (111) and (100) planes ». *Acta Metallurgica* 37 (7): 1983 - 93.
- Yang, C.-C, A.D Rollett, et W.W Mullins. 2001. « Measuring relative grain boundary energies and mobilities in an aluminum foil from triple junction geometry ». *Scripta Materialia* 44 (12): 2735 - 40.

Annexes A

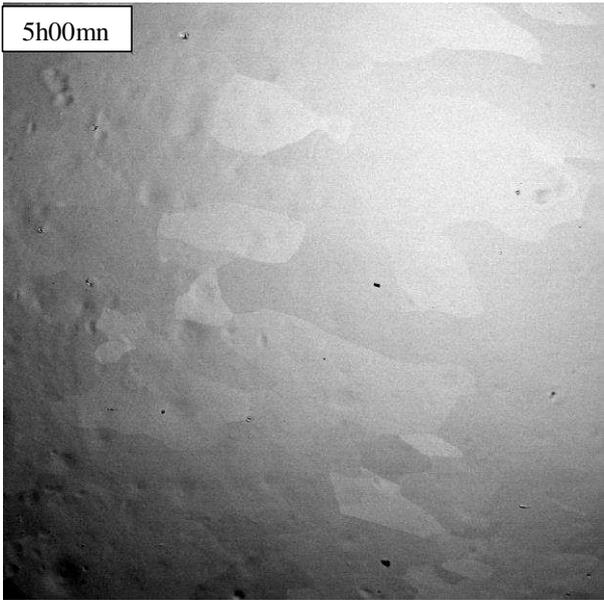
Annexe A1

Cet annexe A1 présente 11 images prises à des temps différents lors du recuit in situ dans le MEB de l'échantillon S85 étape 1. Les images montrent l'évolution de la croissance de grains pour un temps de recuit de 5h. On rappelle que la température de recuit est de 400°C pour cet échantillon.





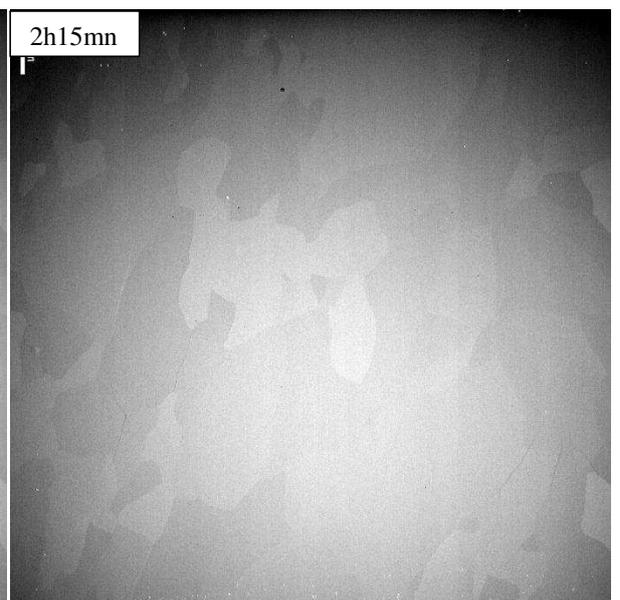
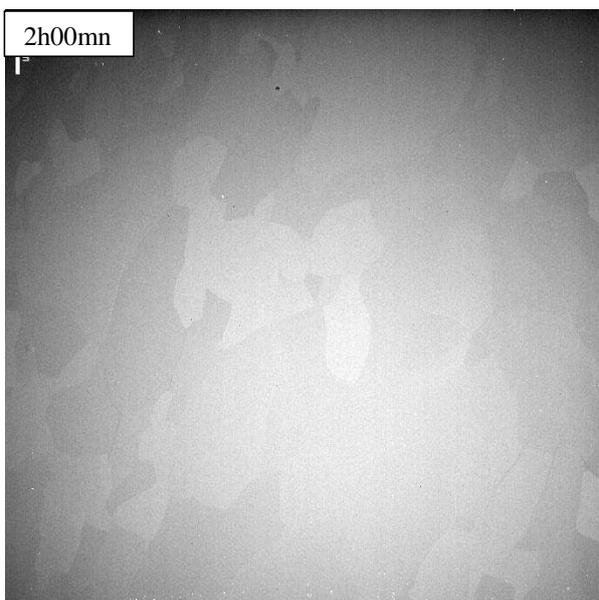
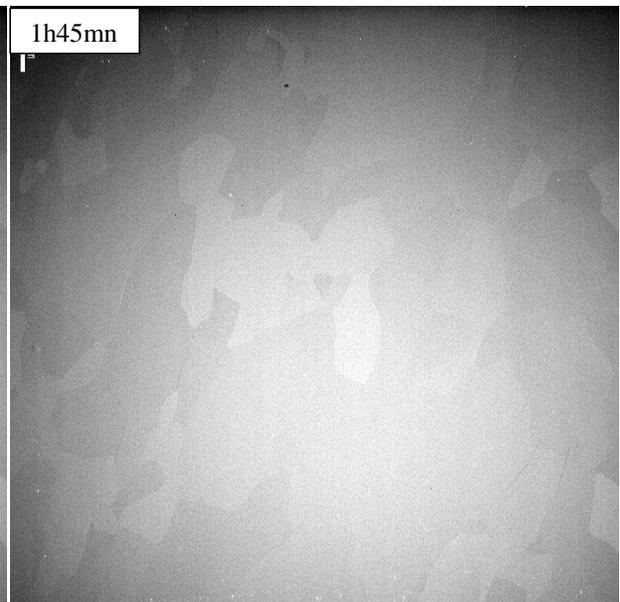
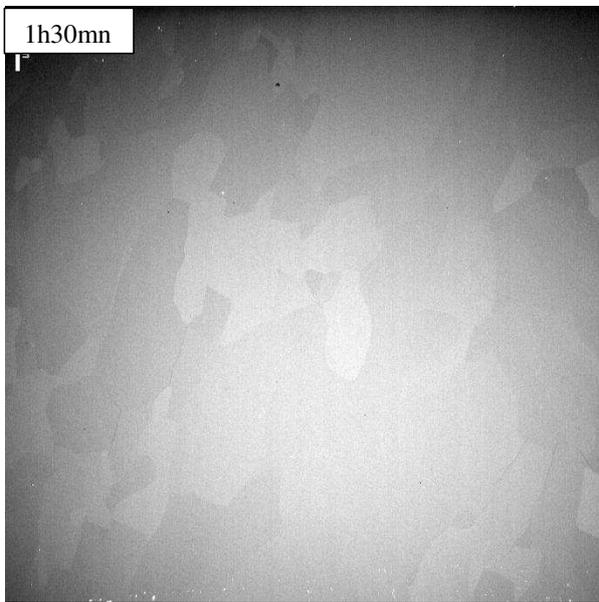
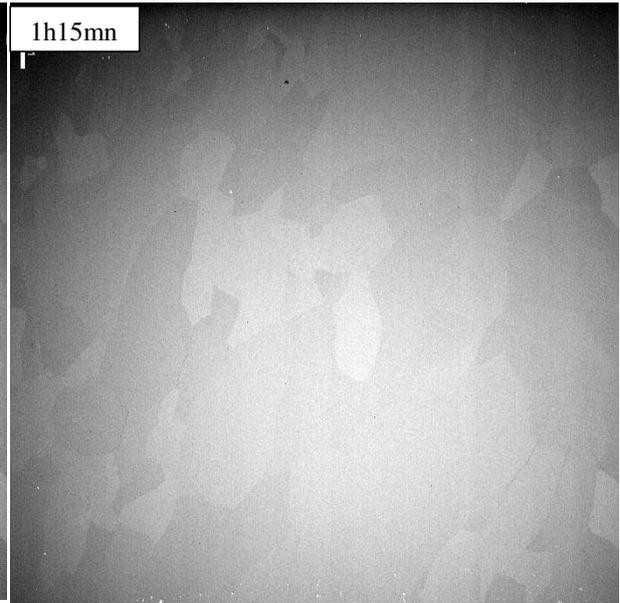
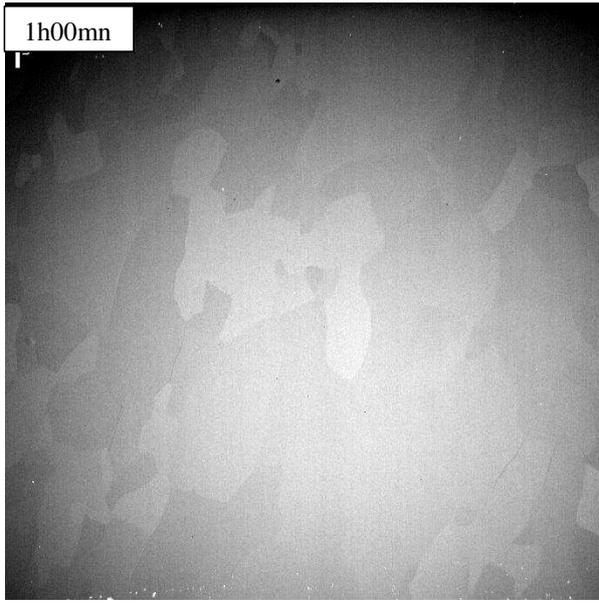
5h00mn

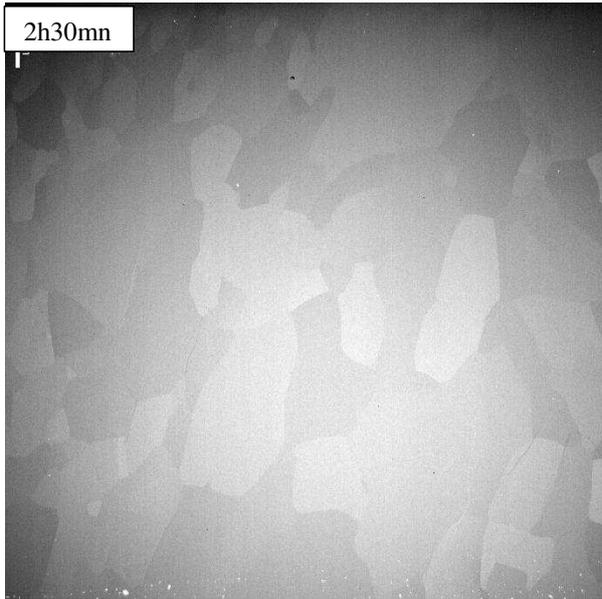


Annexe A2

Cet annexe A2 présente également 11 images prises à des temps différents lors du recuit in situ dans le MEB de l'échantillon S85 étape 2. Des migrations de joints ont été observées pour un temps de recuit de 5h. La température est toujours de 400°C pour cet échantillon S85 étape 2.

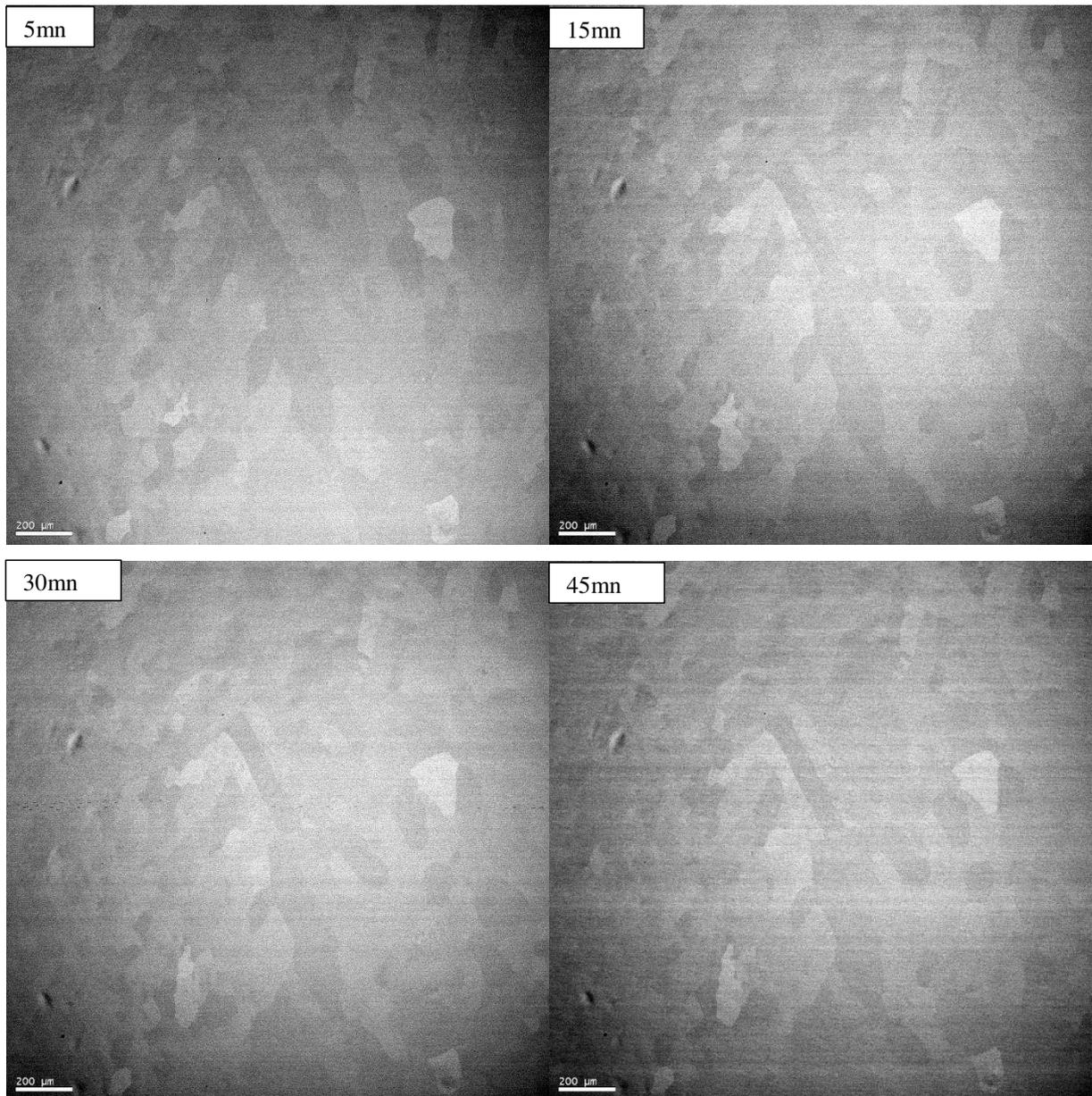


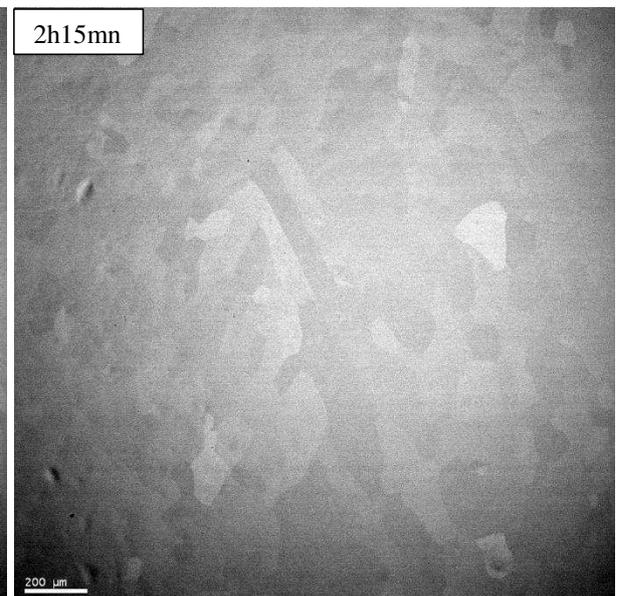
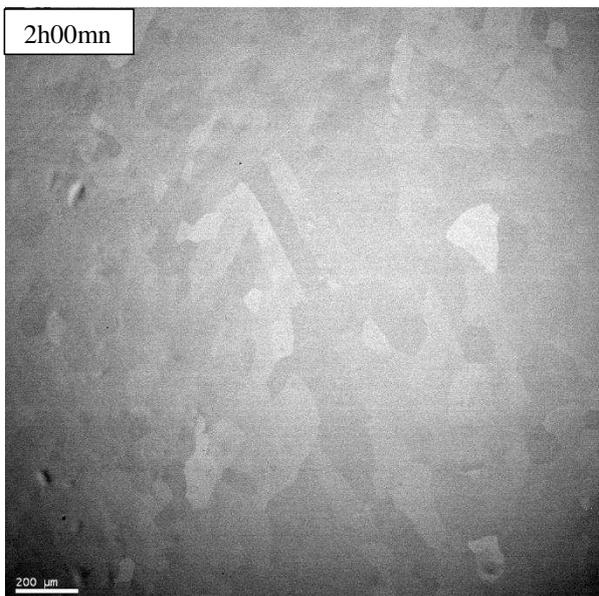
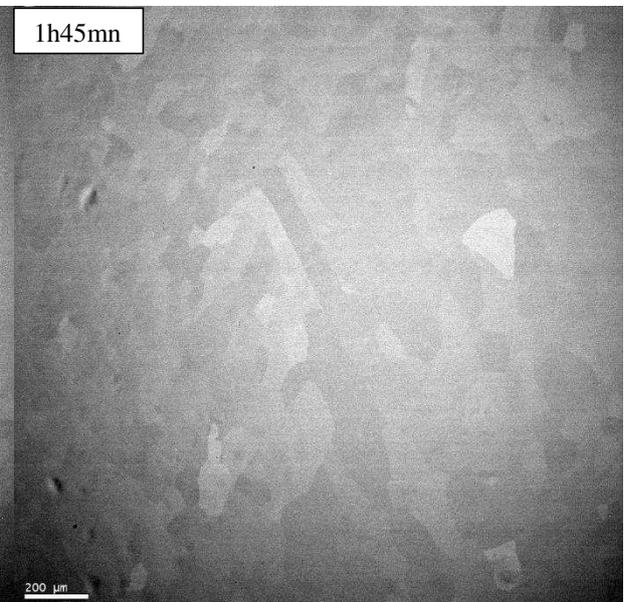
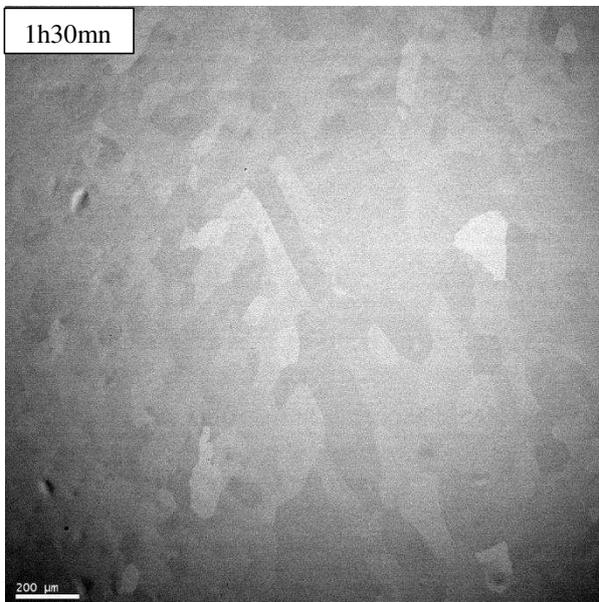
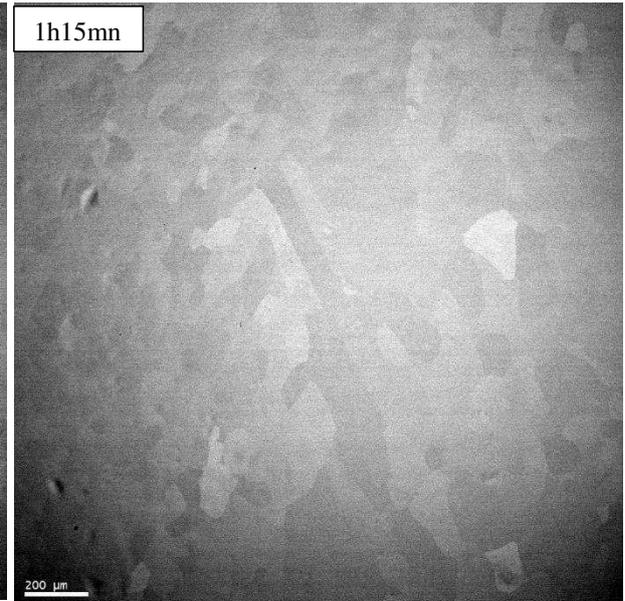
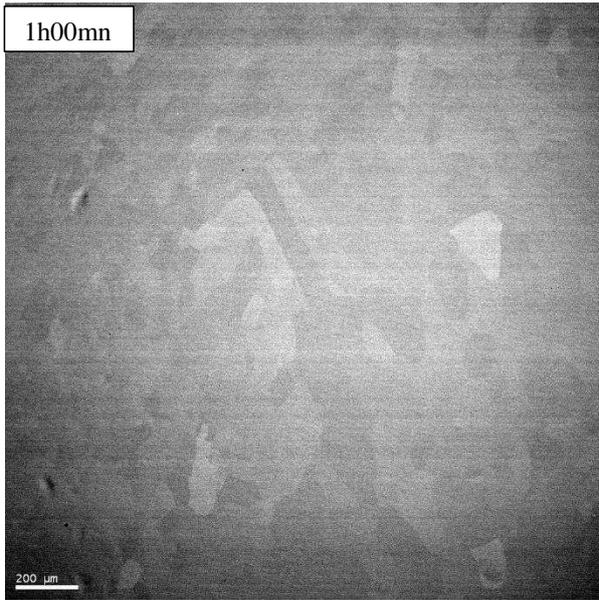


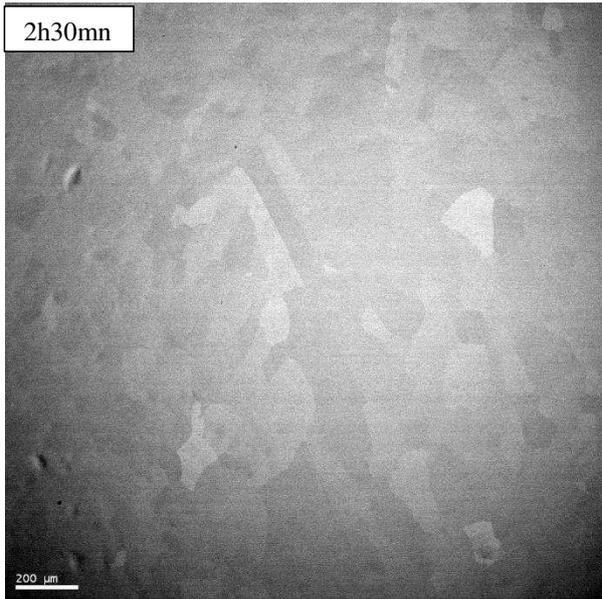


Annexe A3

Cet annexe A3 montre 11 images prises à des temps différents lors du recuit in situ dans le MEB de l'échantillon S90. Des migrations de joints ont été observées pour un temps de recuit de 5h. La température de recuit est de 350°C pour cet échantillon S90.







Annexes B

L'annexe B présente les différents tableaux des résultats pour les échantillons S85 étape 2 et S90.

Tableau complet des résultats de l'échantillon S85 étape 2 donnant les facteurs de Schmidt, les densités de dislocations et les différences d'énergies stockées pour les grains étudiés.

	Systèmes de glissements actifs	facteur de Schmidt associés aux systèmes actifs				Densité de dislocations (ρ)	Différence d'énergie stockée (E_ρ)
G1	C3 D4 B2 D1	0,47	0,42	0,43	0,39	$2,69.10^{12}$	$2,80.10^3$
G2	C3 D4 B2 D1	0,48	0,44	0,42	0,38	$2,54.10^{12}$	$2,65.10^3$
G3	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,35	0,32	$2,25.10^{12}$	$2,34.10^3$
G4	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,37	0,34	$2,26.10^{12}$	$2,36.10^3$
G5	C3 D4 B2 D1	0,49	0,46	0,38	0,34	$2,33.10^{12}$	$2,43.10^3$
G6	C3 D4 B2 D1	0,50	0,48	0,28	0,27	$2,27.10^{12}$	$2,37.10^3$
G7	C3 D4 B2 D1	0,50	0,48	0,32	0,31	$2,30.10^{12}$	$2,39.10^3$
G8	C3 D4 B2 D1	0,50	0,48	0,35	0,34	$2,36.10^{12}$	$2,46.10^3$
G9	C3 D4 B2 D1	0,50	0,46	0,37	0,34	$2,31.10^{12}$	$2,41.10^3$
G10	C3 D4 B2 D1	0,48	0,44	0,41	0,36	$2,51.10^{12}$	$2,62.10^3$
G11	C3 D4 B2 D1	0,49	0,48	0,35	0,34	$2,38.10^{12}$	$2,48.10^3$
G12	C3 C1 B4 D6	0,41	0,39	0,23	0,23	$2,94.10^{12}$	$3,07.10^3$
G13	A2 C5 D1 D6	0,46	0,39	0,36	0,29	$2,19.10^{12}$	$2,29.10^3$
G14	B4 A6 C3 C5	0,44	0,44	0,44	0,43	$2,55.10^{12}$	$2,66.10^3$
G15	A2 A3 C5 B5	0,33	0,32	0,26	0,24	$3,67.10^{12}$	$3,83.10^3$
G16	A3 A2 B5 B2	0,33	0,31	0,29	0,26	$3,26.10^{12}$	$3,40.10^3$
G17	C3 C1 D6 A6	0,30	0,29	0,27	0,26	$3,45.10^{12}$	$3,59.10^3$
G18	C3 C1 D6 D1	0,28	0,28	0,27	0,27	$3,38.10^{12}$	$3,53.10^3$
G19	D6 D1 C3 C1	0,39	0,34	0,30	0,24	$2,94.10^{12}$	$3,07.10^3$
G20	C3 B2 C5 B5	0,33	0,31	0,30	0,27	$2,20.10^{12}$	$2,30.10^3$
G21	D6 D1 C3 C1	0,37	0,33	0,30	0,24	$3,05.10^{12}$	$3,18.10^3$
G22	C3 D6 C1 D1	0,31	0,31	0,29	0,28	$4,32.10^{12}$	$4,50.10^3$
G23	D6 D1 C3 C1	0,33	0,31	0,28	0,25	$3,17.10^{12}$	$3,30.10^3$
G24	D6 D1 C3 C1	0,36	0,32	0,31	0,26	$2,92.10^{12}$	$3,04.10^3$

G25	D6 D1 A3 C3	0,31	0,31	0,26	0,25	$3,69 \cdot 10^{12}$	$3,84 \cdot 10^3$
G26	A3 B5 A2 B2	0,32	0,31	0,29	0,28	$5,07 \cdot 10^{12}$	$5,28 \cdot 10^3$
G27	D1 D6 A3 A6	0,31	0,31	0,27	0,25	$4,16 \cdot 10^{12}$	$4,34 \cdot 10^3$
G28	A3 A6 D1 D6	0,29	0,29	0,28	0,27	$2,82 \cdot 10^{12}$	$2,94 \cdot 10^3$
G29	D6 D1 C3 A3	0,34	0,34	0,25	0,24	$2,93 \cdot 10^{12}$	$3,05 \cdot 10^3$
G30	C3 C1 D6 A6	0,34	0,33	0,25	0,24	$3,91 \cdot 10^{12}$	$4,07 \cdot 10^3$
G31	D6 D1 C3 C1	0,36	0,33	0,30	0,25	$2,95 \cdot 10^{12}$	$3,07 \cdot 10^3$
G32	B2 C3 B5 C5	0,34	0,33	0,29	0,28	$2,51 \cdot 10^{12}$	$2,61 \cdot 10^3$
G33	D6 D1 C3 C1	0,32	0,30	0,29	0,27	$3,53 \cdot 10^{12}$	$3,68 \cdot 10^3$
G34	B2 B5 C3 A3	0,36	0,36	0,24	0,23	$2,53 \cdot 10^{12}$	$2,64 \cdot 10^3$
G35	D4 D1 A3 C5	0,45	0,38	0,31	0,24	$2,10 \cdot 10^{12}$	$2,19 \cdot 10^3$
G36	C3 C5 B2 A2	0,31	0,31	0,26	0,25	$2,72 \cdot 10^{12}$	$2,83 \cdot 10^3$
G37	C3 C1 D6 D1	0,36	0,34	0,27	0,23	$4,08 \cdot 10^{12}$	$4,26 \cdot 10^3$
G38	B2 B5 C3 C5	0,32	0,31	0,27	0,25	$3,33 \cdot 10^{12}$	$3,47 \cdot 10^3$
G39	D6 D1 C3 C1	0,35	0,33	0,27	0,23	$3,09 \cdot 10^{12}$	$3,22 \cdot 10^3$
G40	D1 D6 A3 A6	0,30	0,30	0,27	0,26	$3,71 \cdot 10^{12}$	$3,87 \cdot 10^3$
G41	B2 B5 C3 A3	0,35	0,34	0,26	0,22	$2,90 \cdot 10^{12}$	$3,03 \cdot 10^3$
G42	A3 A2 B5 B2	0,29	0,28	0,27	0,27	$3,01 \cdot 10^{12}$	$3,14 \cdot 10^3$

Tableau des résultats de l'échantillon S85 étape 2 donnant la désorientation (θ), la migration des joints (L) et les différentes énergies des joints de grains étudiés.

	$E_{\Delta\rho}$ (J/m ³)	θ	L (μm)	R (m)	E_c (J/m ³)	P (J/m ³)
J_{9,33}	1272	56	36	$-2,30.10^{-4}$	-2817	4089
J_{4,18}	1168	46	60	$3,39.10^{-4}$	1912	-743
J_{4,42}	776	45	60	$1,25.10^{-4}$	5184	-4408
J_{5,43}	927	55	35	$-1,50.10^{-4}$	-4320	5247
J_{28,30}	-1131	10	8	$4,30.10^{-4}$	1413	-2544
J_{2,17}	942	59	7	$2,50.10^{-4}$	2592	-1650
J_{2,22}	1848	57	1	$3,17.10^{-4}$	2044	-196
J_{19,22}	1430	9	3	$1,10.10^{-3}$	534	896
J_{36,9}	427	50	17	$-6,41.10^{-4}$	-1011	1437
J_{16,17}	193	4	1	$6,87.10^{-4}$	584	-391
J_{1,15}	1020	60	65	$1,97.10^{-4}$	3289	-2269
J_{2,41}	376	51	60	$1,15.10^{-4}$	5635	-5258
J_{30,38}	607	11	1	$9,25.10^{-4}$	673	-66
J_{9,32}	206	44	1	$6,41.10^{-4}$	1011	-805
J_{9,34}	233	43	8	$-6,46.10^{-4}$	-1003	1236
J_{5,29}	626	46	45	$1,69.10^{-4}$	3834	-3208
J_{5,30}	1645	53	18	$2,49.10^{-4}$	2602	-958
J_{9,30}	1665	55	50	$1,65.10^{-4}$	3927	-2262
J_{6,23}	938	39	4	$1,28.10^{-3}$	506	432
J_{27,40}	-473	7,6	30	$1,62.10^{-4}$	3399	-3872
J_{10,31}	454	43	1	$2,07.10^{-4}$	3130	-2676
J_{23,24}	266	5,5	1	$6,88.10^{-4}$	692	-426
J_{6,24}	672	35	13	$8,93.10^{-4}$	726	-54
J_{1,2}	-155	13	8	$1,00.10^{-3}$	642	-797
J_{8,5}	-32	7	26	$-2,41.10^{-4}$	-2216	2184
J_{30,39}	-849	12,5	18	$9,65.10^{-5}$	6616	-7465
J_{39,10}	-603	47	60	$3,60.10^{-5}$	1800	-2403

Tableau des résultats de l'échantillon S90 donnant la désorientation (θ), la migration des joints (L) et les différentes énergies des joints de grains étudiés.

	$E_{\Delta\rho}$ (J/m ³)	θ	L (μm)	R (m)	E_c (J/m ³)	P (J/m ³)
J _{104,105}	-317	5	1	0,000195	2439	2122
J _{100,101}	-74	6	6	0,000082	6356	6283
J _{113,112}	666	8	14	0,000056	10547	11213
J _{97,68}	131	9	6	0,000075	8219	8350
J _{72,73}	-35	10	1	0,000058	10985	10950
J _{106,110}	-271	11	34	0,000064	10208	9937
J _{97,67}	170	12	5	-0,000062	-10732	-10562
J _{80,81}	131	13	24,3	0,000075	8982	9113
J _{106,107}	-44	13	38	0,000037	18207	18163
J _{68,81}	350	13	24	0,000073	9228	9579
J _{2,9}	390	13,5	35	0,000149	4547	4937
J _{109,112}	485	14	12	0,000051	13303	13788
J _{76,77}	206	15	73	0,000038	17895	18101
J _{104,110}	-476	15	24	0,000048	14316	13840
J _{41,47}	-307	17,5	22	0,000325	2092	1785
J _{42,49}	-624	20	57	0,000064	10625	10001
J _{2,10}	-269	27	54	0,000198	3443	3174
J _{3,10}	-255	35	67	0,000040	17000	16745
J _{11,10}	-407	36	18	0,000149	4571	4164
J _{19,26}	101	40	67	0,000140	4857	4958
J _{54,52}	318	41	50	0,000064	10625	10943
J _{62,61}	443	41	20	0,000213	3192	3635
J _{34,28}	332	43	22	0,000057	11930	12262
J _{114,116}	466	43,6	44	0,000245	2776	3241
J _{76,86}	981	44	30	0,000081	8395	9376
J _{31,26}	454	45	46	0,000184	3696	4150
J _{28,29}	313	46	19	0,000069	9855	10168
J _{70,71}	928	46	64	0,000213	3192	4121

J _{13,7}	-240	47	12	0,000263	2588	2348
J _{13,6}	-369	47	10	0,000900	756	387
J _{62,63}	171	48	38	0,000220	3091	3262
J _{13,12}	-79	49,5	14	0,000054	12593	12513
J _{12,11}	90	50	10	-0,000295	-2305	-2215
J _{13,14}	-56	50	43	0,000054	12562	12507
J _{34,33}	302	50	19,5	0,000057	11930	12232
J _{39,26}	382	50	35	0,000193	3523	3905
J _{39,47}	242	50	36	-0,000193	-3523	-3282
J _{62,73}	113	51	11	0,000110	6210	6323
J _{103,105}	-667	52	32	0,000055	12364	11697
J _{115,116}	731	52	112	0,000034	20000	20731
J _{15,21}	74	53	10,5	0,000054	12593	12666
J _{60,69}	417	53	35	0,000057	11930	12347
J _{3,6}	-227	54	55	0,000057	11930	11703
J _{48,47}	166	54	55	0,000046	14783	14949
J _{64,65}	411	54	45	0,000047	14468	14879
J _{41,40}	624	55	16	0,000184	3696	4320
J _{60,72}	209	57	13,4	0,000172	3953	4163
J _{3,5}	-328	59	60	0,000141	4823	4495
J _{116,117}	265	60	1	0,001000	680	945

Annexe C

Annexe D

Calcul des paramètres M_0 et Q

Le facteur pré-exponentiel M_0 et l'énergie d'activation Q sont calculés à partir de l'Équation 1.1-5 ; $V = MP$. Les résultats des échantillons S85 et S90 (les déplacements de joints, les énergies calculées ...) ont été utilisés pour déterminer ces deux paramètres propre à notre matériau.

La vitesse (\bar{V}) est obtenue en divisant le déplacement de joint moyen (\bar{D}) par le temps total du recuit. On calcule un P moyen (\bar{P}) à partir des énergies stockées précédemment calculées.

$$M = M_0 \cdot \exp(-Q/RT) = \bar{V}/\bar{P}$$

$$\ln M_0 - Q/RT = \ln(\bar{V}/\bar{P})$$

On trace $\ln(\bar{V}/\bar{P}) = f(1/T)$

Avec $T = 673\text{K}$ pour l'échantillon S85 et 623K pour l'échantillon S90

$-Q/R$ est la pente de la droite et $\ln M_0$ est l'ordonnée à l'origine.

La Figure D1 ainsi que le tableau D1 ci-dessous présentent les résultats obtenus.

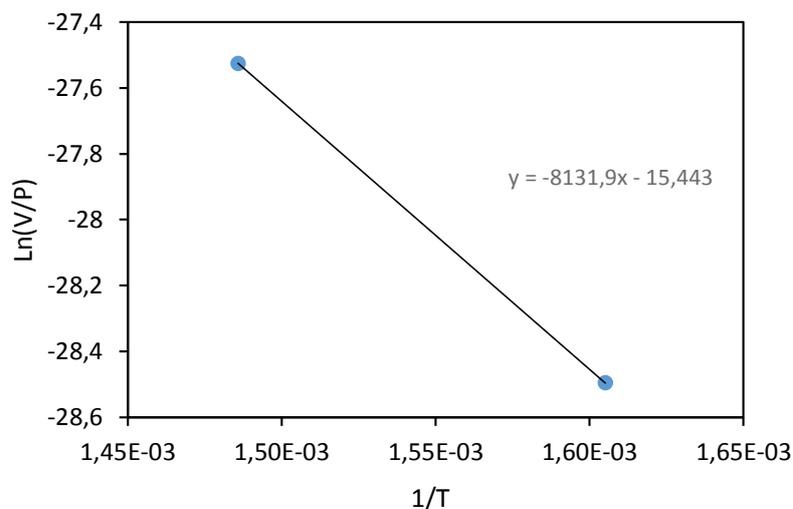


Figure D1 : graphique de $\ln(\bar{V}/\bar{P})$ en fonction de $1/T$

	\bar{D} (μm)	t (s)	\bar{V} (m/s)	\bar{P} (J/m^3)	T (K)	Mo (M^4 $/\text{J}\cdot\text{s}$)	Q (kJ/mol)
S85	30,10	9000	$3.84 \cdot 10^{-9}$	3005	673	$2 \cdot 10^{-7}$	67.5
S90	34,57	9000	$3.34 \cdot 10^{-9}$	9120	623		

Tableau D1 : Tableau des résultats menant au calcul de Mo et de Q

Résumé :

Depuis des décennies, le rôle joué par les joints de grains dans le comportement plastique des matériaux cristallins interroge mécaniciens, métallurgistes, spécialistes des matériaux. Après les avancées décisives de la plasticité individuelle des cristaux et de leur comportement collectif au sein d'agrégats, les effets complexes des interfaces sur le comportement effectif constituent l'enjeu restant à maîtriser. Car si les joints peuvent aussi bien être sites d'endommagement que réseau de consolidation dans une structure polycristalline, ils contribuent toujours fortement aux propriétés macroscopiques de cette dernière. Le travail réalisé est une contribution à l'étude du comportement des joints lors de traitements thermomécaniques induisant leur mobilité. On parle de migration.

Nous avons étudié les caractéristiques essentielles de la migration de joints de grains à partir du mécanisme de SIBM (croissance de grains sans germination après faible déformation plastique). La migration des joints de grains sous recuit après déformation a été suivie in situ en MEB. Les évolutions microstructurales sont analysées en MEB et en AFM. Les principales forces et caractéristiques contribuant à la migration des joints sont étudiées. Pour les forces, un diagramme de migration reliant le déplacement des joints à l'énergie de courbure et à l'énergie stockée par déformation plastique a permis d'évaluer la pertinence de l'expression usuelle de la force motrice de migration et d'en discuter de possibles ajustements. Pour les caractéristiques, nous avons confirmé l'effet de surface de la gravure thermique et celui plus intrinsèque des jonctions triples sur la mobilité des joints de grains.

Abstract :

For many decades, the role of grain boundaries in the plastic behavior of crystalline materials questions engineers, metallurgists, materials scientists. After the decisive progress in plasticity of individual crystals and for their collective behavior in aggregates, the complex effects of boundaries on the actual behavior are the remaining challenge to master. If boundaries can as well be considered as damage sites as strengthening network in a polycrystalline structure, they always contribute greatly to the macroscopic properties of the latter. This work is a contribution to the study of the behavior of boundaries during thermomechanical treatments inducing mobility. We talk about migration.

We studied the essential characteristics of the migration of grain boundaries from SIBM mechanism (Strain Induced Boundary Migration). The migration of grain boundaries under annealing after deformation was monitored in situ SEM. Microstructural changes are analyzed by SEM and AFM. The main strengths and characteristics contributing to the boundary migration are studied. For strengths, a migration diagram linking the displacements of grain boundaries to the curvature energy and the stored energy from plastic deformation allowed to assessing of the relevance of the usual expression for the migration driving force and to discussing possible adjustments. For characteristics, we confirmed the surface effect of the thermal grooving and the more intrinsic one of triple junctions on the mobility of grain boundaries.