

Université Paris 13–École doctorale Galilée (ED 146)
« LSPM-CNRS (UPR3407) »

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE PARIS 13

Spécialité : « Sciences des Matériaux »

présentée et soutenue publiquement

par

Easeng SIV

le 08 juillet 2019

Titre :

Étude expérimentale mésoscopique de la migration des interfaces dans le cuivre polycristallin

Composition du JURY :

Dr. Stéphane BERBENNI, Directeur de recherche, Université Lorraine (France), Rapporteur

Dr. Alexandre DIMANOV, Chargé de recherche, HDR, CNRS, LMS (France), Rapporteur

Dr. Jacek TARASIUK, Professeur, Université AGH (Pologne), Examineur

Dr. Riad BADJI, Directeur de recherche, CTIRI (Algérie), Examineur

Dr. Danièle CHAUBET, Maître de conférences, Université Paris 13 (France), Examinatrice

Dr. Brigitte BACROIX, Directrice de recherche, CNRS, Université Paris 13 (France), Directrice de thèse

Dr. Charlie KAHLOUN, Maître de conférences, HDR, Université Paris 13 (France), Co-encadrant

Dr. Sylvain QUEYREAU, Maître de conférences, Université Paris 13 (France), Co-encadrant

Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué au sein du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM) de l'université Paris 13.

Je tiens tout d'abord à remercier infiniment le Dr. Brigitte BACROIX, ma directrice de thèse pour m'avoir accueilli et m'avoir accepté pour réaliser cette thèse. Merci pour sa sympathie, sa disponibilité, ses précieuses idées et conseils durant les années de thèse ; merci également pour ses deux programmes précieux d'analyses de textures de laminage et de textures de fibres.

De même, j'aimerais particulièrement adresser mes remerciements à mes deux encadrants, les Drs. Charlie KAHLOUN et Sylvain QUEYREAU, qui ont dirigés et encadrés ce travail de thèse. Merci pour leurs sympathies, leurs patiences, leurs disponibilités, leurs idées et leurs précieux conseils pendant les années de thèse.

Je tiens à remercier également les membres de mon jury, en particulier les Drs. Stéphane BERBENNI et Alexandre DIMANOV pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Merci pareillement aux Drs. Jacek TARASIUK, Riad BADJI et Danièle CHAUBET pour avoir examiné ce travail.

Je tiens à remercier ensuite l'ancien directeur et l'actuel directeur du laboratoire de LSPM, le Professeur Khaled HASSOUNI et le Dr. Dominique VREL, pour m'avoir accueilli au LSPM afin de réaliser cette thèse : merci également pour leurs aides concernant les démarches administratifs.

Je souhaite exprimer tous mes remerciements à l'ancien directeur adjoint du laboratoire LSPM, le Dr. Patrick FRANCIOSI, pour son soutien vis à vis des démarches administratives, et ses précieux conseils scientifiques durant les années de thèse.

Je tiens à remercier également le professeur Ioan R. IONESCU et Dr. Yann CHARLES, pour leurs aides et leurs précieux conseils.

Mes remerciements vont au Prof. Guy DIRRAS et au Dr. Brigitte BACROIX pour m'avoir permis de postuler sur un contrat CDD de 6 mois comme ingénieur en caractérisation des matériaux dans le cadre du projet PALOMA, ce qui m'a permis de finaliser ma thèse.

Je voudrais remercier également le Prof. Khay CHHOR et sa femme pour leurs sympathies, et merci pour leur soutien moral et leurs encouragements durant ma thèse.

Mercie beaucoup à l'ensemble des ingénieurs et techniciens pour leurs aides et les conseils durant les années de thèse : Dr. Ovidiu BRINZA, M. Thierry CHEVEAU, M. Alexis GRACIA SANCHEZ, Mme. Valérie BOCKELEEE, Mme. Wisline BEUCIA, M. Nicolas FAGNON, Dr. Azziz HOCINI.

Un remerciement à tous les anciens doctorants du LSPM : Romain SAVINA, Tarik SANDAT, Stéphane DUFRENOY, Thiago SANTOS, Bermene BEUCIA, Pauline CANAUD.

Merci à l'équipe d'administrative du laboratoire de LSPM, Mme. Ouafa RAHMANI, Mme. Sandrine OUAZAN, Mme. Nathalie DUROS, Mme. Chrystel REDON pour leurs gentillesse et leurs aides durant ma thèse.

Je tiens à remercier tous les personnels du laboratoire de LSPM pour leur aide durant ma thèse.

Je remercie ensuite le service de coopération et d'action culturelle de l'ambassade de France au Cambodge (par Campus France) qui m'a financé pour que je puisse réaliser ce travail de thèse.

J'aimerais remercier S. H. Dr. Chun Naron HANG, ministre de l'Éducation, de la Jeunesse et des Sports du Cambodge, S. H. Dr. Romny OM, directeur de l'Institut de Technologie du Cambodge (ITC), le Dr. Thavarith CHUNHIENG, directeur adjoint de l'ITC, le prof. Sovanna PAN, chef du département de Génie Industriel et Mécanique (GIM) de l'ITC, et Mme. Vinchothy HANG, chef du bureau des personnels de l'ITC, de m'avoir autorisé à réaliser ce travail ainsi que pour leur aide durant ma thèse.

Un grand remerciement à mon parrain, M. Michel LERAY pour son aide financière, son encouragement et son soutien moral. Je veux également remercier la famille de Mme. Odile HANROT et de M. Etienne ROUSSEL.

Je tiens enfin à exprimer mes remerciements à ma famille, mon père Sok SIV, ma mère Phine SIV, mes sœurs, mon frère, ma belle-sœur, mes beaux-frères, mes nièces et mes neveux pour leurs encouragements et leur soutien moral durant mes années de thèse.

Résumé

Un polycristal est constitué par un agglomérat de monocristaux micrométriques accolés les uns aux autres. L'interface entre deux monocristaux tournés constitue un joint de grains (JdG). Les JdGs jouent un rôle important dans le comportement plastique des matériaux cristallins. Sous certaines conditions de traitement thermique (TT) ou de thermomécanique (TM), les JdGs peuvent migrer et font évoluer profondément les microstructures. Ces phénomènes anciens restent toutefois mal connus et il n'existe pas de modèle quantitatif décrivant la migration. Dans ce contexte, nous avons étudié expérimentalement la migration des JdGs dans deux nuances de cuivre électrolytique de même pureté. L'un livré sous la forme d'une tôle obtenue par le laminage à froid suivi d'un recuit continu à 700°C (que l'on nommera cuivre I), est recristallisé. L'autre, fourni sous forme de cylindre (cuivre II) est partiellement recristallisé. Un traitement thermique initial permet d'obtenir un état de référence puis différents TT et TM sont effectués afin d'étudier la migration des joints.

Nous recherchons les conditions de l'écroûissage critique (croissance de grains lors de recuit sans germination après très faible déformation plastique) afin d'observer la migration induite par déformation (Strain Induced Boundary Migration SIBM). Le déplacement de JdG par ce mécanisme a été observé in-situ sous le MEB. Une technique de mesure combinée EBSD et AFM est utilisée pour suivre de manière quantitative les évolutions microstructurales et évaluer les différentes forces motrices en présence. Le déplacement des JdGs est quantifié précisément grâce aux phénomènes de gravure thermique et l'existence de points fixes dans les clichés EBSD. L'énergie stockée, associée aux microstructures de dislocations dans chaque grain a été estimée par deux méthodes, la mesure de la désorientation locale à l'aide de cartographie de KAM et la simulation par modèle de Taylor relâché incluant un modèle de plasticité cristalline justifié physiquement et incluant une restauration isotrope ou anisotrope. La courbure des JdGs, 2nde force motrice en présence, est évaluée à partir des contours des JdGs expérimentaux. Un diagramme de migration a été tracé en fonction des déplacements de JdGs liant à l'énergie de courbure de JdG et à la différence d'énergie stockée. Il ressort des différences significative avec le comportement du polycristal d'Al, notamment liées à la différence d'énergie de faute d'empilement et l'existence de nombreuses macles. Le joint triple semble fortement influencer le déplacement des JdGs qui a été étudié statistiquement pour le cuivre I à l'aide de donnée EBSD.

Mots clés : Joints de grains, migration de joints de grains, recristallisation, déformation plastique, force motrice à la migration, joints triples, recuit in-situ, SIBM.

Summary

A polycrystal is made up of an agglomerate of micrometric single crystals adjoining each other. The interface between two rotated single crystals forms a grain boundary (GB). GBs play an important role in the plastic behaviour of crystalline materials. Under certain conditions of heat (HT) or thermomechanical (TT) treatments, GBs can migrate and cause microstructures to evolve radically. However, these ancient phenomena remain poorly understood and there is no quantitative model describing migration. In this context, we experimentally studied the migration of GB in two grades of electrolytic copper of the same purity. One is delivered in the form of a sheet obtained by cold rolling followed by continuous annealing at 700°C (called copper I), and is recrystallized. The other, supplied as a cylinder (copper II), is partially recrystallized. An initial heat treatment allows to obtain a reference state then different HT and TM are carried out in order to study the migration of the grains boundaries.

Our interest lies in the conditions of critical strain hardening (grain growth during germination-free annealing after very low plastic deformation) in order to observe strain-induced migration (Strain Induced Boundary Migration SIBM). The displacement of GB by the mechanism was observed in-situ in SEM. A combined EBSD and AFM measurement technique is used to quantitatively monitor microstructural changes and evaluate the different driving forces involved. The displacement of the GB is precisely quantified thanks to the phenomenon of thermal etching and the existence of stationary points in the EBSD pictures. The stored energy, associated with the dislocation microstructures in each grain, was estimated by two methods, the measurement of local disorientation using KAM mapping and the simulation by a relaxed Taylor model including a physically justified crystal plasticity law and accounting for an isotropic or anisotropic restoration. The curvature of GBs, the 2nd driving force involved, is evaluated from the observed contours of GBs. A migration diagram is drawn and represents the displacements of GBs as a function of estimates of the curvature energy of GB and the difference in stored energy. Significant differences with the behavior of Al polycrystals are noted, certainly due to the difference in stacking fault energy and the existence of numerous twins. From our statistical analysis of copper I using EBSD data, triple junctions seem to strongly influence the migration of GBs.

Keywords: Grain boundary, grain boundary migration, recrystallization, plastic deformation, driving force during migration, triple junctions, in-situ annealing, SIBM.

Table des matières

Remerciements	i
Résumé	iii
Summary	v
Table des matières	vii
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Bibliographie.....	5
I Rappel de plasticité cristalline et migration des joints de grains	7
I.1 Plasticité cristalline	7
I.2 Plasticité des polycristaux.....	17
I.3 Joints de grains (JdGs).....	20
I.4 Restauration et Recristallisation	39
I.5 Conclusion	50
Chapitre II : Matériaux, caractérisations microstructurales et mécaniques	51
II Matériaux, caractérisations microstructurales et Mécaniques.....	53
II.1 Préparation des échantillons	53
II.2 Dispositifs d'observation	56
II.3 Dispositifs de traitements thermiques et d'essais mécaniques	59
II.4 Caractérisations Microstructurale et Mécanique des 2 Matériaux.....	62
Chapitre III : Étude globale de la recristallisation pour le cuivre I et le cuivre II.....	73
III Étude globale de la recristallisation pour le cuivre I et le cuivre II.....	75
III.1 Recherche des conditions d'érouissage critique pour le Cuivre I.....	75
III.2 Étude de la recristallisation et de la croissance de grains (Cuivre I)	85
III.3 Étude de la recristallisation du cuivre II	88
III.4 Conclusions.....	95
III.5 Récapitulatif des états analysés.....	96
Chapitre IV : Résultats de l'étude de la migration des joints de grains à l'aide de techniques combinées EBSD et AFM	99
IV Résultats de l'étude de la migration des joints de grains à l'aide de techniques combinées EBSD et AFM	101
IV.1 Migration des joints de grains dans le cuivre I	101
IV.2 Étude de la migration des joints de grains pour le cuivre II	134

IV.3 Conclusion	143
IV.4 Récapitulatif des états analysés.....	143
Chapitre V : Conclusions générales et Perspectives	145
V Conclusions générales et Perspectives	147
V.1 Conclusions générales.....	147
V.2 Perspectives.....	148
Références bibliographiques	149
Annexe II-1 : Dimension de mini-éprouvette et les plans de mors	156
Annexe II-2 : 50 orientations de composantes de texture de laminage.....	161
Annexe II-3 : 90 orientations de composantes principales de textures fibres et fibres maclés <100> et <111> pour le cuivre extrudé.....	162
Annexe III-1 : Analyse de la variante de l'évolution des composantes de texture fibres	164
Annexe IV-1 : Calcul de la différence d'énergie stockée par approche qualitative du critère de Schmid de cuivre I.....	169
Annexe IV-2 : Étude de migration de joints de grains de cuivre II	171

Introduction générale

Les développements technologiques actuels dans de nombreux domaines nécessitent une meilleure compréhension du comportement des matériaux métalliques lors de traitements thermomécaniques de plus en plus complexes afin notamment de pouvoir contrôler et améliorer leurs propriétés mécaniques et physiques et ainsi la durabilité de pièces mécaniques, qu'il s'agisse d'alliages classiques ou de nouveaux alliages, encore mal connus.

Pour les alliages métalliques généralement polycristallins, ces propriétés sont intimement liées à leur microstructure. La loi de Hall et Petch bien connue relie par exemple la limite d'élasticité à la taille de grain moyenne du matériau, via l'expression $\sigma_e = \sigma_0 + k/\sqrt{d}$. De façon plus générale, la microstructure d'un matériau caractérisée par une texture cristallographique (distribution non aléatoire d'orientations cristallines), morphologique (distribution non aléatoire de tailles et formes de grains) ou topologique (répartition non aléatoire des phases dans le cas de matériaux multiphasés) ainsi que par sa population de défauts (dislocations surtout) évolue fortement à toutes les étapes des traitements thermomécaniques subis par ces matériaux lors de leur élaboration et de leur mise en forme.

Cette évolution est notamment très importante lors d'étapes de recuit dans le cadre d'un traitement thermomécanique mettant en jeu différents processus de restauration dits statiques (c'est-à-dire découplés de la déformation), que sont la simple migration de joints de grains ou la recristallisation (germination puis croissance de nouveaux grains). Ces processus vont non seulement faciliter la mise en forme de pièces métalliques mais également en améliorer la qualité métallurgique. Ils peuvent également avoir lieu en cours d'usage, si par exemple, une pièce est soumise à de forts gradients de température par exemple. Cependant, ils sont encore difficiles à modéliser de façon prédictive car ils peuvent dépendre de paramètres très locaux comme par exemple des hétérogénéités de déformation plastique, ou la structure des joints de grains qui dépend non seulement des orientations cristallines de part et d'autre mais qui peut également être affectée par la présence d'impuretés sous forme de solution solide.

Même en l'absence de déformation couplée, les mécanismes de recristallisation statique peuvent être de plusieurs types ; on peut avoir en effet, une simple étape de restauration (diminution de la densité de dislocation sans modification majeure de la microstructure), ou une recristallisation dite primaire (germination et croissance « normale » de nouveaux grains ou migration des joints de grains (JdGs) existants sans germination) puis secondaire (associée à un mécanisme de croissance dite « anormale ») associée à une augmentation de la température de recuit. Ces trois processus différents (migration, recristallisation primaire, recristallisation secondaire) impliquent les deux mécanismes élémentaires qui sont la germination de nouveaux grains et la migration de joints de grains. Ces deux mécanismes sont encore loin d'être bien compris, d'autant plus qu'ils sont généralement couplés et que l'étude de différents paramètres du matériau ou « processus » sur un seul de ces mécanismes est en fait difficile à réaliser.

Nous avons choisi de concentrer notre travail sur l'étude du processus de migration des JdGs. Le matériau retenu est le cuivre polycristallin, qui permet de compléter les analyses déjà réalisées au LSPM sur l'aluminium. Cette migration de JdG peut être activée lors d'une étape de recuit par deux mécanismes différents qui sont (i) la migration induite par la déformation plastique (SIBM en anglais), à la base de la méthode dite d'écrouissage critique développé pour élaborer des matériaux à très gros grains (jusqu'au monocristal) ou (ii) la croissance anormale

de grains après recristallisation primaire. Dans les deux cas, l'état initial du matériau (son degré d'écroutissage, sa microstructure et notamment la répartition des orientations, des désorientations, la population de JdG, ...) et les conditions de recuit sont autant de paramètres qui vont influencer le processus de migration. La vitesse de déplacement d'un joint de grains s'exprime généralement par l'expression $v = M \times P$, où P représente l'ensemble des forces motrices agissant sur le joint de grains et M sa mobilité. Pour un matériau CFC pur, la force motrice globale dépend de la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint, de la courbure et de l'énergie du joint de grains ainsi que de la différence de déformation élastique de part et d'autre du joint. La mobilité de joints de grains dépend quant à elle de l'angle de désorientation et de la structure d'interface.

Dans cette contribution, afin de mieux comprendre la migration des JdG dans des polycristaux de cuivre, nous proposons une technique de mesure combinée EBSD (Electron BackScatter Diffraction) et AFM (Atomic Force Microscopy). Comme la température de recuit dans le MEB est assez limitée, nous choisissons de réaliser cette étude de migration principalement par la méthode d'écroutissage critique. À partir des données de cartographies EBSD, nous pouvons déterminer l'orientation de chaque grain, les angles de désorientation et les courbures caractérisant les joints de grains, ainsi qu'un paramètre caractérisant l'état d'écroutissage local ; ces données peuvent permettre d'évaluer l'ensemble des forces motrices agissant sur les joints de grains mobiles. Elles peuvent également être ensuite utilisées pour prévoir, à l'aide d'un modèle simple d'homogénéisation mécanique, les densités totales de dislocations dans les grains, afin d'évaluer plus quantitativement la force motrice liée à l'énergie stockée de déformation. Les données AFM nous permettent de suivre le déplacement des joints de grains via la gravure thermique et de quantifier la déformation plastique locale afin notamment de valider l'approche de modélisation. Deux nuances de cuivre ont été utilisées dans cette étude :

- 1^{ère} nuance (Cuivre I) : le matériau (cuivre électrolytique) se présente sous forme d'une tôle laminée à froid de 14 mm à 1.43 mm, puis recuite en continu à 700°C. Ce cuivre a été fourni par la société Griset.
- 2^{ème} nuance (Cuivre II) : le matériau (cuivre électrolytique) se présente sous forme de d'un barreau cylindrique partiellement recristallisé, pour lequel les conditions de déformation et de recuit ne sont pas connues.

Ce rapport de thèse est constitué de cinq chapitres :

- **Dans le chapitre I**, nous présentons une synthèse bibliographique sur les concepts théoriques et les résultats expérimentaux concernant la migration des joints de grains. Nous commençons par décrire la théorie de la plasticité cristalline pour les monocristaux et polycristaux CFC. Nous présentons ensuite les théories permettant de décrire les joints de grains puis les principaux facteurs pouvant affecter leur migration. Nous finalisons ce chapitre par une description des mécanismes de migration induite par la déformation plastique (SIBM) et de recristallisation.
- **Dans le chapitre II**, nous présentons les techniques expérimentales et les matériaux utilisés. Nous commençons par décrire la technique de préparation d'échantillons pour les différents modes d'observation, puis le mode de fonctionnement des équipements expérimentaux (Microscope optique (MO), Microscope électronique à Balayage (MEB), Microscope à force atomique (AFM)...). Ce chapitre contient également la caractérisation microstructurale (cartographies EBSD) et mécanique des états initiaux.

- **Dans le chapitre III**, nous cherchons à définir les conditions pour lesquelles nous pouvons obtenir une migration optimale des joints par l'étude globale de la recristallisation. Comme décrit dans le chapitre I, cette migration peut avoir lieu par le mécanisme de SIBM (sans germination), par recristallisation primaire (germination et croissance) ou par recristallisation secondaire (croissance après recristallisation). Le mécanisme de SIBM est a priori à privilégier car plus facile à suivre in-situ, mais il reste à déterminer si la migration dans ce cas est suffisamment importante pour être observée in-situ. Les paramètres optimaux à déterminer sont dans ce cas l'état initial du matériau (état d'écroutissage, texture), le taux de déformation avant recuit, la température et le temps de recuit.
- **Dans le chapitre IV**, nous décrivons l'étude de migration de JdG réalisée pour les deux nuances de cuivre. Comme nous avons mentionné ci-dessus, nous avons utilisé une technique de mesure combinée EBSD et AFM afin de suivre le déplacement du JdG et d'en extraire les données permettant d'évaluer les différentes composantes de la force motrice. Les conditions de migration optimale décrites au chapitre III ont été utilisées pour réaliser une étude de migration in-situ dans le MEB. Pour le cuivre I, nous avons étudié trois traitements différents, constitués chacun d'un recuit initial suivi d'une déformation plastique et d'un recuit final in-situ sous MEB. Les données EBSD et AFM, couplées à des simulations numériques nous ont permis d'évaluer les forces motrices liées à l'énergie stockée et à la courbure des JdGs, pour un nombre important de joints de grains différents (au total plus de 300). L'analyse des résultats nous a conduits à explorer plus à fond également l'influence des points triples sur la migration. L'étude réalisée sur le cuivre II a conforté l'analyse réalisée sur le cuivre I et a permis en outre de quantifier les vitesses de migration de différents joints de grains.
- **Dans le chapitre V**, nous reprenons les principaux résultats obtenus dans cette étude et proposons quelques pistes pour la compléter.

Chapitre I : Bibliographie

(Rappels en plasticité cristalline et migration des joints de grains)

I Rappel de plasticité cristalline et migration des joints de grains

Il est nécessaire de faire quelques rappels de plasticité cristalline pour comprendre le comportement des joints de grains et étudier leur migration. La première partie de ce chapitre synthétise quelques fondamentaux de la déformation plastique des monocristaux puis des polycristaux de structure CFC. De nombreuses caractéristiques abordées s'appliquent à d'autres structures, notamment le maclage auquel nous portons une attention particulière. La deuxième partie s'intéresse à la description des joints de grains présente les facteurs qui contribuent à leur migration. La troisième partie détaille les mécanismes de la recristallisation. La conclusion résume et présente les travaux des chapitres III et IV.

I.1 Plasticité cristalline

I.1.1 Mécanismes de déformation plastique à basse température : maclage et glissement

On sait depuis les années 1920 que les deux principaux modes de déformation plastique dans les métaux sont le *glissement* et le *maclage*. Une illustration de ces deux modes de déformation est donnée *Figure I-1*. Les premières observations de glissement planaire et de maclage furent rapportées pour des métaux CFC en raison de la moindre complexité des mécanismes pour cette structure, mais ces deux mécanismes jouent un rôle important dans la plupart des structures cristallines. Les macles se forment pendant la recristallisation ou pendant la déformation à basse température [Tisza, 2001]. Une macle de déformation apparaît lorsqu'une partie du cristal bascule sous l'action d'une contrainte de cisaillement dans une position symétrique sans changement de la structure du réseau [Jaoul, 1964], *Figure I-1(c)*. Ce basculement entraîne la formation d'une interface qui est un plan de symétrie entre la partie maclée (déformée) et la partie non déformée, ce qu'on appelle le joint de macle. La géométrie du maclage a décrit en détail par Friedel [Kern, 1961].

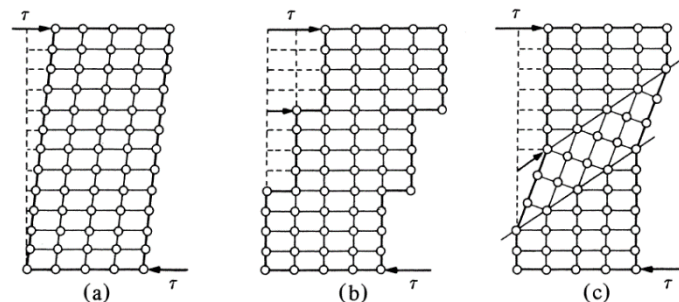


Figure I-1 : Schéma principe simplifié présentant les principaux mécanismes de déformation d'un cristal : (a) déformation élastique, (b) déformation plastique par glissement et (c) déformation plastique par maclage [Mercier et al., 2002].

Le joint de macle peut être considéré comme un défaut de surface. La formation des macles est favorisée dans les matériaux de faible énergie de faute d'empilement, en particulier à basse de température et pour des taux de déformation élevés [Reed-Hill et al., 1964]. Une étude expérimentale proposée par Chin, [Chin et al., 1969], permet de visualiser le mécanisme de formation d'une macle en observant les lignes de glissement sur la surface d'un échantillon (CFC) de Co-8%Fe après 11% de déformation. Nous voyons apparaître *Figure I-2* des lignes de glissement horizontales qui correspondent aux traces des plans (111) et $(11\bar{1})$. On observe

aussi une bande qui fait un angle de 55° par rapport à l'horizontale. Cette bande est une macle $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$, caractéristique de la structure CFC.

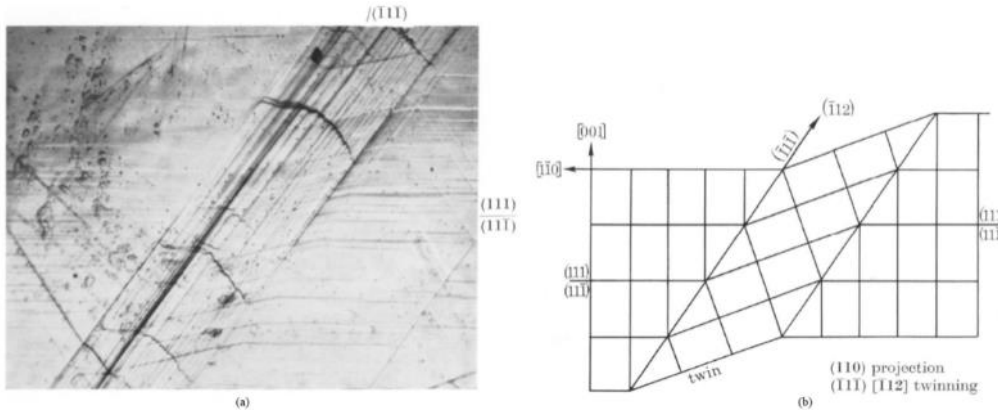


Figure I-2 : Observation de la déformation plastique par glissement et maclage, (a) micrographie de surface du plan (110) d'un cristal de Co-8%Fe après 11% de réduction. Les traces de glissement (111) et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ sont déplacées par la bande de maclage $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. (b) schéma simplifié de déplacement idéal des bandes de lignes de glissement et d'un bande de maclage [Chin et al., 1969].

Dans une étude récente, Liu évalue la fraction des grains qui se déforme par maclage dans un alliage (CFC) de cuivre-aluminium [Liu et al., 2015]. Cet auteur montre qu'aucune macle ne se forme avant 10% de déformation plastique et qu'à 40% il y a présence de macles dans la totalité des grains.

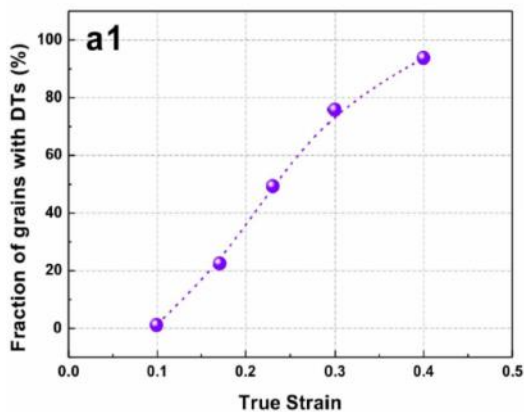


Figure I-3 : Evolution de la déformation par maclage dans Cu-8%atAl [Liu et al., 2015].

La formation de macles joue un rôle important dans l'apparition des nouvelles orientations cristallographiques lors de la déformation plastique des polycristaux.

I.1.2 Structure cristalline et glissement plastique

Les métaux adoptent principalement trois structures : les structures cubique centrée CC, cubique à faces centrées CFC et hexagonale compacte HC. La structure CFC, *Figure I-4* est équivalente à l'empilement compact de plans denses (111). Dans chaque plan, les atomes sont rangés suivant un réseau hexagonal. La structure CFC correspond à la séquence d'empilement ternaire ABC-ABC.... En comparaison, la structure HC correspond à une séquence d'empilement binaire AB-AB-AB.... La structure CC n'est pas un empilement compact. Le *Tableau I-1* donne quelques exemples de métaux de structure CFC.

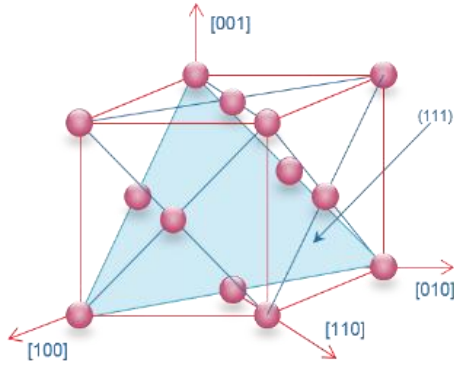


Figure I-4 : Schéma d'une maille cubique à faces centrées.

Tableau I-1: Quelques exemples de métaux de structure CFC [Hirth and Lothe, 1982].

Matériau	Énergie de faute d'empilement (mJm^{-2})	Rayon atomique R (nm)	Paramètres de maille a (nm)
Aluminium	166	0.1431	0.4049
Cuivre	45	0.1278	0.3615
Or	32	0.1442	0.4079
Plomb	-	0.1750	0.4949
Nickel	125	0.1246	0.3524
Platine	322	0.1387	0.3923
Argent	16	0.1445	0.4087

Dans les cristaux CFC, le glissement plastique a lieu sur les plans denses $\{111\}$ suivant les directions denses $\langle 110 \rangle$. On obtient ainsi 12 systèmes de glissement, schématisés *Figure I-5* et répertoriés au *Tableau I-2* avec les notations proposées par Schmid et Boas.

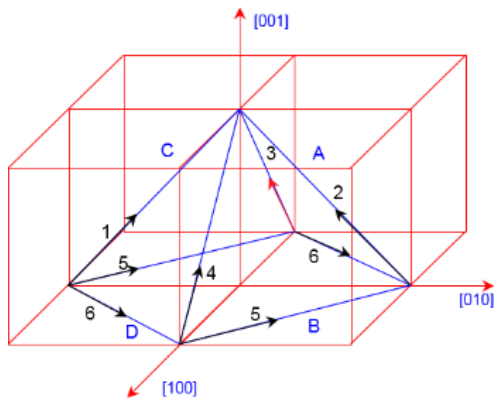


Figure I-5 : Illustration de systèmes de glissement et notations associées [Wobrock, 2017].

Tableau I-2 : Les 12 systèmes de glissement du réseau CFC [Schmid and Boas, 1935].

Notation de Schmid & Boas	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
\vec{b}	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[110]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}10]$	$[011]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[011]$	$[\bar{1}01]$	$[101]$
Plans de glissement	$(\bar{1}\bar{1}1)$			(111)			$(\bar{1}\bar{1}1)$			$(1\bar{1}1)$		

I.1.3 Dislocations et déformation plastique

Dans un monocristal pur, les seuls défauts possibles sont les lacunes et les porosités dues à l'irradiation par exemple et les dislocations.

Le polycristal est le lieu de nombreux défauts que l'on peut classer suivant leur nature :

- Les défauts ponctuels : lacunes, atomes interstitiels, atomes en substitution.
- Les défauts linéaires : dislocations
- Les défauts surfaciques : joints de grains, macles
- Les défauts volumiques : pores, précipités, inclusions.

La plasticité dans les métaux est due essentiellement au mouvement des dislocations, à l'interaction des dislocations entre elles et à l'interaction des dislocations avec les défauts.

Une dislocation parfaite peut être décrite comme le résultat d'un déplacement, selon un vecteur \vec{b} , d'une partie d'un cristal parallèlement à un plan nommé plan de coupure et jusqu'à une certaine ligne dans ce plan, appelée ligne de coupure. C'est la direction de \vec{b} par rapport à la ligne de coupure qui caractérise la dislocation. La ligne de coupure traverse tout le cristal ou forme une boucle se reliant sur elle-même. Cette ligne peut aussi se connecter à deux autres lignes de dislocation de vecteurs de Burgers \vec{b}_1 et \vec{b}_2 . On a alors au nœud formé par les lignes de dislocations $\vec{b} = \vec{b}_1 + \vec{b}_2$. Selon la direction de \vec{b} par rapport à la ligne de coupure, on obtient trois types de dislocations, vis, coin ou mixte.

- ❖ Lorsque \vec{b} est parallèle à la ligne de coupure, la dislocation est *vis*, *Figure I-6(a)*. Le parcours autour d'une telle dislocation en restant sur un même plan atomique est hélicoïdal.
- ❖ Lorsque \vec{b} est perpendiculaire à la ligne de coupure, la dislocation est *coin*. On peut voir que la formation d'une dislocation coin rectiligne est équivalente à l'insertion d'un demi-plan dans le réseau cristallin, *Figure I-6(b)*.
- ❖ Lorsque \vec{b} forme un angle quelconque avec la ligne de coupure, la dislocation est *mixte*. Son vecteur de Burger se décompose en une partie *vis* et une partie *coin*, *Figure I-6(c)*.

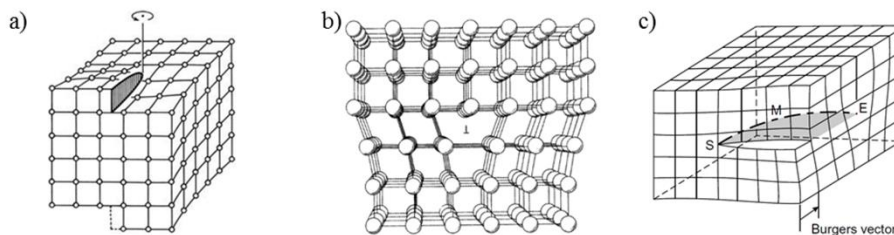


Figure I-6 : Trois types de dislocation, a) dislocation vis [Messerschmidt, 2010], b) structure de dislocation coin dans un cristal cubique [Mercier et al., 2002] et c) dislocation mixte représentée par la courbure de SME (dislocation vis en E et dislocation vis en S) [Hull and Bacon, 2011].

Dans cette description simple, la ligne de coupure est appelée, après « recollement des lèvres », ligne de dislocation. Ainsi une dislocation est caractérisée par son vecteur de Burger et la ligne de dislocation. Cette description ne tient pas compte de la complexité de la structure de cœur des dislocations, qui peut dans certaines structures (CC par exemple) s'étendre sur plusieurs plans atomiques en zone autour de la ligne de dislocation. Dans la plupart des structures, le cœur peut s'étendre sur au moins un plan principal, par dissociation de la ligne de dislocation en deux lignes partielles qui délimitent une « faute d'empilement ». Une dislocation n'est donc pas exactement un défaut linéaire, même si son extension en ruban de faute ou en « tube » est

de faible dimension. Ce point est important car l'implication des dislocations dans le maillage (de déformation ou de recuit) consiste souvent à déclencher et propager (notamment à partir de joints de grains) des fautes d'empilements où les partielles jouent un rôle essentiel.

Le glissement plastique a lieu lors du mouvement des dislocations à l'intérieur du cristal. Par exemple la *Figure I-7* schématise le mouvement d'une dislocation coin lorsque le cristal subit un cisaillement. Le demi-plan supplémentaire (qui correspond à la position de la ligne de dislocation dans ce cas) se déplace de x vers y sous l'effet de la contrainte de cisaillement appliqué. En réduisant les liaisons atomiques au plan de la figure, nous pouvons décrire schématiquement le mouvement de la dislocation au mécanisme suivant :

- Rupture de la liaison 1-3
- Établissement de la liaison 1-2.

Ainsi de proche en proche, la ligne de dislocation se déplace jusqu'à émerger en surface où elle forme une marche dont la hauteur est égale au module du vecteur de Burgers.

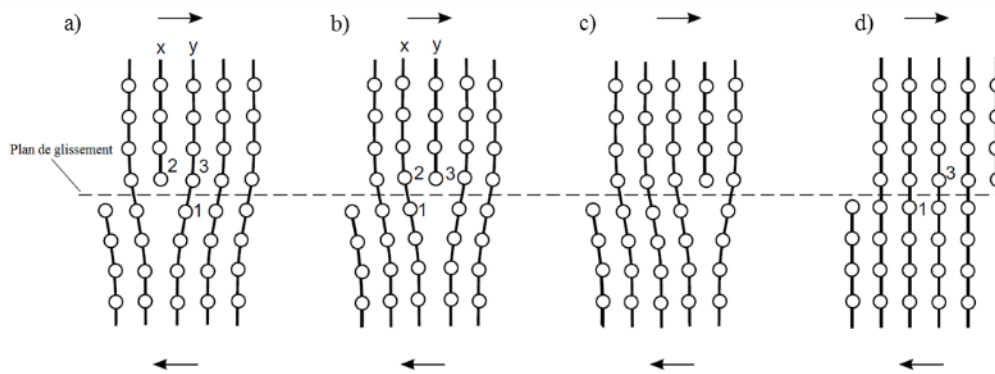


Figure I-7 : Mouvement d'une dislocation coin ; les flèches représentent la direction de la contrainte de cisaillement [Hull and Bacon, 2011].

On peut souligner que si le demi-plan supplémentaire avait été inférieur (sous le plan de coupure), le vecteur de Burgers (obtenu par un circuit autour de la dislocation) aurait été de signe contraire. Un glissement se produit par le déplacement d'une ligne de dislocation dans la direction de son vecteur de Burgers \vec{b} . Pour une dislocation coin, le plan de glissement de normale \vec{n} est définie par \vec{b} et le vecteur tangent à la ligne de dislocation. Un couple de vecteur (\vec{b}, \vec{n}) pour une structure cristalline constitue un « système de glissement ».

La déformation plastique d'un cristal est le résultat de nombreux phénomènes qui mettent en jeu les interactions des dislocations avec le réseau cristallin, les interactions des dislocations entre elles, la multiplication des dislocations et leur annihilation, dont l'ensemble est responsable de l'érouissage (la consolidation) qui accompagne cette déformation. Les interactions des dislocations en mouvement avec le réseau cristallin résultent de la périodicité atomique de celui-ci et de la structure de cœur des dislocations qui se modifie au cours du déplacement de la dislocation. La force d'interaction dislocations/réseau a été initialement étudiée et formulée par Peierls [Peierls, 1940] et Nabarro [Nabarro, 1947]. Les méthodes de calculs aux échelles atomiques (type ab initio, dynamique moléculaire, DFT etc.) ont affiné l'expression de ces forces en précisant les potentiels atomiques impliqués au cas par cas, [Duesbery and Basinski, 1984; Olmsted et al., 2001]. Pour se déplacer, une dislocation doit aussi vaincre les forces d'interactions avec les autres dislocations. Ces forces sont différentes

suivant que les dislocations voisines sont dans des plans de glissement parallèles ou lorsque leur ligne de dislocation coupe le plan de glissement de la dislocation en mouvement. Dans ce dernier cas, les lignes de dislocation qui percent le plan de glissement sont alors appelées « arbres de la forêt ». La cission critique de glissement τ_c sera d'autant plus élevée que le nombre de dislocations de la forêt est grand et dépendra aussi de la nature de l'interaction quand les dislocations se croisent. Précisons que la multiplication des dislocations est assurée par des « sources » activées sous contrainte, dont Frank et Read ont décrit un premier modèle [Frank and Read, 1950]. Les dislocations qui participent à la déformation plastique sont les dislocations *mobiles* dont la densité est notée ρ_m . [Orowan, 1934] a montré que, relativement à un système de glissement :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v \quad \text{Eq. I-1}$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de glissement moyenne sur ce système, ρ_m sa densité de dislocations mobiles, b le module de son vecteur de Burgers et v est la vitesse moyenne de ses dislocations mobiles.

I.1.4 Dislocations et déformation plastique par maclage

Le maclage peut être vu comme un mode de déformation plastique intra-cristallin, avec une direction de maclage et un plan de maclage qui constituent un « système de maclage ». Les éléments des systèmes de maclage pour chaque structure cristalline sont donnés *Tableau I-3*.

Tableau I-3 : Système de maclage pour différents réseaux cristallins, Thèse de [Shiekhelsouk, 2017].

Système cristallin	Systèmes de maclage			Exemple de métaux
	Plan de maclage	Direction de maclage	γ (Cisaillement)	
CFC	{111}	$\langle 11\bar{2} \rangle$	0.707	Cu, Al, Fe γ , Ni
CC	{112}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	0.707	Fe α , Mo, W
HC	{1012}	$\langle 10\bar{1} \rangle$	0.139	Tl, Mg, Be, Zn

À la différence de l'amplitude d'une déformation par glissement sur un système de glissement qui peut en principe avoir n'importe quelle valeur multiple de \vec{b} , l'amplitude d'un système de maclage est finie puisque le « basculement » d'une portion de cristal par rapport à une autre est géométriquement contraint. L'amplitude de maclage dans un grain n'augmente qu'en fonction linéaire de l'épaisseur de zone maclée et est limitée par la taille du grain. Lorsqu'un tel système est activé dans un cristal, il en résulte donc une contribution finie à la déformation plastique de ce cristal. Puisque la déformation plastique d'un cristal résulte de l'activité simultanée de plusieurs systèmes qui vont nécessairement interagir, aux côtés des interactions entre systèmes de glissement sont également à prendre en compte les interactions entre systèmes de maclage et les interactions « mixtes », glissement/maclage. Le « basculement » élémentaire d'un plan atomique par rapport à son plan voisin s'effectue lorsqu'une cission critique est atteinte. Contrairement au glissement, le processus de maclage ne nécessite pas en principe la présence de défauts atomiques et il n'y a pas de dislocations impliquées. Néanmoins, les structures de cœur des dislocations et leur inévitable présence dans les cristaux susceptibles de macler font que celles-ci ne sont pas absentes du processus de maclage lui-même, mais leurs modes complexes de contributions ne facilitent pas, à l'instar du glissement, une « traduction » du maclage en termes de mécanismes sous-jacents de dislocations. En conséquence, le traitement

d'un cristal maclé comme un bicristal, ou même un multicristal si plusieurs macles y sont présentes apparaît comme simplificateur mais pertinent. Dans la présente étude concernant le cuivre où les systèmes de macles sont assez fréquemment activés (sous contraintes thermiques ou mécaniques), les joints de macles seront traités comme des joints de grains particuliers.

I.1.5 Essai de traction monotone des monocristaux CFC

La déformation plastique d'un métal est activée lorsque les systèmes de glissement (et de maclage) subissent une contrainte suffisante pour qu'une ou plusieurs cissions critiques soient atteintes. La contrainte d'activation est généralement mécaniquement appliquée. L'essai mécanique le plus répandu est l'essai de traction. La forme de l'éprouvette est variée, le plus souvent prismatique. Cet essai consiste à soumettre une éprouvette de longueur initiale l_0 et de section initiale S_0 à une élongation croissante avec une vitesse d'élongation \dot{l} constante, et à mesurer l'effort F . Pour un matériau homogène et isotrope, on obtient à partir de ces données la courbe contrainte-déformation rationnelle (ou « vraie »), $\sigma = \frac{F}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)$ en fonction de $\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)$. La *Figure I-8* présente un exemple type de cette courbe, qui n'est pas spécifique du seul métal cuivre sur lequel elle a été obtenue.

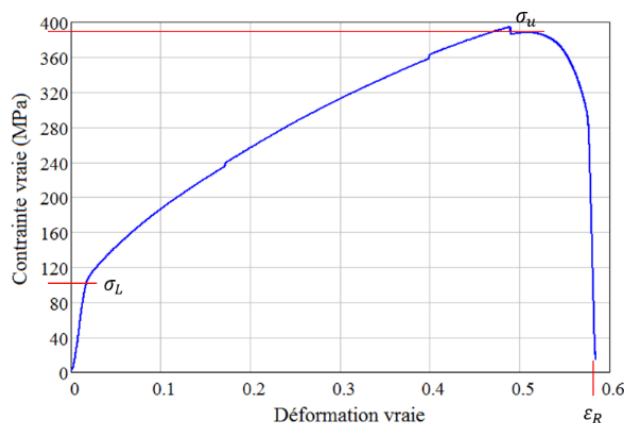


Figure I-8 : Essai de traction sur cuivre polycristallin.

Cette courbe de traction met en évidence les domaines élastique et plastique. Elle permet d'évaluer la limite élastique σ_L la résistance à la déformation plastique σ_u (maximum de la contrainte). La ductilité est caractérisée par la déformation à la rupture ε_R . Comme nous l'avons précisé précédemment, la déformation plastique d'un monocristal se fait par glissement sur des plans denses et selon des directions denses de la structure étudiée. La déformation d'un matériau monocristallin n'est ni homogène, ni isotrope. La description en termes de courbe de traction rationnelle n'a pas de sens physique. Il convient de rapporter la contrainte et la déformation aux éléments de glissement, ce que l'on fait généralement pour un monocristal en glissement simple. La contrainte qu'il faut considérer est la cission réduite sur le système de glissement

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cdot \cos\theta \cdot \cos\chi \quad \text{Eq. I-2}$$

Elle est la projection sur le plan de glissement du vecteur de contrainte s'exerçant sur ce plan suivie d'une projection sur la direction de glissement. θ est l'angle qui forme la direction de

traction et la direction de glissement et χ est l'angle qui forme la direction de glissement et la normale au plan de glissement, cf. *Figure I-9*.

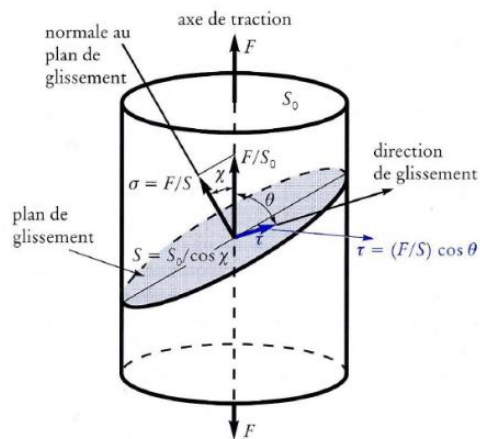


Figure I-9 : Essai de traction dans le cas du monocristal [Bailon and Dorlot, 2000].

La déformation à considérer est le glissement $\gamma = \frac{\Delta l}{l_0} / (\cos\theta \cdot \cos\chi)$ dans la direction de glissement. Bien que sa validité s'arrête lorsque un nouveau système se substitue au premier actif et que son interprétation se complique si de nouveaux systèmes s'activent en plus du « primaire », la courbe représentative de l'essai de traction d'un monocristal est donc par convention la courbe qui donne τ en fonction de γ sur le premier système de glissement. Pour un cristal CFC, la courbe de consolidation $\tau - \gamma$ comporte plusieurs stades qui dépendent du régime de température de l'essai. Dans le régime des basses températures où l'activation thermique est absente ou négligeable, elle montre trois stades lorsque l'axe de traction est choisi de façon à être initialement loin des conditions de glissement double ou multiple, *Figure I-10*.

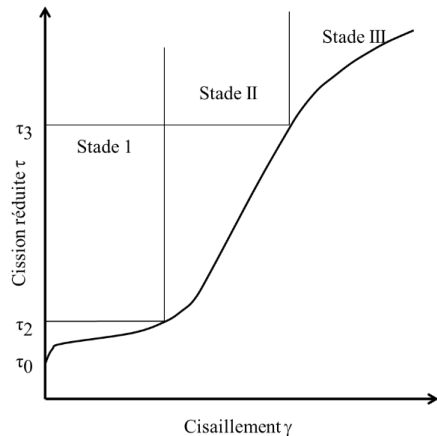


Figure I-10 : Courbe de consolidation d'un CFC montrant les trois stades [Adda et al., 1979].

Stade I – Glissement facile

Ce premier stade est caractérisé par un écrouissage faible et constant de l'ordre de $\mu/3000$. Le monocristal se déforme en glissement simple à partir d'un seuil τ_0 . Le nombre moyen de dislocations émergentes par bandes est d'environ 25 en fin de stade I. Il se produit un alignement des dislocations perpendiculairement au plan de glissement. Dans les régions où le réseau de dislocation est plus dense, on observe des murs de dislocations coin qui produisent de faibles désorientations. L'écrouissage est dû pour l'essentiel à l'interaction élastique des dislocations se déplaçant sur des plans de glissement parallèles. Les dislocations ont un libre parcours moyen important et beaucoup des dislocations émises par les sources sont éliminées en surface. Ceci entraîne une dépendance de la déformation aux dimensions de l'éprouvette et

à l'état de surface (pour les éprouvettes de faibles dimensions) [Garstone et al., 1956; Mott, 1952]. Ce stade de déformation dépend peu de la température.

Stade II – Durcissement linéaire

Lorsque le stade I se termine, l'éprouvette a subi une rotation qui favorise l'activation de système de glissement secondaire. L'extension spatiale du glissement secondaire est limitée car les dislocations qui se déplacent sur ces systèmes rencontrent une très forte densité d'obstacles primaires. L'interaction des dislocations secondaires avec ces obstacles produit par exemple des verrous de Lomer-Cottrell. L'écrouissage est constant mais beaucoup plus grand qu'au stade I, environ $\mu/300$. Il est en première approximation indépendant de la température et de l'orientation de l'axe de traction (Basinski 1975). La microstructure observée au MET présente des zones de basse densité de dislocations où le cristal est faiblement désorienté et des zones de forte densité de dislocations constituées des parois contenant une fraction importante de verrous de Lomer-Cottrell. Ces parois sont approximativement orientées parallèlement aux plans de glissement primaire et leur distance est inversement proportionnelle à la contrainte appliquée *Figure I-11*.

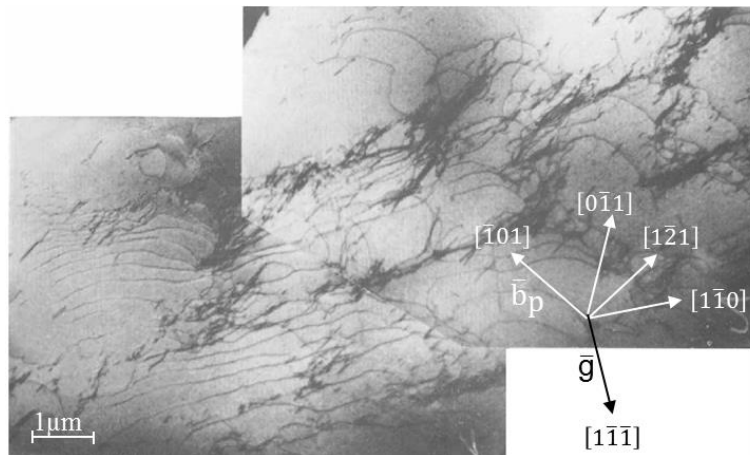


Figure I-11 : Exemple de microstructure observée dans un monocristal de cuivre en stade II. Section (111) parallèle au plan de glissement primaire, état sous contrainte $\tau = 1.2$ MPa à $T = 78$ K [Mughrabi, 1968].

Le fort taux de durcissement rencontré au stade II a été expliqué grâce au modèle de la forêt par [Kuhlmann-Wilsdorf, 1985; Saada, 1960; Taylor, 1934a, b] qui établit que la cission critique varie avec la densité de dislocation ρ de la forêt selon l'équation (Eq. I-3)

$$\tau_c = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad \text{Eq. I-3}$$

α est compris entre 1/3 et 1/4, μ est le module de cisaillement. Les dislocations de la forêt sont considérés comme immobiles. L'écrouissage important lors du stade II conduit à des contraintes d'écoulement élevée qui vont permettre l'activation du glissement dévié et marquer la fin du stade II. Le glissement dévié apparait plus tôt dans les métaux de forte énergie de faute d'empilement comme l'aluminium pour lequel le stage II se limite à une inflexion de la courbe de consolidation entre les stades I et III.

Stade III – durcissement parabolique

Le stade III se caractérise par un taux d'écrouissage qui décroît. La contrainte de début de stade III décroît lorsque la température augmente. L'analyse des traces de glissement confirme

l'existence de nombreuses déviations des dislocations (seules les dislocations *vis* peuvent se déplacer sur différents plans, en zone de la ligne de dislocation qui coïncide avec la direction du vecteur de Burgers). Les études MET sont rendues difficiles par les fortes densités de dislocations. Il est supposé que le glissement dévié favorise la relaxation des contraintes internes et réduit de ce fait le taux d'érouissage. Le glissement dévié constitue un degré de liberté supplémentaire pour la déformation plastique et favorise la formation d'une microstructure de dislocations tridimensionnelle sous forme de cellules, *Figure I-12*. L'apparition de cette structure cellulaire est favorisée par les fortes énergies de faute d'empilement, ce qui explique les différences de comportement entre le cuivre et l'aluminium.

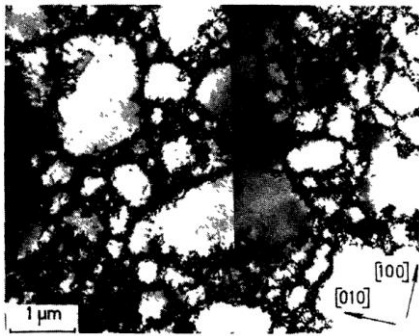


Figure I-12 : Microstructure cellulaire en glissement multiple. Monocristal de cuivre[001] déformé en traction à la température ambiante [Mughrabi, 1988].

L'importance relative de chaque stade de déformation dépend de la direction de l'axe de traction par rapport à l'orientation du cristal *Figure I-13* [Haasen, 1994].

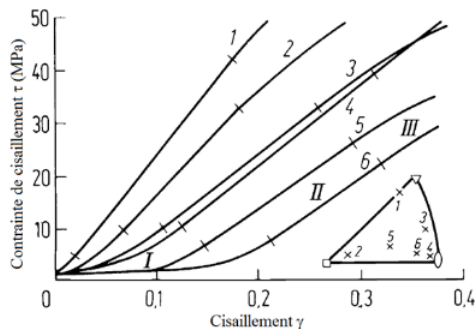


Figure I-13 : Courbe de consolidation $\tau - \gamma$ obtenue par essai de traction sur monocristaux de cuivre, en fonction de leur orientation à 297 K ; les marques repèrent le début et la fin des stades de déformation.

Si l'on admet que le seuil d'écoulement du stade I, τ_c est le même quelque soit le système de glissement, on peut prévoir que le premier système à s'activer sera celui pour lequel la cission réduite $\tau = \frac{F}{S_0} \cdot \cos\theta \cdot \cos\chi$ sera égale ou supérieure à τ_c c'est-à-dire celui pour lequel le facteur $R = \cos\theta \cdot \cos\chi$ sera maximum. Le facteur R s'appelle facteur de Schmid et le critère de choix du système de glissement, le critère de Schmid. Si l'orientation du cristal active plusieurs systèmes dès l'initiation de la déformation plastique, le stade disparaît complètement tandis que les 2 autres subsistent de manière similaire, avec des variations dépendant du nombre (2, 3, 4) de systèmes simultanément activés.

Enfin, lorsque la température augmente, l'activation thermique va permettre un glissement dévié plus précoce, ce qui implique que le stade III ne sera plus précédé d'un domaine de consolidation sans restauration, les stades II et I disparaissant. En revanche, il a été constaté qu'une reprise de durcissement linéaire pouvait se produire [Anongba et al., 1993; Mecif et al., 1997] avant que le stade III n'atteigne une contrainte de saturation. Ce « stade IV » a lui-même été observé se poursuivre par une reprise de restauration, le tout étant associé à l'évolution de la sous-structure de dislocations mise en place, qui diffère de celle des stades II et III où ce sont les dislocations *vis* qui pilotent la consolidation et sa décroissance.

I.2 Plasticité des polycristaux

Les modèles de comportement plastique des polycristaux s'appuient sur le comportement du monocristal auquel s'ajoutent des hypothèses simplificatrices sur l'état de déformation ou de contraintes des grains. Les plus connues sont les deux hypothèses duales et extrêmes selon lesquels les grains supportent tous la même contrainte ou supportent tous la même déformation. La première, qui correspond au modèle statique [Batdorf and Budiansky, 1949] est la plus simple mais ne s'avère valide que dans des domaines restreints de déformation. Pour les grandes déformations concernant notamment la mise en forme des métaux, la seconde hypothèse est beaucoup plus réaliste, notamment dans la forme proposée par [Taylor, 1934a, b] d'une déformation plastique uniforme des grains. L'hypothèse d'une déformation totale uniforme conduira au modèle de Taylor-Lin [Lin, 1957]. La réalité se trouvant quelque part entre ces deux extrêmes, de nombreux modèles construits sur des techniques d'homogénéisation ont permis d'affiner l'estimation des contraintes et des déformations moyennes par familles de grains d'orientations données en relation à une contrainte ou déformation imposée macroscopiquement, dont on ne citera ici que le modèle auto-cohérent de Hill [Hill, 1965].

I.2.1 Modèle de Sachs-Cox-Sopwith

Le premier modèle qui a tenté de décrire sur une hypothèse heuristique le comportement plastique des métaux polycristallins à partir du comportement des monocristaux est celui de Sachs [Sachs, 1929], Cox et Sopwith [Cox and Sopwith, 1937]. Ce modèle considère que l'état de contrainte dans chaque grain est proportionnel à l'état de contraintes macroscopiques, de telle sorte que le critère de Schmid est atteint dans chaque grain en même temps. Ainsi, lors d'un essai de traction uniaxiale de contrainte appliquée Σ , tous les grains sont supposés supporter une contrainte $k\Sigma$ de façon à ce que la cission critique soit atteinte dans chaque grain. Les coefficients de proportionnalité k sont les valeurs des facteurs $1/R$ de chaque grain, à une éventuelle constante près. Si ce modèle ne doit pas être confondu avec le modèle statique comme c'est souvent le cas, il en diffère assez peu dans les domaines de déformations modérées. En plasticité (ou viscoplasticité), les conditions aux limites s'écrivent sur les deux grandeurs conjuguées que sont les tenseurs des contraintes et des vitesses de déformation¹. En traction uniaxiale le long de l'axe 1, ces deux tenseurs s'écrivent ainsi à l'échelle du grain :

$$\sigma^g = \alpha \begin{pmatrix} \Sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \dot{\epsilon}^g = \begin{pmatrix} \dot{E}_{11} & ? & ? \\ ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad \text{Eq. I-4}$$

Le symbole « ? » signifie que la composante du tenseur n'est pas imposée et se déduit de la loi de Schmid. Dans ce cas, pour un polycristal CFC sans texture, la limite élastique du polycristal σ_e , calculée comme la moyenne des limites élastiques des monocristaux, est donnée par

$$\sigma_e = 2.24\tau_c \quad \text{Eq. I-5}$$

Le fait qu'une seule des cinq composantes du tenseur des vitesses de déformation est imposée entraîne généralement l'activation d'un seul système de glissement dans chaque grain. On peut

¹ Nous n'utiliserons ici que le formalisme des petites déformations par souci de simplicité

donc considérer que ce modèle n'est adapté que pour les faibles déformations. Plus le matériau est déformé, plus on voit l'activation de glissements multiples et dans ce cas, le modèle de Taylor (dans son application stricte ou sous contraintes relâchées) donne donc une meilleure estimation de σ_e .

I.2.2 Modèle de Taylor

Le modèle de Taylor [Taylor, 1938] a lui aussi l'ambition de décrire le comportement macroscopique d'un polycristal à partir du comportement des grains qui le constituent. Il repose sur l'observation que dans un polycristal déformé, les grains semblent avoir tous subi la même déformation plastique que l'échantillon tout entier, *Figure I-14*. La déformation plastique est élevée et la déformation élastique est négligée. On impose donc totalement le tenseur des vitesses de déformation plastique à chaque grain et comme ce tenseur contient cinq composantes indépendantes cela nécessite l'activation d'au moins cinq systèmes de glissement. Pour un polycristal isotrope que l'on déforme en traction uniaxiale, les conditions aux limites imposées à chaque grain s'écrivent dans ce cas :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^g = \begin{pmatrix} \dot{E}_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{E}_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \dot{E}_{22} \end{pmatrix} \text{ et } \boldsymbol{\sigma}^g = \alpha \begin{pmatrix} ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad \text{Eq. I-6}$$

Avec

$$\dot{E}_{22} = \dot{E}_{33} = -\frac{1}{2}\dot{E}_{11} \quad \text{Eq. I-7}$$

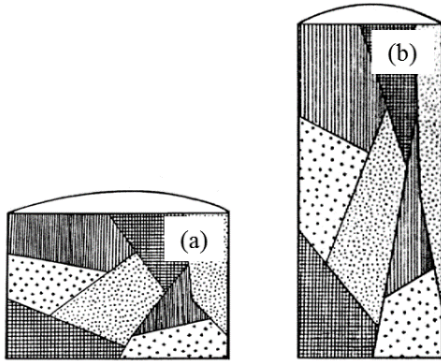


Figure I-14 : Ensemble de cristaux dans une barre de fil tréfilé, (a) état non déformé et (b) après 125% d'extension [Taylor, 1938].

Si l'on considère que la cission critique τ_c est la même sur chaque système de glissement dans chaque grain au début de la déformation plastique, la sélection des cinq systèmes de glissement se fait en minimisant la puissance plastique dissipée qui s'écrit :

$$\dot{W} = \tau_c \sum_s |\dot{\gamma}^s| = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^g \cdot \boldsymbol{\sigma}^g \quad \text{Eq. I-8}$$

où τ_c^s et γ^s sont respectivement la cission critique et le glissement du système (s). Si l'on suppose par ailleurs que la déformation plastique du grain est accommodée par les glissements sur les systèmes actifs, on peut écrire également :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^g = \sum_s \dot{\gamma}^s R_{ij}^s \quad \text{Eq. I-9}$$

Avec $R_{ij}^s = \frac{1}{2}(n_i^s b_i^s + b_i^s n_i^s)$ composante du tenseur d'orientation du système (s) calculé à partir des composantes des vecteurs \vec{n}^s et \vec{b}^s représentant respectivement la normale au plan de glissement et la direction de glissement.

Taylor définit également le facteur M par :

$$M = \frac{\dot{W}}{\tau_c |\dot{\epsilon}|} \quad \text{Eq. I-10}$$

Ce facteur sans dimension caractérise la plus ou moins grande facilité d'un grain d'une orientation donnée à se déformer sous l'effet des contraintes imposées (à l'instar du facteur de Schmid dans le cas du modèle de Sachs). Pour un polycristal CFC isotrope déformé en traction, la moyenne $\langle M \rangle$ est égale à 3.06. Cette moyenne relie également la limite élastique macroscopique σ_e et la cission critique τ_c par $\sigma_e = 3.06 \times \tau_c$.

I.2.3 Loi de Hall-Petch

Dans un matériau polycristallin contenant une faible densité de dislocations, la déformation plastique se produit d'abord dans les grains favorablement orientés, c'est-à-dire ceux caractérisés par un fort facteur de Schmid. Les dislocations se déplacent vers les joints qui peuvent être considérés en première approximation comme infranchissables pour les dislocations. Les dislocations sont bloquées au voisinage des joints où elles s'empilent et forment une structure où les dislocations ne sont pas distribuées de façon aléatoire. Les champs de contraintes de chaque dislocation s'additionnent et s'opposent à l'émission de nouvelles dislocations. Ces dislocations, qui ne sont pas distribuées spatialement de façon aléatoire, portent le nom de dislocations « géométriquement nécessaires » car elles provoquent une distorsion locale du réseau cristallin. Cette distorsion peut être utilisée pour mesurer leur densité. Au voisinage du joint, la contrainte exercée augmente avec le nombre de dislocations bloquées provoquant au-delà d'une valeur critique un glissement dans le joint voisin. Plus le grain a une taille importante, plus le nombre de dislocations qui s'accumulent est grand et plus la possibilité de déformation plastique de grain à grain est favorisée. Ainsi la limite élastique du polycristal décroît quand la taille des grains augmente. C'est la loi de Hall-Petch [Hall, 1951] et [Petch, 1953] qui s'énonce par :

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad \text{Eq. I-11}$$

Où σ_e est la limite élastique, d la taille des grains, σ_0 la contrainte d'écoulement du monocristal ($\sigma_0=25\text{MPa}$ pour le cuivre) et K la constante de Hall-Petch égale à $0.11 \text{ MPa} \times \sqrt{m}$ pour le cuivre [Gottstein, 2004a; Priester, 2011; Saada, 2005].

K dépend de la structure des joints de grains du polycristal. Priester [Priester, 2011] distingue les joints durs comme les joints $\Sigma 3, 60^\circ @ [111]$ dans les cristaux CFC et les joints mous. Pour les joints durs, l'entrée des dislocations et leur accommodation dans le joint sont difficiles. Les joints mous sont des puits efficaces pour les dislocations du cristal qui s'y accommodent plus facilement. Une plasticité de faible limite élastique sera favorisée par la présence de joints mous.

I.3 Joints de grains (JdGs)

I.3.1 Définition d'un joint de grains et paramètres géométriques

Le joint de grains est l'interface qui sépare deux cristaux d'orientations différentes. On admet communément que le seuil à partir duquel la désorientation est suffisante pour constituer un joint est de 15° . Entre 5° et 15° on parlera de sous-joint.

La réalité du joint de grains consiste en un assemblage d'atomes que l'expérience ne peut pour l'instant atteindre. Pour approcher cette réalité, on donne une description géométrique idéale d'un joint de grains avec l'idée qu'une configuration du joint respectant un ordre commun aux deux cristaux est dans une situation énergétique plus favorable. On peut schématiquement constituer un joint de grains à partir d'un cristal I auquel on fait subir une rotation autour d'un axe \vec{d} pour obtenir le cristal II. L'ensemble des deux cristaux forme alors un ensemble nommé complexe bicolore. Dans ce complexe bicolore, on définit un plan de normale \vec{n} . Dans un des deux demi-espaces limité par ce plan, on supprime les atomes du cristal II dans l'autre demi-espace on supprime les atomes du cristal I. Le plan de normal \vec{n} constitue le joint de grains. À partir de cette construction, on voit que le joint de grains est caractérisé par cinq paramètres géométriques qui sont, (Figure I-15).

- L'axe de rotation \vec{d} : deux paramètres
- L'angle de rotation θ : un paramètre
- La normale au plan du joint \vec{n} : deux paramètres.

Ces **cinq paramètres sont d'ordre macroscopique**. Au voisinage du joint, les atomes se réorganisent par des déplacements microscopiques afin de minimiser l'énergie d'interaction entre atomes. On peut schématiser cette réorganisation à partir de **quatre paramètres microscopiques**. La translation du cristal I par rapport au cristal II définit trois de ces paramètres. Le dernier paramètre est constitué par le déplacement du joint perpendiculairement à son plan.

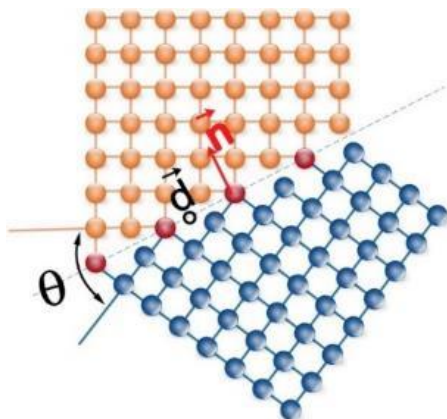


Figure I-15 : Paramètres géométriques d'un joint.

I.3.2 Joint de torsion, joint de flexion et joint mixte

On peut distinguer les joints en fonction de l'orientation de l'axe de rotation par rapport au plan du joint. Il y a deux types de joints simples, le joint de torsion et le joint de flexion [Gottstein

and Shvindlerman, 2010; Mercier et al., 2002]. Pour le joint de torsion, l'axe de rotation est perpendiculaire au plan du joint, *Figure I-16(a)*. Pour le joint de flexion, l'axe de rotation est dans le plan du joint, *Figure I-16(b)*. Lorsque le plan du joint est un plan de symétrie du bicristal, on dit que le joint de flexion est symétrique *Figure I-17(b)*. Pour un axe de direction quelconque, on obtient un joint mixte.

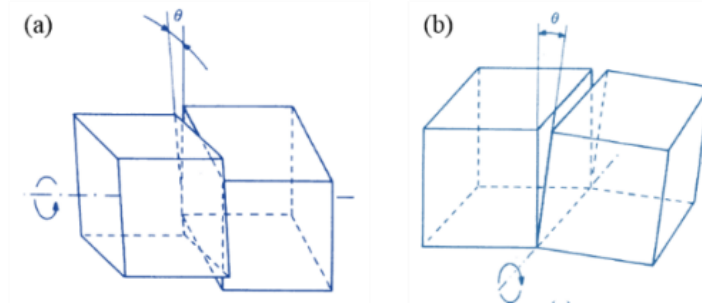


Figure I-16 : Schéma de joints simples, (a) joint de torsion et (b) joint de flexion [Mercier et al., 2002].

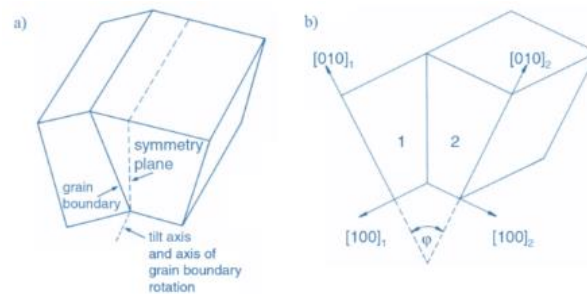


Figure I-17 : Schéma de joint de flexion a) joint de flexion asymétrique et b) joint de flexion symétrique [Gottstein and Shvindlerman, 2010].

I.3.3 Réseau de coïncidence CSL

Considérons le complexe bicolore constitué par l'interpénétration d'un cristal et de ce même cristal tourné d'un angle θ autour d'un axe passant par un nœud du réseau. Ce complexe coloré constitue un bi-réseau. On peut obtenir pour certaines valeurs de θ , un réseau de coïncidence ou (Coincident Site Lattice = CSL) qui est formé des nœuds des deux réseaux occupant la même position. Ce réseau est périodique et on définit l'indice de coïncidence Σ par [Priester, 2006] :

$$\Sigma = \frac{\text{volume de la maille de coïncidence}}{\text{volume de la maille primitive du cristal}} \quad \text{Eq. I-12}$$

La *Figure I-18* montre des joints $\Sigma = 5$ pour un cristal cubique simple. Sur la *Figure I-18(a)*, on peut voir un joint de torsion d'axe $[001]$ et d'angle $\theta = 36.87^\circ$. La *Figure I-18(b)* met en évidence le réseau de coïncidence de ce joint. Les *Figure I-18(c)* et *(d)* montrent des joints de flexion d'axe $[001]$ asymétrique et symétrique.

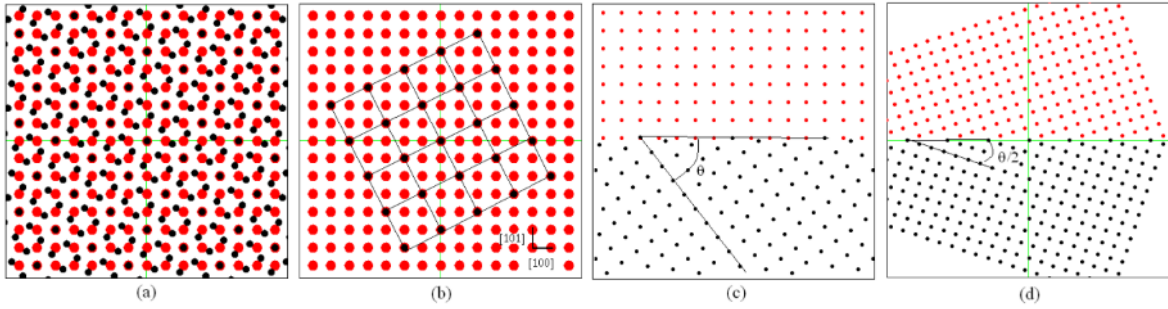


Figure I-18 : Joint de torsion et de flexion pour un cristal cubique simple. (a) Joint de torsion autour de $[001]$ et d'angle $\theta = 36.87^\circ$. (b) Réseau de coïncidence (en noir) et cristal I (en rouge) correspondant au joint (a). (c) Joint de flexion asymétrique autour de $[001]$ d'angle $\theta = 36.87^\circ$, de plan (010) cristal I et de plan $(\bar{4}30)$ cristal II. (d) Joint de flexion symétrique d'axe $[001]$ d'angle $\theta = 36.87^\circ$ de plan $(\bar{1}30)$.

Le plan du joint est un plan cristallin d'indices différents dans les deux cristaux pour les joints asymétriques et de même indice pour les joints symétriques. Dans les matériaux de symétrie cubique, les indices de coïncidence sont impairs. Ils sont liés à l'axe de rotation (u, v, w) et à l'angle de rotation θ par les relations suivantes [Priester, 2006] :

$$\operatorname{tg}\left(\frac{\theta}{2}\right) = m\lambda/n \quad ; \quad \Sigma = (n^2 + m^2\lambda^2)/\alpha. \text{ Avec } m \text{ et } n \text{ deux nombres premiers,}$$

$$\lambda = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \text{ et } \alpha = 1 \text{ ou } 1/2.$$

De plus Σ est lié au indice des plans (h, k, l) par $\Sigma = n \cdot (h^2 + k^2 + l^2)$ avec $n = 1$ ou $1/2$.

I.3.4 Différentes morphologie des joints de macles dans les cristaux CFC

Les différents morphologies des joints de macles ont été observées dans les matériaux CFC expérimentalement par [Mahajan et al., 1997]. La *Figure I-19* montre quatre morphologies différentes des joints de macles dans les matériaux CFC. La première morphologie de macle notée « A » dans la partie en haute du schéma est à côté du point triple, avec un joint de $\Sigma 3$ cohérent (MN). La deuxième morphologie de macle « B » traverse le grain parent et est formée par deux joints $\Sigma 3$ cohérents et parallèles. La troisième morphologie de macle « C » ne traverse pas le grain parent et s'arrête à l'intérieur du grain. Cette macle est formée par des joints de macles $\Sigma 3$ cohérents parallèles et des joints $\Sigma 3$ incohérents. La dernière morphologie de macle « D » est entièrement à l'intérieur du grain parent. Sa trace est la projection de la macle sur le plan d'observation.

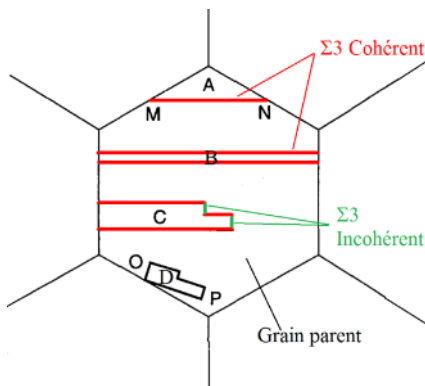


Figure I-19 : Quatre morphologies différentes de joints de macles observées dans un grain CFC [Mahajan et al., 1997].

I.3.5 Classification des joints de grains et distribution théorique

La coïncidence est une notion purement géométrique qui est pratique pour caractériser les joints. Par ailleurs, dans les polycristaux la coïncidence parfaite est rare. Brandon [Brandon, 1966] a proposé un critère pour fixer l'écart angulaire qui peut être admise par rapport à la coïncidence exacte. Ce critère donne l'écart angulaire maximum $\Delta\theta_{max}$ en fonction de l'indice de coïncidence.

$$\Delta\theta_{max} = 15\Sigma^{-0.5} \quad \text{Eq. I-13}$$

Les joints dont la désorientation θ a une valeur s'écartant de moins de $\Delta\theta_{max}$ d'un joint de coïncidence d'indice Σ , seront classés comme joint de type Σ .

Les joints qui ne peuvent être classés à l'aide de ce critère parmi les joints de coïncidence de faible indice ($\Sigma \leq 29$) entrent dans la catégorie des **joints généraux**. Les joints de coïncidence sont eux nommés **joints spéciaux**. Le critère de Brandon donne pour $\Sigma = 1$, $\Delta\theta_{max} = 15^\circ$ valeur en dessous de laquelle on considère le joint comme étant de faible désorientation. Priester a proposé une distribution théorique des joints [Priester, 2006] d'un polycristal dont les grains sont orientés de façon aléatoire *Figure I-20*. Cette distribution théorique a été validée par une simulation de Garbacz et Grabski [Garbacz and Grabski, 1993].

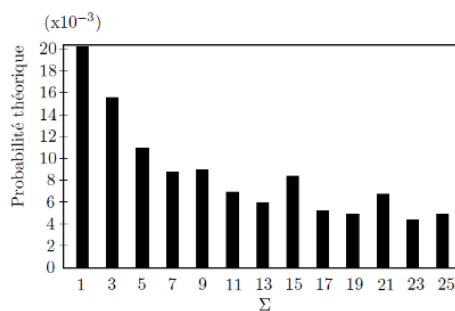


Figure I-20 : Distribution théorique des joints de coïncidence dans un polycristal avec la distribution aléatoire des orientations des grains.

Toute étude de distribution des joints spéciaux doit normalement se faire par comparaison avec cette distribution théorique qui sert alors de référence commune.

I.3.6 Distribution des joints de grains dans l'aluminium et le cuivre pur

Le cuivre polycristallin montre différents types de joint de grains spéciaux (CSL) et généraux. Une étude de l'évolution de la fraction de types de joints de grains dans le cuivre OFC (Oxygen-free electronic) à l'état complètement recristallisé a été proposée par [King and Schwartz, 1998]. Ce qui est particulièrement remarquable dans la distribution de la *Figure I-21* est la proportion élevée de joints $\Sigma 3$.

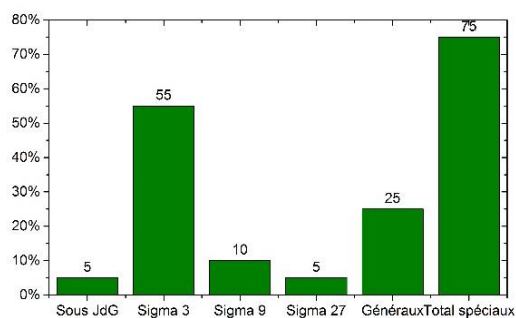


Figure I-21 : Histogramme de fraction des joints de grains dans le cuivre OFE polycristallin à l'état complètement recristallisé [King and Schwartz, 1998].

La Figure I-22 représente la distribution des joints dans l'aluminium de très haute pureté pour deux couples température/temps de maintien [Fionova, 1994]. La différence entre ces deux histogrammes est l'absence de joint $\Sigma 5$ et $\Sigma 13$ pour le recuit à 600°C . La proportion de joints $\Sigma 3$ est beaucoup plus faible pour l'aluminium que pour le cuivre et ne change pas en fonction des conditions de recuit ce qui indique leur grande stabilité.

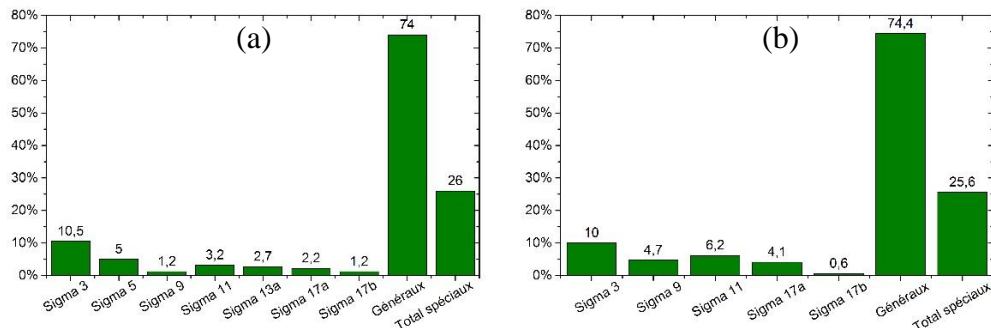


Figure I-22 : Histogramme de la proportion de joints de grains dans l'aluminium de très haute pureté, (a) après un recuit à 380°C ($0.6 \times T_F$) pendant 500 heures et (b) après un recuit à 600°C ($0.9 \times T_F$) pendant 50 heures [Fionova, 1994].

Une étude comparative de la proportion de joints $\Sigma 3$ a été effectuée par [Randle, 1996], Figure I-23. La proportion la plus faible est celle de l'aluminium, la plus élevée celle du cuivre.

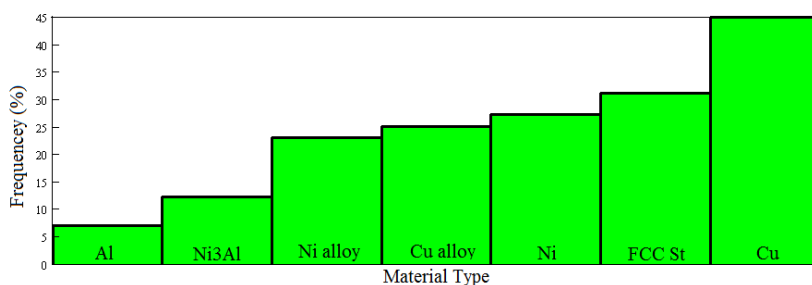


Figure I-23 : Proportion de joints $\Sigma 3$ dans différents matériaux après recuit. Les valeurs sont obtenues par moyenne sur plus de 200 études dans les polycristaux, (FCC St : FCC steels) [Randle, 1996].

I.3.7 Énergie des joints de faible désorientation.

La présence d'un joint dans l'édifice bi-cristallin introduit une énergie spécifique au bicristal. L'énergie du joint γ en J/m^2 est donnée en fonction de l'énergie libre de formation par :

$$\gamma = \frac{\partial G}{\partial A_{T,P}} \quad \text{Eq. I-14}$$

Où A est l'aire du joint. La dérivée est prise à température et pression constantes.

L'énergie des joints de flexion symétrique de faible angle de désorientation a été calculée par Read et Shockley [Read and Shockley, 1950]. Ces joints peuvent être décrits comme une succession périodique de dislocations coins, Figure I-24.

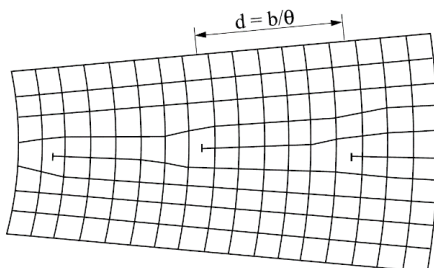


Figure I-24 : Modèle de Read-Shockley.

On montre que d la distance entre dislocations est donnée par le rapport du vecteur de Burgers et de l'angle de désorientation $d = b/\theta$.

L'énergie d'une dislocation coin par unité de longueur de ligne est alors donnée par :

$$E = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{r_0}\right) \quad \text{Eq. I-15}$$

r_0 est le rayon de cœur des dislocations.

L'énergie par unité de surface du joint s'exprimera par $\gamma = \frac{E}{d}$ c'est-à-dire :

$$\gamma(\theta) = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu).d} \ln\left(\frac{d}{b} \cdot \frac{b}{r_0}\right) \quad \text{Eq. I-16}$$

Ou encore

$$\gamma(\theta) = \gamma_0 \theta [A - \ln(\theta)] \quad \text{Eq. I-17}$$

Avec $\gamma_0 = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)}$ et $A = \ln\left(\frac{b}{r_0}\right)$. L'énergie d'un joint de flexion symétrique de faible désorientation est inférieure à 400 mJ/m^2 .

I.3.8 Description et énergie des joints de grand angle

Lorsque la désorientation augmente, la distance d entre dislocations devient de l'ordre de r_0 et les cœurs des dislocations se chevauchent. Les champs de contraintes associés à chaque dislocation s'interpénètrent et il n'est plus possible de calculer l'énergie du joint comme la somme des énergies élastiques associées à chaque dislocation. On peut pourtant étendre la description faite par Franck des joints de faible désorientation à un joint quelconque. C'est l'approche proposée par Franck [Frank, 1950] et Bilby [Bilby, 1955]. Considérons un plan séparant deux cristaux I et II et une rotation $R(\theta)$ d'axe Ox_3 et d'angle θ qui permet de passer de I à II. Soient trois axes d'un repère orthogonal $(Ox_1x_2x_3)$ ou O est un point du joint et un nœud du réseau commun à I et II.

La rotation dans le repère $(Ox_1x_2x_3)$ s'exprimera par la matrice :

$$R = \begin{bmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

Prenons à partir de l'origine O , un vecteur \vec{X} dans le plan du joint. Ce vecteur est commun à I et II. Repérons \vec{X} par rapport à II que nous notons $\vec{X} = \vec{X}_{II}$. Dans le repère lié au cristal I, nous avons $\vec{X}_I = R^{-1}\vec{X}_{II}$: \vec{X}_I à les mêmes composantes dans I que \vec{X}_{II} dans II. Le schéma de la *Figure I-25(a)* illustre cette situation dans le cas d'un joint de coïncidence. Dans le monocristal II, les vecteurs \vec{X}_I et \vec{X}_{II} sont confondus. Un circuit de Burgers partant de l'extrémité de \vec{X}_{II} passant par l'autre extrémité de \vec{X}_{II} puis rejoignant l'extrémité de \vec{X}_I se referme sur lui-même. Ce même circuit, qui a reçu le nom de circuit de Franck, partant de l'extrémité de \vec{X}_{II} dans le plan du joint entoure les dislocations intergranulaires coupées par $\vec{X} = \vec{X}_{II}$ et présente un défaut de fermeture dans le cristal I noté \vec{B} .

De façon inverse, si nous avons repéré \vec{X} dans I par \vec{X}_I puis calculé le vecteur $\vec{X}_{II} = R\vec{X}_I$, nous aurions obtenu un défaut de fermeture \vec{B} dans le cristal II de mêmes composantes par rapport au réseau II, *Figure I-25(b)*.

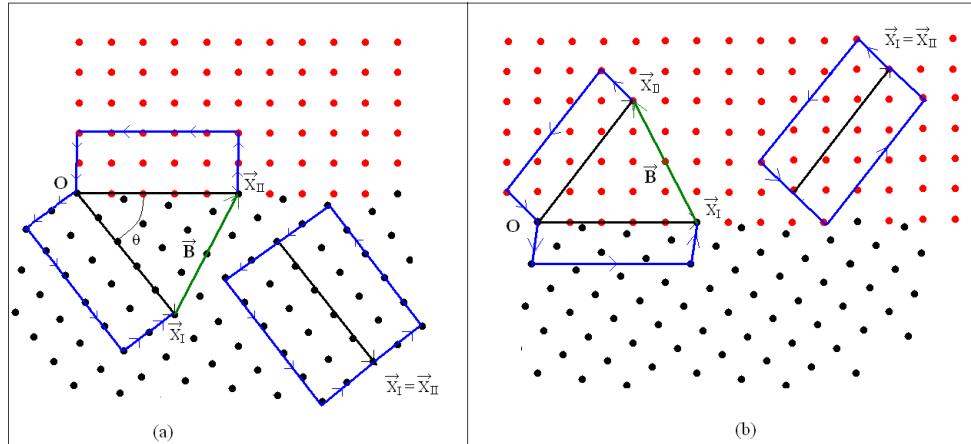


Figure I-25 : Circuit de Franck pour un joint de coïncidence asymétrique d'axe [001] et d'angle $\theta = 36.87^\circ$.

Nous pouvons donc écrire $\vec{B} = \vec{X}_{II} - \vec{X}_I$ et donc

$$\vec{B} = [I - R^{-1}].\vec{X} \quad \text{Eq. I-18}$$

Avec \vec{X} un vecteur du joint. Cette relation n'indique rien sur la nature des dislocations dont la somme donne le vecteur \vec{B} . Les composantes de \vec{B} sont donnés par :

$$\begin{aligned} B_1 &= [1 - \cos(\theta)].X_1 - \sin(\theta).X_2 \\ B_2 &= \sin(\theta).X_1 + [1 - \cos(\theta)].X_2 \\ B_3 &= 0 \end{aligned} \quad \text{Eq. I-19}$$

\vec{B} appartient à un plan perpendiculaire à l'axe de rotation.

Dans le cas d'un joint de faible désorientation $\cos(\theta) \approx 1$ et $\sin(\theta) \approx 0$ on obtient :

$$\begin{aligned} B_1 &= -\theta.X_2 \\ B_2 &= \theta.X_1 \\ B_3 &= 0 \end{aligned} \quad \text{Eq. I-20}$$

On peut alors écrire $\vec{B} = \theta(\vec{u} \wedge \vec{X})$ où \vec{u} est un vecteur unitaire de l'axe de rotation. Pour un joint de flexion, en prenant \vec{X} un vecteur joignant deux dislocations coins consécutives, on retrouve la relation de Franck $d = b/\theta$.

L'énergie d'un joint de forte désorientation s'obtient par simulation atomistique. Un joint défini à partir de ses paramètres géométriques, est soumis à une procédure de relaxation qui minimise son énergie. Cette énergie se calcule comme la somme des énergies d'interaction entre atomes dans un volume fini autour du joint. Cette énergie est donnée à 0K. Les difficultés de cette démarche sont nombreuses parmi celles-ci :

- Le choix du potentiel interatomique
- Le volume choisi pour le calcul (étendue du joint)

- La minimisation de l'énergie qui peut conduire à un minimum local
- Le calcul de l'entropie qui est négligée.

Le calcul de l'énergie des joints permet de les classer grâce à l'évolution de celle-ci en fonction d'un paramètre géométrique qui est souvent l'angle de désorientation. La *Figure I-26* donne l'allure générale de l'évolution de l'énergie d'un joint de flexion symétrique en fonction de la désorientation θ . On définit ainsi **les joints singuliers** dont les minima d'énergie sont très profonds comme les joints $\Sigma=3$, les **joints vicinaux** d'énergie voisine aux joints singuliers et **les joints généraux** qui correspondent au maximum d'énergie. On constate par ailleurs qu'il n'y a aucune relation simple entre l'indice de coïncidence Σ et l'énergie du joint. Il faut ajouter que la représentation donnée par la *Figure I-26* est incomplète dans le cas d'un joint non symétrique car il faut alors préciser le plan du joint et l'énergie varie en fonction de ce plan.

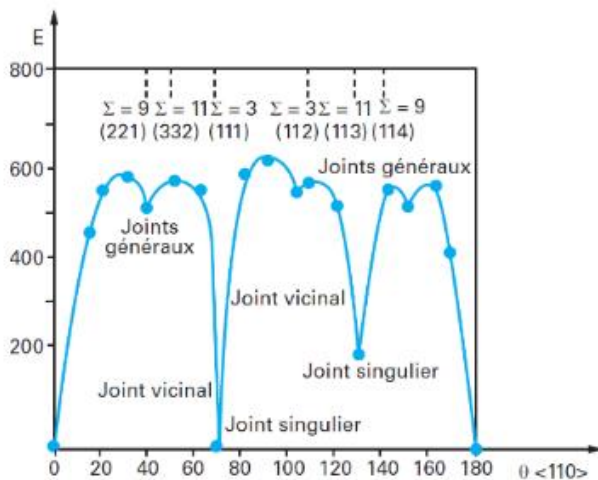


Figure I-26 : Évolution de l'énergie intergranulaire en fonction des angles de rotation pour des joints de flexion $\langle 110 \rangle$ [Priester and Thibault-Penisson, 2010].

I.3.9 Structure de dislocation des joints de grains et approche discrète de Bollmann

Dans un joint de grains, les zones où se trouvent les défauts se situent entre les zones de coïncidence. Ainsi comme nous l'avons vu pour le joint de coïncidence de la *Figure I-27*, nous avons choisi un circuit de Franck qui part d'un nœud du réseau de coïncidence. Le défaut de fermeture part ou arrive en un nœud du réseau CSL. Ainsi le circuit de Franck entoure une région perturbée du joint. La coïncidence disparaît avec la variation de l'angle θ . Comment alors repérer les zones du joint qui sont en mauvais accord ? Pour répondre à cette question Bollmann étend la notion de coïncidence à des points intérieurs aux mailles des deux grains qui se superposent par translation du cristal I. Il obtient ainsi les points \vec{X}_0 du réseau « O » dont l'équation est donnée par :

$$\vec{B}_m = [I - R^{-1}] \cdot \vec{X}_0 \quad \text{Eq. I-21}$$

Cette relation est identique à celle proposée par Franck [Frank, 1950] et Bilby [Bilby, 1955]. La différence tient à ce que Bollmann propose d'exprimer \vec{B}_m comme la somme des vecteurs de Burgers du cristal I. Ces dislocations sont nommées dislocations intrinsèques primaires. Le joint de grain peut alors être décrit comme un réseau périodique de dislocations intrinsèques dont la périodicité est celle du réseau « O ». Le réseau « O » peut être défini pour chaque valeur de l'angle de désorientation. Les points du réseau « O » se rapprochent quand θ augmente. Lorsqu'il y a coïncidence les points du réseau CSL sont des points particuliers du réseau « O ».

La *Figure I-27(a)* montre le réseau « O » d'un joint de torsion d'axe [001] d'un cubique simple en position de coïncidence, $\theta = 36.87^\circ$. La *Figure I-27(b)* nous montre le réseau zéro lorsque le joint n'est pas en coïncidence.

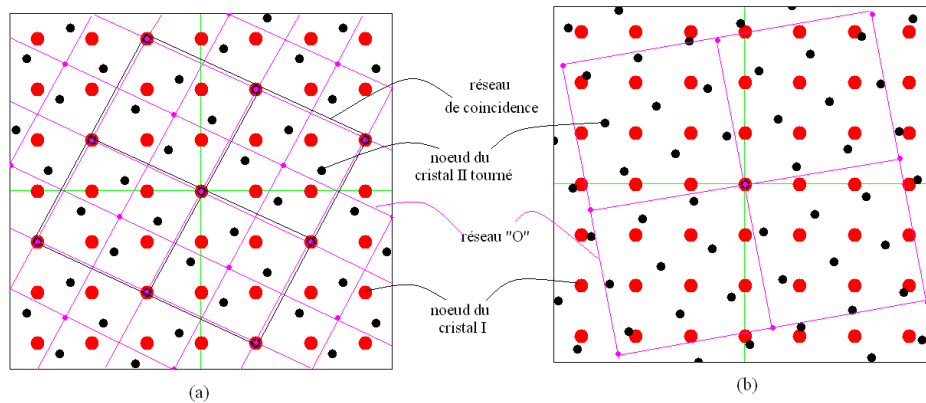


Figure I-27 : Réseau « O » joint de torsion cubique simple, axe [001], CS. (a) En coïncidence $\theta = 36.87^\circ$ et (b) sans coïncidence $\theta = 20^\circ$.

On peut constater *Figure I-27* que chaque nœud du réseau « O » peut-être l'origine de la rotation qui permet de passer du cristal I au cristal II. Recherchant un autre invariant que le monocristal, Bollmann postule que le joint de grains adopte autant que possible la structure du joint de coïncidence le plus proche moyennant des relaxations sous forme de dislocations intrinsèques secondaires. Pour les joints coïncidents de faible désorientation, cette description a été confirmée par les observations obtenues en microscopie électronique par contraste de contrainte [Schober and Balluffi, 1969]. Le réseau de coïncidence devient ainsi un invariant. Un joint CSL ne contient que des dislocations primaires. Les joints non coïncidents de grand angle présentent formellement des dislocations intrinsèques primaires et secondaires, mais seules les dislocations secondaires peuvent être observées car les dislocations primaires se chevauchent. La *Figure I-28* donne les distances entre les dislocations primaires et entre les dislocations secondaires dans un joint de flexion (001) pour l'or en fonction de l'angle de désorientation θ . La courbe en trait plein indique l'espacement des dislocations primaires, les courbes en pointillées l'espacement des dislocations secondaires.

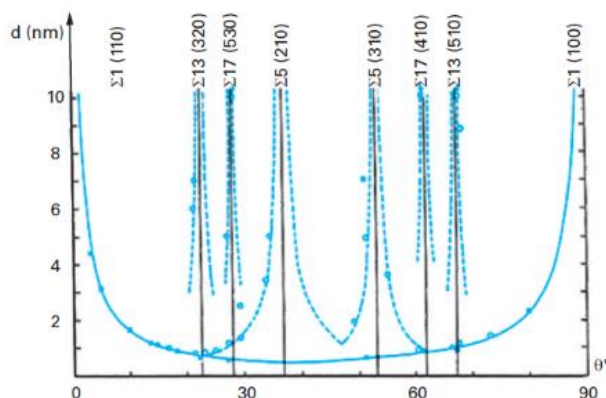


Figure I-28 : Espacement entre dislocations primaires (trait plein) et espacement entre dislocations secondaires (traits pointillés) dans un joint de flexion d'axe (001) pour l'or en fonction de la désorientation θ . Les points indiquent les joints pour lesquels des distributions périodiques de dislocations ont été observées (D'après E. Kwan et R.W. Balluffi) [Priester and Thibault-Penisson, 2010].

I.3.10 Modèle des unités structurales

Le modèle des dislocations intrinsèques de Bollmann ne correspond pas à l'état d'énergie minimale du joint car il n'utilise pas les degrés de liberté des déplacements microscopiques d'atomes qui conduisent par relaxation à des structures plus stables. Une nouvelle démarche

propose de s'intéresser à l'arrangement local des atomes et d'en dégager différents types d'unités structurales. Ces unités structurales sont des polyèdres dont on étudie l'arrangement ordonné dans le plan du joint de grains. Ce modèle décrit l'évolution de cet arrangement lorsque qu'un paramètre macroscopique, désorientation ou inclinaison du plan du joint, varie continûment. Le principe du modèle des unités structurales est le suivant : tout joint de grains de longue période de désorientation θ et d'axe (u, v, w) peut-être décrit en terme d'arrangement séquentiel d'unité structurale associée à deux joints de courte période θ_i et θ_j de même axe de rotation et de même plan médian, tel que $\theta_i < \theta < \theta_j$. À l'aide de simulations atomistiques, on recherche le minimum d'énergie de joints qui ont la particularité d'être décrits par la succession d'une seule unité structurale. Ces joints sont nommés joints favorisés. Un joint quelconque, qu'on peut situer entre deux joints favorisés dans les conditions énoncées précédemment, pourra alors être décrit à l'aide des unités structurales de ces deux joints favorisés. Un exemple de cette démarche est donné *Figure I-29*. On donne deux types de joints favorisés d'axe (110) , un joint $\Sigma 9$ de plan $\{221\}$ et d'angle 38.94° et un joint $\Sigma 3$ de plan $\{111\}$ et d'angle 70.53° . À l'état relaxé, ces deux joints se modélisent chacun à l'aide d'une seule unité structurale. L'unité E pour le joint $\Sigma 9$ et l'unité D pour le joint $\Sigma 3$. On désire définir l'arrangement des unités structurales d'un joint $\Sigma 11$ de plan $\{332\}$ et d'angle 50.48° . Le modèle prédit qu'il peut être décrit par un assemblage périodique de motif E et D. C'est ce que confirme l'observation au TEM *Figure I-29*.

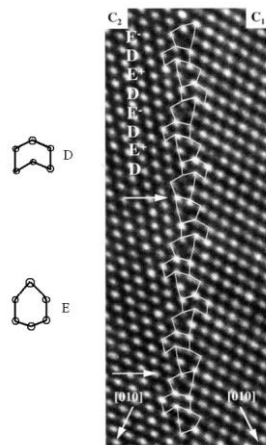


Figure I-29 : Joint $\Sigma 11$ d'axe $[110]$ de plan $\{332\}$ et d'angle 50.48° pour le nickel décrit par les motifs structuraux des joints favorisés de même axe [Duparc et al., 2000].

I.3.11 Mécanismes de migration des joints de grains

Différents modèles ont été proposés pour décrire la migration des joints de grains. Aucun d'eux n'arrive à donner une vision universelle éclairant la complexité des différentes situations de migration. Le modèle le plus général et le moins explicatif est le modèle phénoménologique.

I.3.12 Modèle phénoménologique

Sous l'effet d'une force, un joint de grains peut se déplacer perpendiculairement à son plan. On parle alors de migration. La vitesse de migration dépend de nombreux paramètres tels que la désorientation, l'axe de rotation, l'inclinaison du plan de joint, la présence d'impuretés, l'arrangement atomique du joint, sa température etc. Le modèle phénoménologique le plus couramment admis exprime la vitesse de migration v en m/s en fonction de la force motrice P en (MPa) et de la mobilité M du joint en ($m^4/J.s$) par [Gottstein and Shvindlerman, 2010] :

$$v = M \times P \quad \text{Eq. I-22}$$

La mobilité dépend de la température suivant une loi d'Arrhenius.

$$M = M_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G}{k_B \cdot T}\right) \quad \text{Eq. I-23}$$

M est la mobilité, exprimé en $m \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}$, ΔG est l'énergie d'activation, k_B est la constante de Boltzmann ($k_B = 1.381 \times 10^{-23} J \cdot K^{-1}$). M_0 est appelée constante pré-exponentielle. La loi d'Arrhenius n'est cependant pas toujours observée : Dans un article récent, [Priedeman et al., 2017] évoque dans le cadre d'une étude de simulation atomistique, l'existence de joints qui pour certaines orientations de leurs plans ont une mobilité indépendante de la température (migration athermique), ou une mobilité qui décroît avec la température (mobilité anti-thermique) ou enfin une mobilité ne variant pas de façon univoque avec la température.

La mobilité dépend aussi de la présence d'impuretés. Dans le cas où la concentration en impuretés est importante, la mobilité M se décompose en une mobilité d'intrinsèque M_I (corps pur) et une mobilité extrinsèque M_{II} (impuretés) [Sun and Bauer, 1970b; Viswanathan and Bauer, 1973]. M s'écrit alors :

$$\frac{1}{M} = \frac{1}{M_I} + \frac{1}{M_{II}} \quad \text{Eq. I-24}$$

M_{II} est une fonction complexe de la concentration en impuretés.

I.3.13 Modèle de Read et Shockley pour les LAGB

La migration sous l'effet d'une contrainte imposée a été observée pour la première fois dans des joints de faible désorientation (LAGB) du zinc par Douglas [Bainbridge et al., 1954]. Les joints de faible désorientation sont correctement décrits à l'aide d'un réseau périodique de dislocations primaires par le modèle de Read et Shockley [Read and Shockley, 1950]. L'application d'une contrainte de cisaillement produit une force qui s'exerce sur chaque dislocation. Elles se déplacent alors dans leur plan de glissement provoquant la migration du joint. Ainsi la migration LAGB peut être interprétée dans le cadre de la théorie des dislocations. La généralisation du modèle de migration de Read et Shockley aux joints de fortes désorientations (HAGB) n'est pas aisée. Les deux types de migration LAGB et HAGB jouent des rôles importants et distincts lors de la recristallisation et de la croissance. La migration LAGB apparait lors de la restauration et de la germination. La migration HAGB apparait pendant et après la recristallisation primaire. Diverses théories ont tenté d'expliquer la migration des joints HAGB. Par exemple, Gleiter publie en 1969 des travaux sur la migration dans un alliage Al-Cu contenant 0.39% en poids de Cu, [Gleiter, 1969]. Les observations par microscope électronique en transmission montrent que le joint a une structure en gradins formés par l'extrémité des plans atomiques denses. La migration aurait lieu lors de l'émission et de l'absorption d'atomes sur ces gradins. Ces gradins pourraient se constituer lors de la déformation plastique, au voisinage des jonctions triples ou encore provenir d'une spirale de Frank. L'hypothèse d'une croissance par spirale implique l'existence de dislocations dans le plan du joint dont une composante est hors plan. Malgré l'intérêt de ces études, c'est le modèle de Cahn, [Cahn et al., 2006], qui semble faire référence.

I.3.14 Modèle de Cahn

Le modèle de Cahn [Cahn and Taylor, 2004] est une généralisation du modèle de la migration des joints de faibles désorientations aux joints de fortes désorientations. Cahn fait l'hypothèse que la migration produit une déformation de cisaillement du réseau balayé par le joint en mouvement. Le glissement dans le plan du joint est donc nécessaire à son déplacement normal. Dans cette théorie, le facteur de couplage entre déplacement parallèle et normal au joint dépend uniquement de la densité de dislocations qui varie continûment avec l'angle de désorientation. En conséquence, le facteur de couplage est une fonction continue de θ . Ce couplage implique deux étapes :

- 1- La déformation plastique du réseau par déplacement des dislocations primaires du joint le long des plans de glissement qui décroît sans changement d'orientation.
- 2- Une rotation du réseau du grain en décroissance qui prend l'orientation du grain en croissance.

Le cisaillement produit à la première étape dépend de la densité de dislocations du joint ; lors de la deuxième étape, afin d'assurer la continuité du cristal laissé en arrière par le déplacement du joint, le réseau tourne autour de l'axe de rotation d'un angle θ .

I.3.15 Modèle des disconnections

[Rajabzadeh et al., 2014] décrivent la migration des joints soumis à un cisaillement en faisant intervenir un type de défaut spécifique au joint de grains qu'on nomme « disconnection ». Ce type de défaut a été décrit pour la première fois par Hirth [Hirth, 1994]. Pour définir les « disconnections », il faut revenir à la théorie de Bollman. Les imperfections du cristal sont caractérisées par leur défaut de fermeture. Les défauts de fermeture sont des vecteurs de translation du cristal. Les imperfections propres au joint seront caractérisées par l'écart d'un joint quelconque à la coïncidence la plus proche. Le défaut de fermeture de ces imperfections ne sera plus un vecteur de translation du cristal mais un vecteur du réseau DSC. Le réseau DSC est constitué de toutes les translations qui partant d'un atome du réseau bicolore permettent de retrouver la coïncidence la plus proche. Ce sont ces défauts qu'on nomme « disconnection » ou comme nous l'avons évoqué au chapitre I.3.9, dislocations intrinsèques secondaires. Si le vecteur de Burgers de la « disconnection » n'est pas contenu dans le plan du joint, on verra apparaître une marche à la frontière entre grain. Les « disconnections » peuvent avoir un vecteur de Burgers possédant une composante de glissement et de montée rendant possible une déformation parallèle et perpendiculairement au plan du joint. Ainsi le modèle des « disconnections » introduit le couplage postulé par Cahn de façon naturelle.

I.3.16 Forces motrices.

Dans le livre [Gottstein and Shvindlerman, 2010], les principales forces motrices qui s'exercent sur les joints sont énumérées ; il s'agit de :

- La différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint

- La courbure du joint de grains
- La différence d'énergie de surface
- La différence de densité de déformation élastique
- Le gradient de température
- La présence d'un champ magnétique.

Pour un matériau CFC pur, les trois forces motrices qui permettent de faire l'étude de migration de joint de grains sont la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint, la courbure du joint de grains et la différence de densité de déformation élastique de part et d'autre du joint.

- Différence de densité de dislocations

Beck et Sperry dans leur étude [Beck and Sperry, 1950] ont étudié la recristallisation d'un aluminium de haute pureté préalablement laminé à 7.5% puis recuit. La *Figure I-30* montre les positions successives des joints pendant un recuit continu à 500°C pour quatre temps différents. Les auteurs ont constaté que la force motrice due à la différence d'énergie stockée dans les grains déformés pouvait s'opposer à la force motrice liée à la courbure du joint. [Béucia, 2016] plus récemment a étudié la migration de joints de grains dans un Al pur déformé de 3% et de recuit dans un MEB. Il a montré que la somme de ces deux forces motrices (énergie stockée et force due à la courbure de joint de grains) était bien positive dans la plupart des cas.

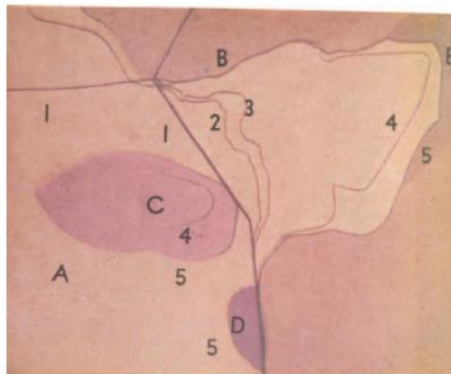


Figure I-30 : Observation de la recristallisation dans un échantillon d'aluminium de haute pureté laminé à 7.5% , recuit à 600°C pendant 90 min, puis recuit à 500°C pendant 5 secondes (2), 5 secondes (3), 15 secondes (4) et 7 secondes (5) [Beck and Sperry, 1950].

On observe alors la migration de certains joints depuis les grains les moins déformés vers les grains les plus déformés. L'énergie stockée due à la déformation plastique est directement liée à la densité de dislocations ρ . La force motrice a pour expression :

$$P = \alpha \mu b^2 \Delta \rho \quad \text{Eq. I-25}$$

α est le pré-facteur exponentiel de l'énergie des dislocations, μ est le module de cisaillement (GPa), b est le module du vecteur de Burgers (m) et $\Delta \rho = \rho_2 - \rho_1$ est la différence de densités de dislocations ($1/m^2$). [Gleiter and Chalmers, 1972; Gottstein, 2004a; Gottstein and Shvindlerman, 2010]. Les valeurs théoriques des paramètres de la loi de comportement pour le monocristal de cuivre sont : $\mu = 42GPa$, $\alpha = 0.5$ et $b = 2.56 \times 10^{-10}m$ [Fivel and Forest, 2004].

Tableau I-4 : Estimation des différentes forces motrices [Gottstein and Shvindlerman, 2010].

Nature de la force motrice	Approximation des valeurs des paramètres	Estimation de la force motrice
Énergie stockée lors de la déformation plastique	$\rho = \text{densité de dislocation} \sim 10^{15} \text{m}^{-2}$ $\mu b^2/2 = \text{énergie de dislocation} \sim 10^{-8} \text{J/m}$	10 (MPa)
Courbure du joint de grains	$\gamma = \text{énergie de courbure} \sim 0.5 \text{J/m}^2$ $R \text{ rayon de courbure} \sim 10^{-4} \text{m}$	10^{-2} (MPa)

- Courbure du joint

Le changement d'énergie libre du système associé à la réduction de la surface de joint fournit la force motrice pour la croissance normale des grains. Ainsi, les joints ont tendance à migrer vers leur centre de courbure. La force motrice est le produit du rayon de courbure κ par l'énergie γ du joint. [Balluffi and Allen, 2005; Sun and Bauer, 1970a].

$$P = \kappa \cdot \gamma \quad \text{Eq. I-26}$$

On a observé très tôt le rôle de la courbure dans la migration des joints. Dans une étude de 1950, Beck et Sperry montrent la migration des joints dans l'aluminium recuit à 600°C sans énergie stockée *Figure I-31*. La plupart des joints se déplace vers leur centre de courbure.

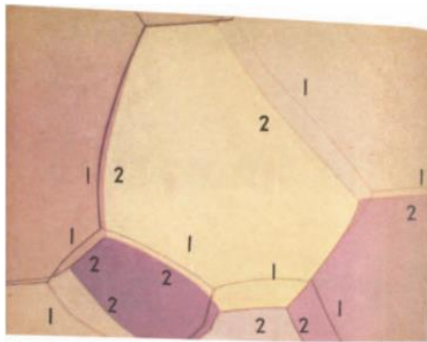


Figure I-31 : Joints dans l'aluminium de haute pureté, (1) après un 1^{er} recuit à 600°C pendant 2 minutes et (2) après un 2nd recuit de 30 secondes à 600°C. [Beck and Sperry, 1950].

Upmanyu [Upmanyu et al., 1999] a mesuré la vitesse de migration d'un joint en U (cf. *Figure I-35*, §I.6-1) en fonction du rayon de courbure, *Figure I-32*. L'étude a été conduite sur un joint d'aluminium pur d'axe $\langle 111 \rangle$. On y constate une évolution linéaire de la vitesse de migration en fonction de la courbure avec un écart à la linéarité pour les joints de faible courbure.

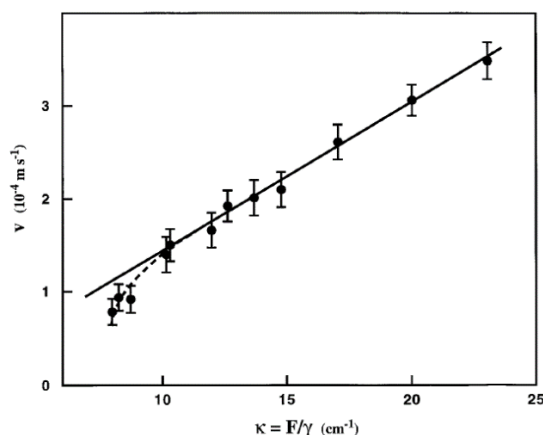


Figure I-32 : Vitesse de migration en fonction de κ pour Al pur [Upmanyu et al., 1999].

- Différence de densité de déformation élastique de part et d'autre du joint

L'une des forces motrices qui participe à la migration de joint est due à la différence de densité d'énergie de déformation élastique de chaque grain. Cette différence a pour origine

l'anisotropie élastique du monocristal. Le comportement élastique d'un monocristal CFC est caractérisé par son module directionnel $\vec{E}_{\vec{X}}$ dans la direction $\vec{X} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}$. Siebörger, [Siebörger et al., 2001] donne l'expression :

$$\frac{1}{E_{\vec{X}}} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + C_{12})} + \left(\frac{1}{C_{44}} - 2 \frac{1}{C_{44} - C_{12}} \right) \cdot \frac{x_1^2 x_2^2 + x_2^2 x_3^2 + x_3^2 x_1^2}{\|\vec{X}\|^4} \quad \text{Eq. I-27}$$

Où les C_{ij} sont les modules de souplesse du cristal en notation de Voigt.

Si on soumet un bicristal à une déformation imposée, les contraintes seront différentes dans chaque cristal et à l'interface, il résultera une force motrice qui s'exercera sur le joint.

Cette force s'exprime par :

$$P = \frac{1}{2} \int \frac{\sigma_{G_1} : \varepsilon_{G_1}}{V_{G_1}} dV_{G_1} - \frac{1}{2} \int \frac{\sigma_{G_2} : \varepsilon_{G_2}}{V_{G_2}} dV_{G_2} \quad \text{Eq. I-28}$$

Cette expression est souvent utilisée dans l'étude de la migration par dynamique moléculaire [Gottstein and Shvindlerman, 2010; Zhang et al., 2004].

I.3.17 Mobilités de joints de grains

- Dépendance de la mobilité avec l'angle de désorientation

Plusieurs études ont été menées pour clarifier la dépendance de la mobilité en fonction de l'angle de désorientation. Nous commencerons par exposer l'étude expérimentale de [Winning et al., 2001]. Cette étude porte sur la migration de joints de flexion symétriques dans des bicristaux d'aluminium de très haute pureté sous l'influence d'une faible contrainte mécanique. Ces joints sont respectivement d'axes $\langle 112 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. La figure montre à deux températures 573K et 873K la mobilité en fonction de l'angle de désorientation. On peut tout d'abord constater une variation brutale de la mobilité lors du passage par une désorientation de 14° aux deux températures. Notons que 14° est la limite fixée par le critère de Brandon en dessous de laquelle le joint est considéré comme étant de faible désorientation. L'étude de 1973 de Viswanathan [Viswanathan and Bauer, 1973] fixe à 9° et 13° le passage d'une mobilité LAGB à HAGB dans le cuivre respectivement pour un joint mixte et un joint de flexion pure. La *Figure I-33* montre, qu'à basse température, la mobilité des joints LAGB est inférieure à celle des joints HAGB et cette tendance s'inverse à haute température. L'évaluation de l'énergie d'activation de la migration pour les joints LAGB est de l'ordre de l'enthalpie d'autodiffusion, ce qui indique que la migration LAGB est contrôlée par la montée des dislocations. L'énergie d'activation des joints HAGB est plus faible. L'étude sur le cuivre de Viswanathan [Viswanathan and Bauer, 1973] confirme ces points en donnant une énergie d'activation de la migration de 49kcal/mole, de 47kcal/mole pour l'enthalpie d'autodiffusion et de 28 kcal/mole pour la migration des joints de forte désorientation. La *Figure I-33* montre que la mobilité des joints LAGB varie peu avec la désorientation mais ce résultat est contesté par de nombreuses études.

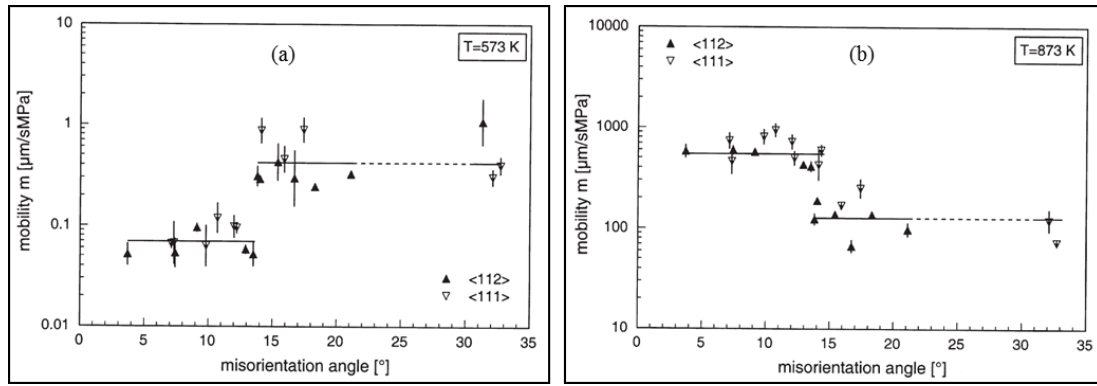


Figure I-33 : Mobilité des joints de grains en fonction de l'angle de désorientation pour un joint plan de symétrie de flexion $\langle 112 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans l'aluminium, (a) à $T=573\text{K}$ et (b) $T=873\text{K}$ [Winning et al., 2001].

Par exemple, Huang [Huang and Humphreys, 2000] observe pour l'aluminium-0.05%Si une forte croissance de la mobilité des joints LAGB avec la désorientation, *Figure I-34*. Ce résultat implique que la mobilité des joints LAGB est inférieure à celle des joints HAGB. Ce résultat est en cohérence avec les travaux de Graham and Cahn (1956) sur l'aluminium, de Rutter and Aust (1960) sur le plomb et de Walter and Dunn (1960) sur le fer.

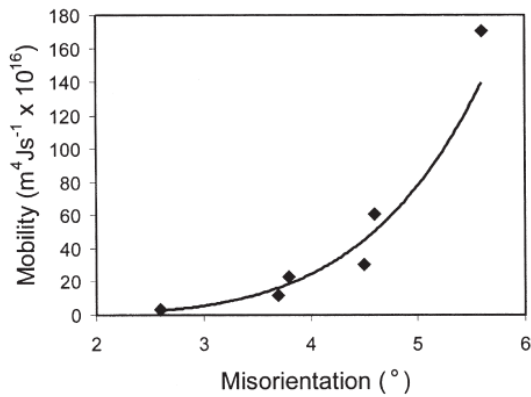


Figure I-34 : Évolution de la mobilité des joints LAGB avec la désorientation pour l'aluminium Al-0.05%Si à 300°C [Huang and Humphreys, 2000].

La première étude systématique utilisant à la fois la simulation en dynamique moléculaire et l'observation expérimentale furent menés sur l'aluminium par [Upmanyu et al., 1999]. Le potentiel utilisé pour la simulation est celui de Lennard-Jones. La simulation reproduit une expérience de migration sur un joint traversant en forme de U. La force motrice est la courbure du joint et la migration laisse inchangée la forme du joint *Figure I-35*.

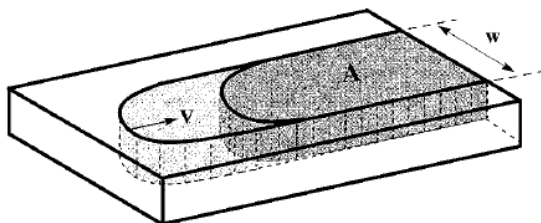


Figure I-35 : Expérience et simulation d'un joint en forme de U [Upmanyu et al., 1999].

La vitesse de migration v est donnée en fonction de la mobilité par :

$$v = M \cdot \kappa \cdot \gamma \quad \text{Eq. I-29}$$

Où κ est le rayon de courbure et γ l'énergie de surface du joint.

L'étude a exploré des désorientations comprises entre 30° et 40° pour la simulation et entre 38° et 44° pour l'expérience avec des joints d'axe (111) . On constate *Figure I-36(a)* que l'énergie

d'activation ne varie pas de façon monotone avec la désorientation, mais présente deux minima pour des désorientations correspondant à $\Sigma = 13$ ($\theta = 32.2^\circ$) et $\Sigma = 7$ ($\theta = 38.32^\circ$).

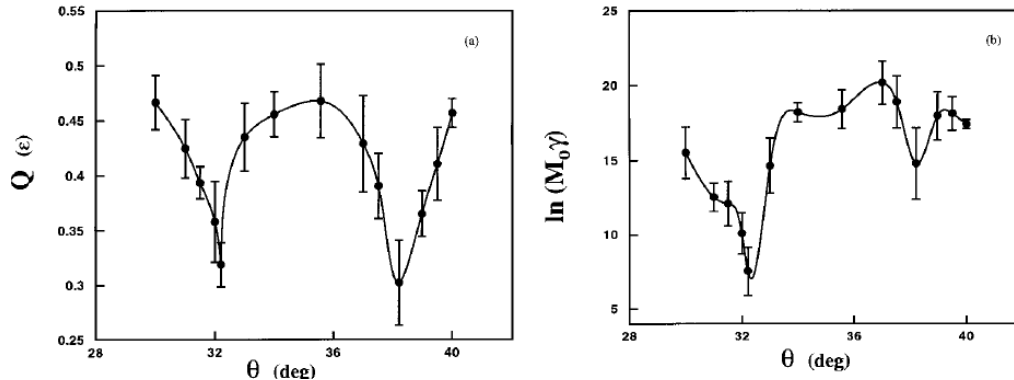


Figure I-36 : Énergie d'activation et facteur pré-exponentiel en fonction de l'angle de désorientation [Upmanyu et al., 1999].

Le facteur pré-exponentiel présente les mêmes minima *Figure I-36(b)*. L'expérience confirme la présence d'un minimum pour une orientation proche de 38.32° *Figure I-37*.

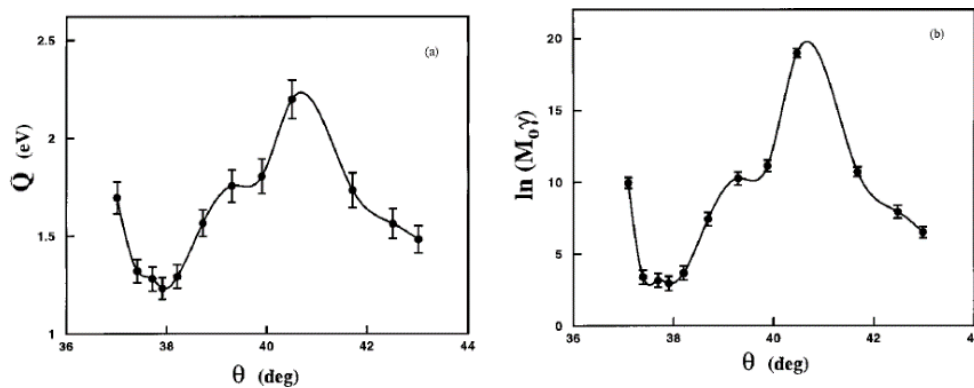


Figure I-37 : Résultats de l'expérience sur aluminium pur [Upmanyu et al., 1999].

À partir d'une compilation de différents auteurs, le *Tableau I-5* donne les joints CSL de plus grande mobilité pour le cuivre.

Tableau I-5 : Relation entre CSL théorique et désorientation expérimentale dans le cuivre permettant d'avoir la croissance de grain la plus rapide [Humphreys and Hatherly, 2004c].

CSL			Expérimental		Références
Sigma	Rotation	Axis	Rotation	Axis	
7	38.2	$\langle 111 \rangle$	38	$\langle 111 \rangle$	[Kronberg and Wilson, 1949]
13a	22.6	$\langle 100 \rangle$	19	$\langle 100 \rangle$	[Kronberg and Wilson, 1949]
13b	27.8	$\langle 111 \rangle$	30	$\langle 111 \rangle$	Beck (1954)

- **Dépendance de la mobilité avec la structure d'interface. Mobilité des joints de maclage**

Comme nous venons de le souligner, l'énergie d'activation présente des minima pour des joints de coïncidence de faible indice dans l'aluminium. On peut penser que la structure des interfaces affecte la migration des joints. On distingue trois types d'interfaces : les interfaces cohérentes, semi-cohérentes ou incohérentes [Aaronson et al., 1990; Madeleine, 2003]. L'interface est cohérente quand les atomes d'interface sont en coïncidence. Pour l'interface incohérente, aucun atome n'est en coïncidence. Dans les interfaces semi-cohérentes, certains atomes de l'interface coïncident et d'autres non. La formation d'une interface de maclage dépend de la valeur relative

de l'énergie d'interface. Si l'énergie d'interface est faible, par exemple dans le cas de cuivre tel que $\gamma_{gb} \geq 10\gamma_{sf} \geq \gamma_{twi}$, la formation de macles apparaît très fréquemment, mais si l'énergie d'interface est grande, comme dans le cas d'aluminium, le processus de formation est très rare [Smallman, 1985b]. L'énergie d'interface d'un joint de macle cohérent dans le cas du cuivre est voisine de zéro [Humphreys and Hatherly, 2004b]. Le joint de macle cohérent ne migre pas mais peut croître avec la croissance du grain parent sous l'effet de la température. Une étude de la croissance de grains et des macles dans le nickel de pureté commerciale montre que le pourcentage de joint $\Sigma 3$ ne change pas au cours de recuit [Randle et al., 2008].

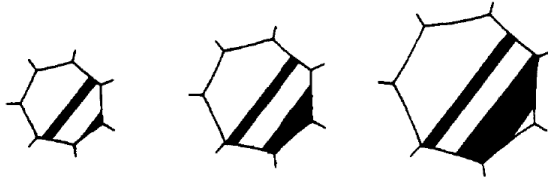


Figure I-38 : Mécanisme d'augmentation de largeur de macle pendant la croissance de grain [Burke and Turnbull, 1952].

Par contre, les joints de macles incohérents peuvent migrer. L'énergie d'interface de ce type de joint n'est pas très différent de celle des joints généraux.

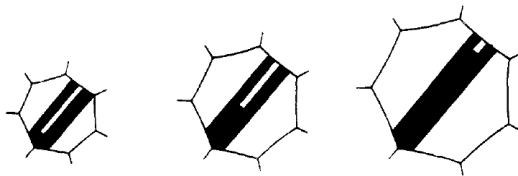


Figure I-39 : Schéma illustrant la migration de joints de macles incohérents [Burke and Turnbull, 1952].

[Field et al., 2004] observent par microscopie à balayage la migration d'un joint de macle incohérent dans le cuivre OFHC à l'état initial et à l'état déformé à 5%, à 10% et à 15% (Figure I-40).

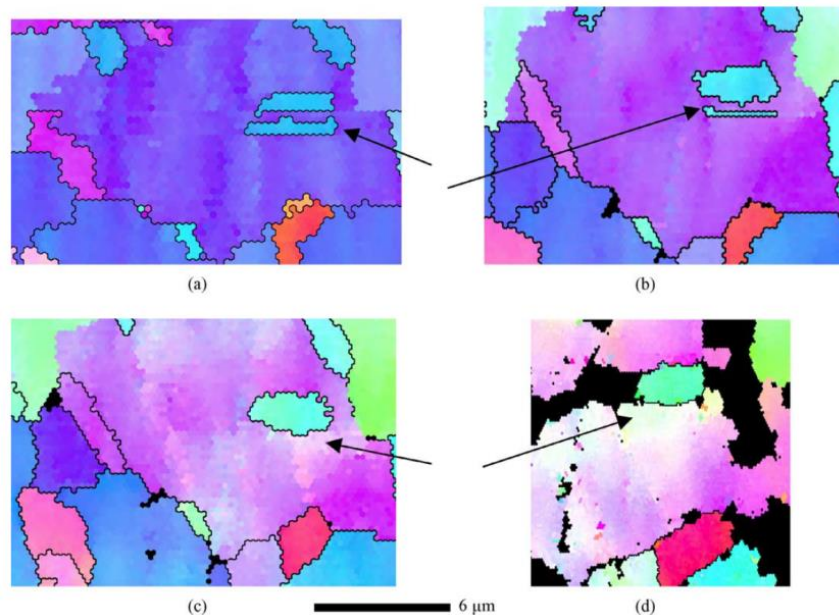


Figure I-40 : Cartographie d'orientation (IPF) de grains et de macles, (a) état initial, (b) 5%, (c) 10% et (d) 15% de déformation plastique. Les flèches noires indiquent la zone d'observation de la migration des macles [Field et al., 2004].

Par ailleurs [Field et al., 2007] montrent la formation de macles dans le cuivre pendant la croissance de grains par des recuits in-situ sous MEB. Il observe que la faible vitesse de migration de joint de grains est liée à la formation de macles, Figure I-41.

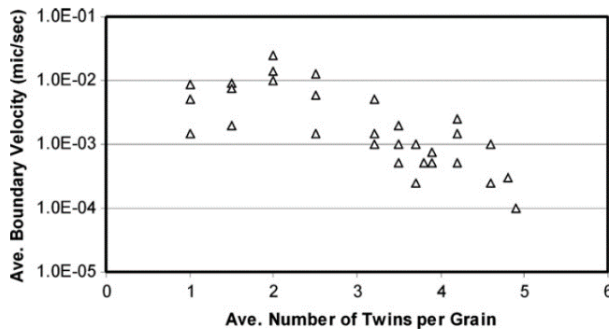


Figure I-41 : Vitesse de migration de JdG en fonction du nombre de macles par grain [Field et al., 2007].

- Dépendance de la mobilité avec la présence d'impuretés-Effet Zener

Les joints de grains sont épinglés par les particules qui ralentissent leur migration. Lorsqu'un joint de grains rencontre un précipité, la partie du joint en contact avec ce précipité est éliminée avec réduction d'énergie. Ce phénomène d'épinglage est analysé par Zener et Smaith [Zener and Smaith, 1948]. Il est nécessaire de recréer la partie du joint manquant pour permettre au joint de grains de poursuivre sa migration.

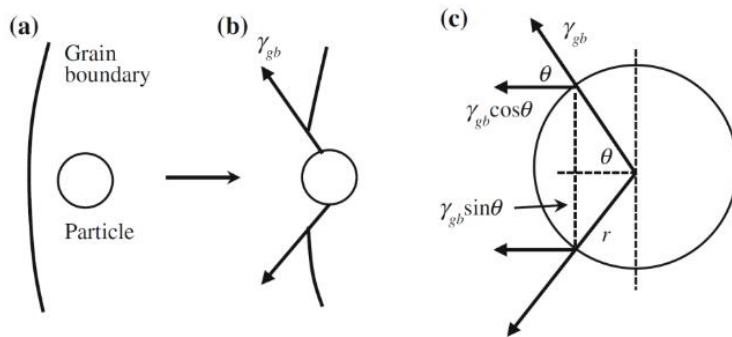


Figure I-42 : Interaction de migration d'un joint de grains avec un particule immobile, (a) l'approche de la particule par le joint de grains, (b) interaction entre le joint de grains et (c) détail de la géométrie d'interaction entre le joint de grains et la particule [Rahaman, 2003].

La force de Zener F_z due à l'action des particules s'oppose donc à la force motrice de migration.

$$F_z = \frac{3\gamma f}{2r} \quad \text{Eq. I-30}$$

F_z est la pression de Zener, r est le rayon de particule, γ est l'énergie d'interface par unité de la surface et f est la fraction volumique des inclusions dans le matériau. Dans le cas d'un matériau monphasé de haute pureté, l'effet Zener peut être négligé.

- Rôle des joints triples dans la mobilité

Sur la surface libre d'un polycristal de cuivre de haute pureté, les défauts présents sont des joints de grains, des joints de macles et des joints triples. Dans ce paragraphe, nous allons décrire le rôle des joints triples sur la mobilité des joints.

Un joint triple ou une jonction triple est un défaut unidimensionnel défini par l'intersection de trois lignes. Ces trois lignes s'obtiennent par la rencontre de trois cristaux ou la rencontre de trois joints de grains. Ce type de jonction influence forcément le comportement des matériaux mais est resté peu étudié en comparaison avec les joints de grains. Pour décrire un joint triple, nous avons besoin de onze variables géométriques macroscopiques indépendantes. Les onze variables géométriques sont les suivantes : 6 variables indépendantes pour décrire les rotations de grain à grain et 5 variables géométriques pour décrire le positionnement des trois plans se rencontrent selon une ligne [Priester, 2006]. Une étude de l'influence de joints triples dans un

tri-cristal d'Al de haute pureté (99.999%) sur la mobilité de joint de grains a été réalisée par [Protasova et al., 2001]. Cette étude montre que l'ensemble des joints de grains constituant le joint triple pouvait être contrôlé par le mouvement très lent de la jonction triple. Cet auteur a constaté que l'influence de joints triples dépendait de la température. Cette influence est particulièrement forte à basse température et dans le cas d'une faible taille de grains. À plus haute température, le mouvement des joints de grains est moins affecté par la jonction triple.

I.4 Restauration et Recristallisation

I.4.1 Étapes de la recristallisation

Lors de la déformation plastique des métaux, de nombreux défauts cristallins sont créés. On observe en particulier une forte augmentation de la densité de dislocation. Ces défauts engendrent des distorsions élastiques du réseau cristallin et donc une énergie potentielle stockée. En raison de l'existence de cette énergie élastique, le métal se trouve dans un état thermodynamique métastable. Il retrouvera un état stable par différents processus qui sont le plus souvent thermiquement activés. Un schéma général de ce retour à l'équilibre est proposé *Figure I-43*. À partir d'un taux de déformation plastique, il se forme dans les grains écrouis, un enchevêtrement de dislocations *Figure I-43(a)*. Lorsqu'on élève la température, le nombre de lacunes diminue et la densité de dislocations décroît. C'est l'étape de restauration pendant laquelle il se produit un réarrangement de la structure de dislocations sans modification de la structure de joint, *Figure I-43(b)*. Dans l'étape suivante, *Figure I-43(c)* apparaît des germes dans des zones contenant de nombreux défauts comme les joints ou les sous-joints. On obtient alors un métal partiellement recristallisé. Sous l'effet du temps et de la température, les zones recristallisées vont croître éliminant complètement l'énergie stockée qui sert alors de force motrice à cette croissance. On arrive ainsi à une recristallisation complète, *Figure I-43(d)*. Poursuivent leur croissance jusqu'à un état stable, si on augmente la température de recuit, on peut avoir une surface de croissance *Figure I-43(e)*, allant parfois jusqu'à la croissance anormale de quelques grains *Figure I-43(f)*.

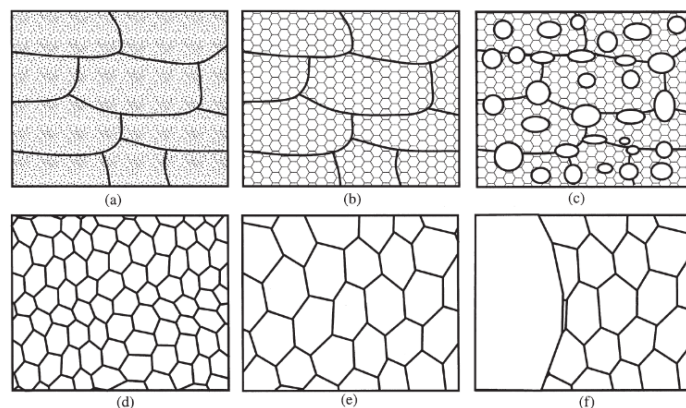


Figure I-43 : Représentation schématique des processus de restauration et de recristallisation (a) état déformé, (b) restauration, (c) recristallisation partielle, (d) recristallisation complète, (e) croissance de grain et (f) croissance anormale [Humphreys and Hatherly, 2004f].

I.4.2 Restauration

Le processus de restauration trouve son origine dans le mécanisme d'annihilation des dislocations. Ces annihilations provoquent le réarrangement de la structure de dislocations. En

générale la restauration n'est que partielle et les dislocations ne sont pas complètement éliminées du matériau [Humphreys and Hatherly, 2004d]. Le processus de restauration suit les cinq étapes présentées *Figure I-44*. Les cinq étapes de restauration peuvent toutes se produire ou seulement certaines d'entre elles, suivant la nature du métal, la pureté, le taux de déformation plastique, la température de déformation et la température de recuit.

À l'état déformé les dislocations sont enchevêtrées. Dans cet enchevêtrement, on peut distinguer une fine sous-structure *Figure I-44(a)*. Sous l'effet de la température, des sous-structures de dislocations se développent. Le déplacement et l'annihilation des dislocations conduisent à la formation de parois (ou murs) qui entourent des cellules où la densité de dislocation est plus faible, *Figure I-44(b)*. Les dislocations continuent à disparaître des cellules, *Figure I-44(c)*. Quand la densité de dislocations dans les cellules atteint une valeur minimale, les parois commencent à s'affiner et chaque portion de mur s'aligne. Des structures de sous-joints commencent à apparaître, *Figure I-44(d)*, et croissent par migration *Figure I-44(e)*.

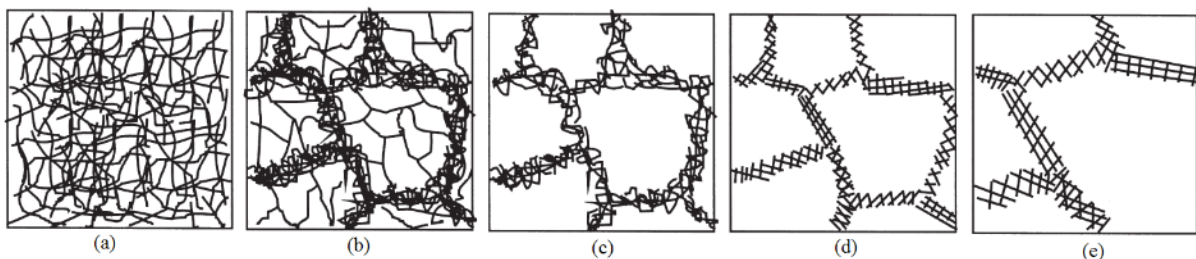


Figure I-44 : Étapes de restauration dans un matériau déformé, (a) enchevêtrements de dislocations , (b) formation des cellules de dislocations, (c) annihilation de dislocations dans les cellules , (d) formation de sous-joints de grains, et (e) croissance de sous-grains [Humphreys and Hatherly, 2004d].

Dans une étude sur le cuivre pur complètement recristallisé [Cheval and Priester, 1989], on retrouve par des observations MET, les étapes décrites précédemment. Une sous structure de dislocations est présente dans le grain écroui et sa conformation dépend du taux de déformation plastique. À 0.5% de déformation plastique, *Figure I-45(a)*, la microstructure est formée d'un enchevêtrement de dislocations. Des parois apparaissent quand la déformation augmente, puis ces parois se densifient et se referment *Figure I-45(b)*. Enfin à 10% de déformation plastique, il se forme des cellules équiaxes marquées *Figure I-45(c)*.

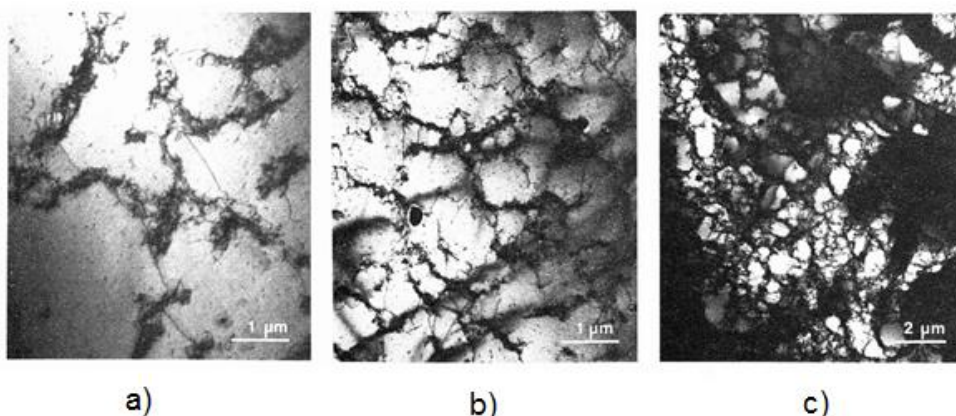


Figure I-45 : Clichés MET de cuivre polycristallin à l'état déformé : a) 0.5%, b) 3.5%, c) 10% [Cheval and Priester, 1989].

Une autre étude MET [Staker and Holt, 1972] portant sur du cuivre OFHC (99.92% de pureté) montre que la taille des cellules croît entre 25°C et 700°C et que l'épaisseur des murs décroît dans le même intervalle de température, *Figure I-46*.

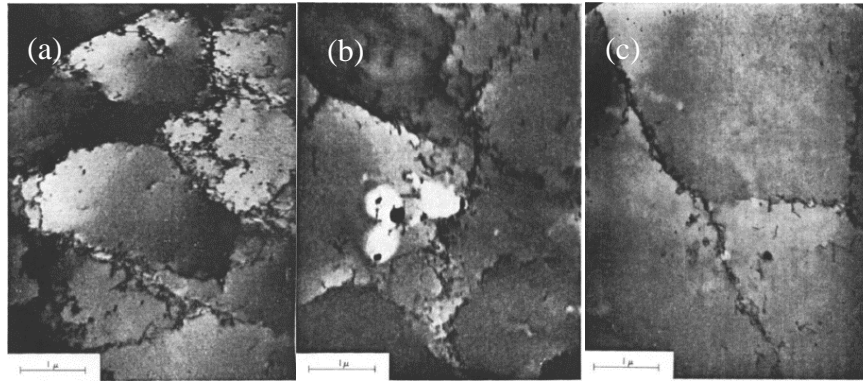


Figure I-46 : Cellules de dislocation dans le cuivre OFHC déformé à 10% de déformation : (a) à 25°C, (b) à 500°C et (c) à 700°C [Staker and Holt, 1972].

Dans sa thèse Jakani, [Jakani, 2004] montre l'effet du recuit à partir de clichés MET obtenus sur du cuivre pur déformé à 38%, *Figure I-47(a)*. Il se produit une première étape de polygonisation, *Figure I-47(b)* pendant laquelle les cellules se réorganisent avec croissance en taille et affinement des parois. Cette étape est suivie de la germination prélude à la recristallisation primaire, *Figure I-47(c)*.

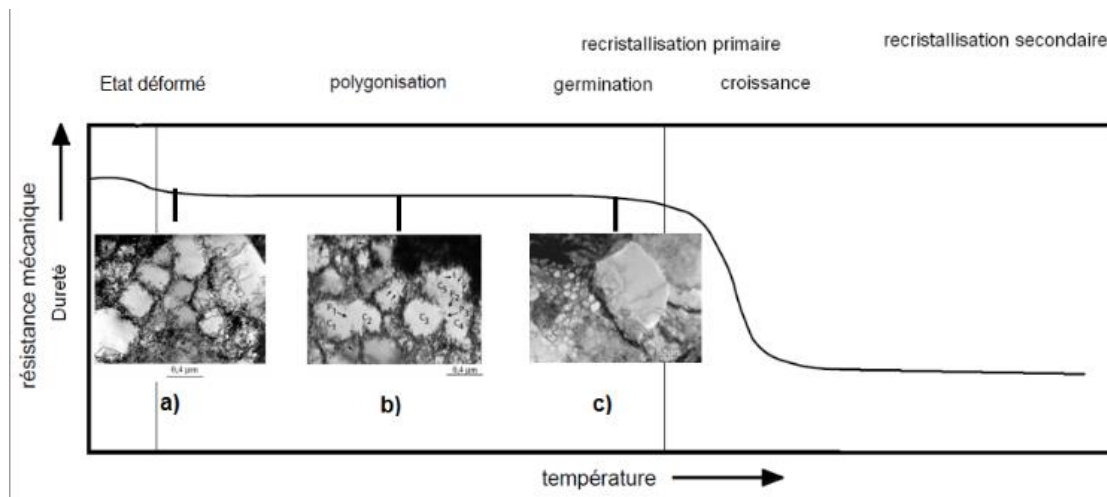


Figure I-47 : Clichés MET obtenus sur du cuivre : a) état déformé, b) étape de polygonisation et c) germination [Jakani, 2004].

I.4.3 Recristallisation primaire

La recristallisation primaire suit l'étape de restauration. Elle se fait par germination et croissance et permet d'obtenir une structure de petits grains équiaxes, thermodynamiquement plus stable. Quelque soit le taux de déformation plastique, au-delà d'une température de 400°C, la recristallisation de cuivre est complète, [Carpenter and Tamura, 1926b]. La *Figure I-48* montre l'évolution de la dureté Vickers dans le cuivre en fonction du taux de déformation plastique et de la température de recuit. Pour un taux de déformation donnée, les courbes ont toutes la même allure : deux plateaux de dureté entre lesquelles apparaît une transition. La transition de dureté s'effectue dans un intervalle de température dont l'étendue dépend du taux de déformation initiale. La recristallisation se produit essentiellement dans cet intervalle de température. Pour une température inférieure, elle est négligeable et pour une température supérieure, la recristallisation est complète. La température à partir de laquelle la

recristallisation est complète diminué quand le taux de déformation augmente. La dureté du cuivre complètement recristallisé converge vers 50 HV.

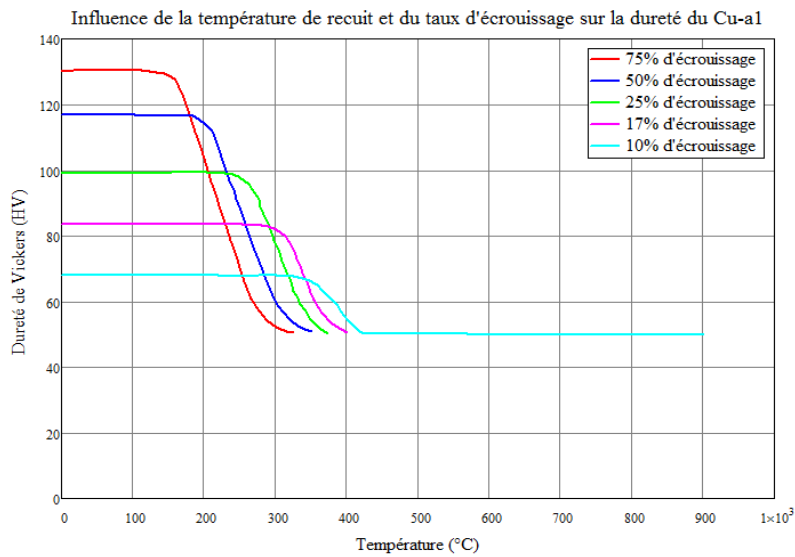


Figure I-48 : Courbes d'évolution de la dureté de Vickers en fonction du taux d'écroissage et de la température de recuit de recristallisation [Institut-Européen-du-Cuivre].

La cinétique de recristallisation primaire est déterminée par deux processus thermiquement activés, la germination, et la croissance. On note V le volume total recristallisé après un temps infini et V_{RX} le volume recristallisé au temps t . On note z_N le nombre de germes observés par unité de volume au temps t .

La vitesse de germination \dot{N} par unité de volume du métal non recristallisé s'exprimera par :

$$\dot{N} = \frac{\frac{dz_N}{dt}}{1 - X} \quad \text{Eq. I-31}$$

où $X = V_{RX}/V$ est la fraction recristallisée au temps t :

La vitesse de la croissance v des germes sera donnée par :

$$v = \frac{dR}{dt} \quad \text{Eq. I-32}$$

Où R est le rayon de grain.

Un modèle d'étude de la cinétique de la recristallisation a été proposé par Kolmogorov [Kolmogorov, 1937], Johnson et Mehl [Johnson and Mehl, 1939] et Avrami [Avrami, 1939]. L'équation du modèle KJMA est la suivante :

$$X = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{t}{t_R}\right)^q\right\} \quad \text{Eq. I-33}$$

où t est le temps de recuit et t_R est caractéristique du temps de recristallisation. Le paramètre q peut être calculé à partir de $\text{Logln}[1/(1-f)]$ en fonction de $\ln(t)$. La valeur théorique de q est comprise entre $3 \leq q \ll 4$ pour une croissance à tri-dimensionnelle, $2 \leq q \ll 3$ pour une croissance bi-dimensionnelle et $1 \leq q \ll 2$ pour la croissance unidimensionnelle [Christian,

1975]. La cinétique de recristallisation X est souvent tracée en fonction du temps. La courbe a typiquement une forme sigmoïde, *Figure I-49*.

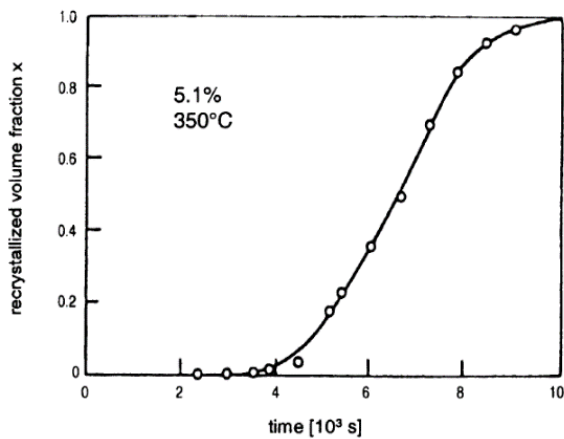


Figure I-49 : Évolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit après déformation plastique de 5.1% dans Al [Anderson and Mehl, 1945].

Une étude de la germination et de la croissance des macles de recuit dans un alliage de 78% Ni-Fe a été réalisée par MET par [Dash and Brown, 1963]. Ces auteurs montrent que pendant la recristallisation primaire, la germination des macles se produit aux joints de grains en migration sous la forme de fautes d'empilement ou de petits groupes de fautes d'empilement. La propagation des fautes d'empilement dans le grain recristallisé constitue une croissance frontale et la germination de couches contiguës de fautes d'empilement à la frontière de grains constitue une croissance latérale. Au stade final de la croissance, les dislocations partielles en frontière des zones de fautes d'empilement interagissent pour donner naissance à des interfaces planes de faible énergie, de type joint de macle non cohérent.

Une étude de l'influence de l'énergie stockée sur la formation des macles dans un alliage de Nickel pendant la recristallisation primaire a été effectuée par [Wang et al., 2014]. Le métal laminé à différents taux de déformation est recuit à haute température. L'auteur constate que la cinétique de la formation de macles dépend de la taille des grains et de l'énergie stockée.

I.4.4 Mécanisme SIBM (Strain Induced Boundary Migration)

La croissance anormale du grain est mise à profit pour fabriquer des monocristaux au même titre que la méthode de Bridgman [Blainé and Le Hérycy, 1972; Carpenter and Elam, 1921; Carpenter and Tamura, 1926b; Gastaldi et al., 1973; Smallman, 1985b]. L'écrouissage critique est également une méthode utilisée pour fabriquer les multicristaux à gros grains [Smallman, 1985b]. La méthode consiste à déformer faiblement (quelques %) un métal recristallisé puis à effectuer un recuit à haute température. Le joint migre en restaurant le cristal et en libérant une énergie qui joue le rôle de force motrice pour la migration. Cette force motrice vient de la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint, [Gottstein, 2004b].

Le mécanisme de SIBM est représenté *Figure I-50*. Sous l'influence de l'énergie stockée lors de la déformation plastique, le joint de grains peut migrer vers le grain 2, si l'énergie stockée E_1 du grain 1 est inférieure que celle E_2 du grain 2, ($E_1 < E_2$), *Figure I-50(a)*. Il peut y avoir gonflement du joint à partir du cristal 1 (*Figure I-50(b)*) ou de sous joints dans le cristal 1 (*Figure I-50(d)*).

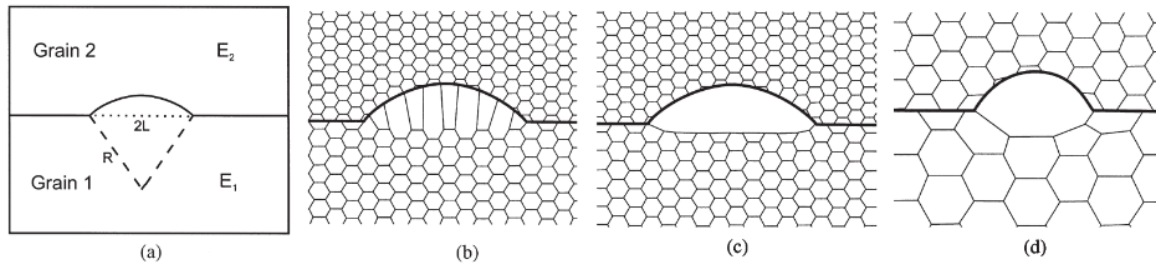


Figure I-50 : Mécanisme de SIBM. (a) SIBM d'un joint de grains qui sépare un grain de faible énergie stockée (E_1) d'un grain de forte énergie stockée (E_2). (b) gonflement d'un joint, la région balayée par le joint contient encore des dislocations. (c) cas simplifié à partir de (b), il n'y a pas de dislocations dans la région balayée et (d) formation d'une germe issu d'un sous grain du grain parent (les hexagones dans la partie inférieure schématisent les sous-joints) [Humphreys and Hatherly, 2004e].

La méthode de SIBM nécessite trois étapes :

- Recuit initial T1 : recuit de restauration et d'homogénéisation, dont le but est d'obtenir une recristallisation primaire complète et de relaxer les contraintes internes dues aux traitements thermomécaniques antérieurs.
- Déformation plastique ϵ_p : cette déformation doit avoir une valeur critique pour permettre la migration sans engendrer de germination. Cette valeur critique varie avec la taille de grains du polycristal [Carpenter and Tamura, 1926b].
- Recuit de migration T2 : les grains qui ont des orientations et des déformations favorables croissent sous l'effet de température.

Les deux diagrammes dans la *Figure I-51* présentent l'évolution de la taille de grains au cours du processus de recristallisation en fonction du taux de déformation plastique et de la température de recuit pour l'aluminium et le cuivre. Il existe deux régions qui permettent la croissance des grains : la première correspond au mécanisme SIBM et la seconde à la recristallisation secondaire. Ces diagrammes montrent que l'écroutissage critique de l'aluminium est égal à 2% de déformation plastique pour une température de 600°C. Un grain de taille initiale de 100 μm conduira par mécanisme SIBM à des grains de 10000 μm . Dans le cas de cuivre, le diagramme de la *Figure I-51(b)* montre que l'écroutissage critique est de l'ordre de 5% de déformation plastique pour une température de recuit autour de 1000°C. La taille de grain à l'état initial est de l'ordre de 100 μm et la taille de maximale obtenue est environ de 500 μm à 1000 μm .

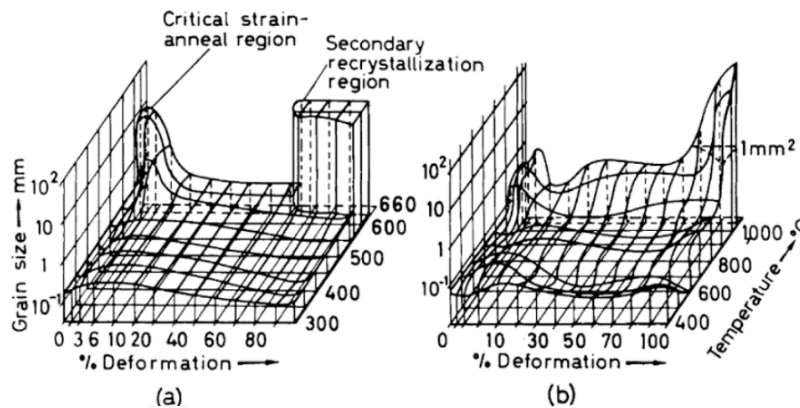


Figure I-51 : Relation entre taille de grain, déformation et température de recuit pour a) aluminium et b) cuivre [Smallman, 1985b].

La méthode de SIBM est bien adaptée aux matériaux de forte énergie de faute d'empilement comme l'aluminium et le Fer-Silicium. Pour les matériaux de faible énergie de fautes

d'empilement comme l'or et l'argent, il est difficile d'obtenir des monocristaux à gros grains car l'énergie stockée est utilisée par la formation de macles de recuit [Smallman, 1985a].

Tableau I-6 : Synthèse des résultats expérimentaux sur la fabrication des monocristaux à gros grains par le mécanisme de SIBM dans l'aluminium et dans le cuivre.

Matériaux	1 ^{er} recuit T1 (°C) / t1	Écrouissage critique / pureté	2 ^{ème} recuit T2 (°C) / t2	Tailles de grains obtenus	Auteurs
Al	550°C / 6 h	2% / 99.6%	600°C / 18 h	80 mm	[Carpenter and Elam, 1921]
Al	Pas de recuit	2% / 99.99%	600°C / 160 h - 240 h	70 mm	[Yao and Wagoner, 1993]
Al	550°C / 45 min	1.8 – 3.2% / 99.5%	600°C / 2 h	30 mm	[Saai, 2007]
Cu	Pas de recuit	0.8 % / cuivre (classe A, 0.052% Oxygène)	800°C / 6 h	40 mm	[Carpenter and Tamura, 1926b]

Une étude de fabrication de monocristaux à gros grains dans le cuivre de classe A (0.052 % d'oxygène) par la méthode d'écrouissage critique a été proposée par [Carpenter and Tamura, 1926a]. Les échantillons ont été déformés à 0.5%, 0.8%, 1%, 1.2%, 3%, 4% et 5% puis recuits à 800°C pendant 6 heures, *Figure I-52*. L'auteur a trouvé qu'avec une déformation plastique inférieure à 0.8%, il n'y pas de croissance de grain. À 0.8 %, les cristaux obtenus sont de taille maximale (40 mm de diamètre). Au-delà de 0.8% il y a une forte décroissance de la taille de grain. Enfin l'auteur indique que trois types de macle de directions différentes se forment, sans qu'il ne trouve de méthode pour les éliminer.

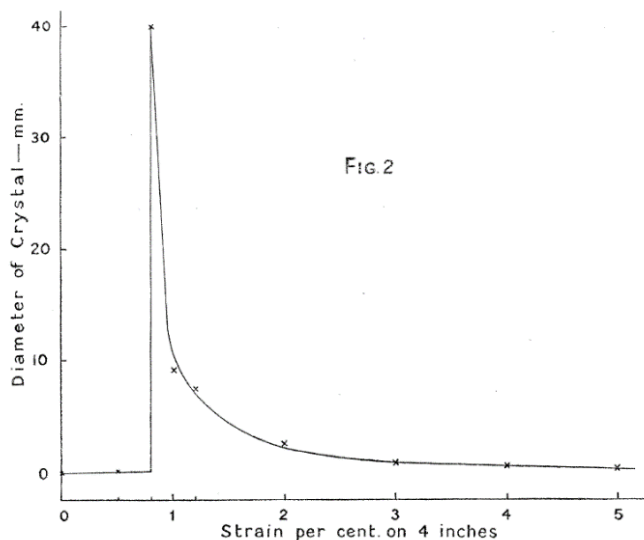


Figure I-52 : Courbe d'écrouissage critique dans le cuivre [Carpenter and Tamura, 1926a].

I.4.5 Recristallisation secondaire

À la fin de la recristallisation primaire, la force motrice résiduelle dans le matériau est trop faible pour permettre la migration. En augmentant la température, on peut encore diminuer l'énergie des JdGs et la différence de densité de dislocation résiduelle en provoquant la recristallisation secondaire.

Blainé et Le Héricy [Blainé and Le Héricy, 1972] ont proposé une nouvelle méthode de fabrication de gros cristaux de cuivre exempts de macles par recristallisation secondaire. Ils ont utilisé dans ce but quatre types de cuivre, le cuivre OFHC (99.99%), le cuivre Z de zone fondue

obtenue à partir du cuivre OFHC, le cuivre de haute pureté S (99.999%) et le cuivre de zone fondue ZF flottante obtenu à partir du cuivre S. La procédure expérimentale commence par le laminage de 91% d'échantillons sous azote à 77 K (-196°C). Ce laminage a pour but d'obtenir des orientations de grains variés permettant de minimiser le maclage lors de la recristallisation primaire. Pendant le recuit de recristallisation secondaire, la température est fixée entre 1000 à 1050 °C dans un four sous ultravide à 10^{-7} *torrs*. La taille maximale des grains est de 10 mm pour le cuivre de zone fondue ZF (exemptes de macles), quelque peu inférieure pour le cuivre de zone fondue Z (exemptes de macles), 1 mm pour le cuivre de haute pureté S (avec de rares macles) et des tailles de grains très hétérogènes dans le cas de cuivre O avec la présence de nombreuses macles. Les auteurs ont constaté que la pureté du cuivre joue donc un rôle majeur pour la croissance de grains et la formation de macles.

Kronberg et Wilson [Kronberg and Wilson, 1949] ont proposé une étude de la recristallisation secondaire dans le cuivre OFHC. La température de recristallisation secondaire dans cette étude est prise entre 900°C à 1000°C. Les auteurs constatent que la croissance des grains est influencée par la vitesse à laquelle croît la température pendant le recuit. Si cette vitesse est élevée, les tailles de grains obtenues sont comprises entre 40 mm^2 et 160 mm^2 . Quand la température de recuit augmente très lentement, les grains obtenues après recuit ont de grandes tailles, typiquement entre 645 mm^2 à 5161 mm^2 .

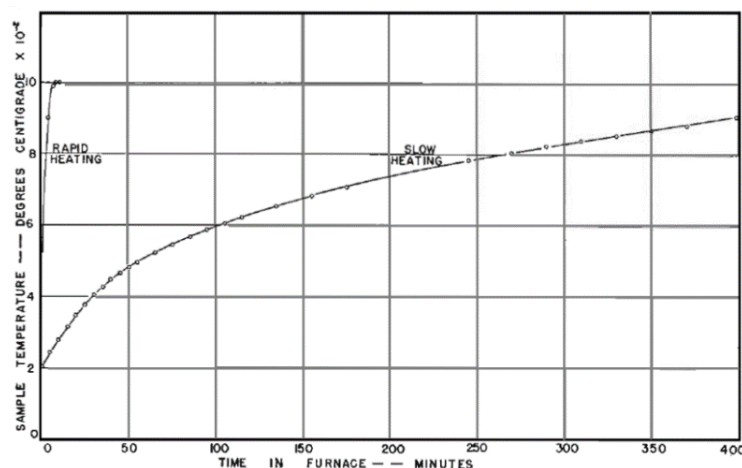


Figure I-53 : Deux schémas (temps / température) de recuit utilisés pour la recristallisation secondaire du cuivre en fonction de vitesse de montée en température de recuit [Kronberg and Wilson, 1949].

I.4.6 Texture de laminage de matériau CFC

Les textures cristallographiques se développent lors de la solidification, la déformation, la recristallisation et les transformations de phase. Le développement d'une texture de déformation dépend du type de mise en œuvre (laminage, traction, compression, torsion), du réseau cristallin (CFC, CC, HC) et du mode de déformation (par glissement plastique ou par maclage) [Lodini and Baudin, 2013; Suwas and Ray, 2014]. La présence d'une texture dans le matériau influe nécessairement sur les propriétés cristallographiques des surfaces libres, des joints de grains et des défauts [Coulomb, 1972].

- Textures de laminage

Le laminage à basse température des métaux CFC à forte énergie de faute d'empilement produit en général une texture dite de type « Cuivre », principalement composée des orientations Cuivre, S et Laiton qui constituent ce que l'on appelle la fibre β . La texture dite de type « Laiton », principalement composée des orientations Laiton et Goss qui constituent la fibre α , est observée dans les métaux de faible énergie de faute d'empilement (cf. *Tableau I-7* pour la définition des orientations). L'évolution de la texture de laminage des métaux CFC dépend principalement de l'énergie de faute d'empilement [Gatti and Bhattacharjee, 2015; Gu et al., 2014; Humphreys and Hatherly, 2004a; Leffers and Ray, 2009], ainsi que de la température de déformation [Bacroix and Jonas, 1988]. A ces orientations de laminage, on peut rajouter également l'orientation Cube, qui est normalement issue d'un processus de recristallisation (voir plus bas) et qui peut être partiellement stable durant le laminage. Le *Tableau I-8* présente un exemple de proportions des différentes orientations principales dans le cuivre fortement laminé.

Tableau I-7 : Principales composantes cristallographiques de textures de laminage de matériau CFC.

Composante de texture	Abréviation	Indices de Miller	Angles d'Euler		
			φ_1	ϕ	φ_2
Cube	<i>C</i>	(100)[001]	0	0	0
Laiton (Bs)	<i>Bs1</i>	(110)[$\bar{1}\bar{1}2$]	54.7	90	45
	<i>Bs2</i>	(110)[$\bar{1}12$]	35.26	45	0
Cuivre (Cu)	<i>Cu1</i>	(21 $\bar{1}$)[$\bar{1}\bar{1}1$]	90	36.26	45
	<i>Cu2</i>	(211)[$\bar{1}11$]	39.23	65.90	26.56
S	<i>S1</i>	(32 $\bar{1}$)[4 $\bar{3}6$]	52.86	74.49	33.69
	<i>S2</i>	(23 $\bar{1}$)[$\bar{3}46$]	58.98	36.70	63.43
	<i>S3</i>	(321)[436]	27.03	57.69	18.43
	<i>S4</i>	(231)[$\bar{3}46$]	121.2	36.7	26.56
Goss	<i>Gs</i>	{110}<001>	0	45	0

Tableau I-8 : Pourcentage des principales composantes de texture dans le cuivre laminé à froid de 95% [Hirsch and Lücke, 1988].

Composante	$M_i, \%$	Composante	$M_i, \%$
Cuivre, Cu	27	Laiton, Bs	8
S	38	S, {168}<211>	18
Goss	3	Autre	6

- Représentation des textures de laminage de matériau CFC

Les textures cristallographiques sont le plus souvent représentées sous forme de figures de pôles ou de fonctions de distribution des orientations (ODF).

La figure de pôles est une représentation des orientations des cristaux dans le repère de l'échantillon par projection stéréographique de certains pôles (pour les matériaux CFC, ce sont généralement les pôles {100}, {111} et {110} que l'on représente) de chaque orientation [Coulomb, 1972]. Une orientation est donc associée à plusieurs points sur la figure de pôles. La *Figure I-54* représente la figure de pôles {111} (4 pôles/orientation) désorientations principales listées plus haut et la *Figure I-55* les figures de pôles {111} et {200} d'une texture de laminage mesurée par diffraction de rayon X (DRX) ; Dans le premier cas, on a une représentation discrète alors que dans le second, les intensités sont représentées sous forme d'isovaleurs : la densité de pôles est calculée en chaque point de la figure, et est généralement normée par rapport au cas d'une texture isotrope.

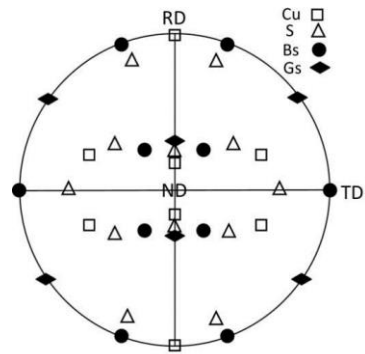


Figure I-54 : Figure de pôles $\{111\}$ des principales orientations de texture de laminage des matériaux CFC [Gu et al., 2014].

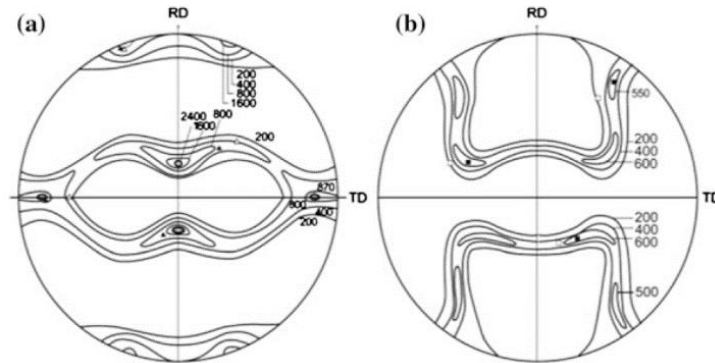


Figure I-55 : Figures de pôles, (a) $\{111\}$ et (b) $\{200\}$ d'un polycristal de cuivre 99.98% laminé de 96% [Hu et al., 1952].

L'analyse des figures de pôles en orientations principales n'est pas toujours aisée, car un point sur une figure de pôles est généralement associé à plusieurs orientations distinctes. Pour obtenir une analyse plus quantitative, on a donc recours au calcul de la fonction de distribution des orientations (ODF) qui permet en outre de représenter la texture en 3 dimensions. Cette ODF peut être obtenue par calcul (qui suppose a priori la forme de cette fonction, continue ou discrète selon la méthode) à partir de figures de pôles expérimentales mesurées par DRX ou à partir de cartographies d'orientations mesurées par EBSD. Chaque orientation g est représentée par 3 angles d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) et la FDO $f(g)$ représente la probabilité de trouver l'orientation g à dg près dans le volume élémentaire dV/V du matériau. On la représente dans l'espace d'Euler en 3 dimensions, sous forme d'un ensemble de coupes (cf. Figure I-56).

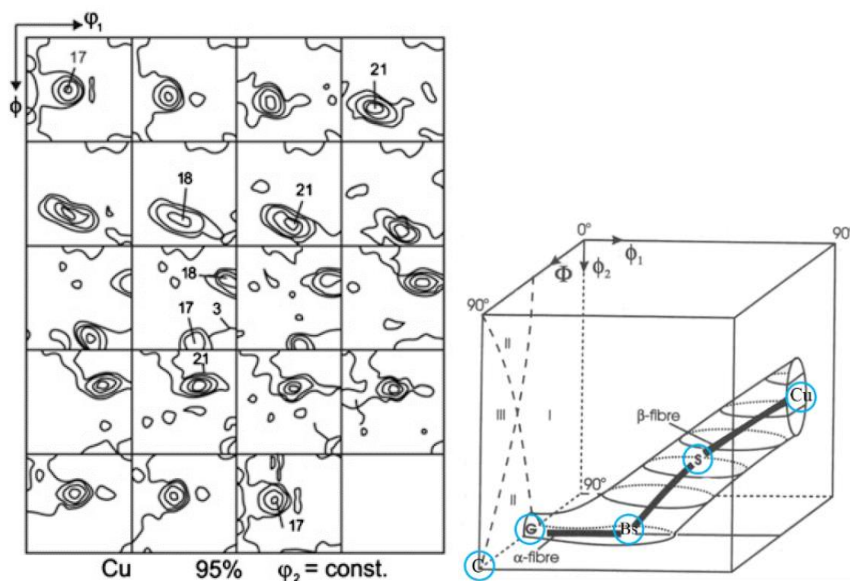


Figure I-56 : ODF d'un échantillon de cuivre pur laminé de 95% [Hirsch and Lücke, 1988], et représentation des fibres α et β dans l'espace d'Euler.

- Évolution de texture pendant le recuit de recristallisation

Au cours du recuit de recristallisation, la texture de laminage évolue à la suite de la germination de nouveaux grains et/ou de la croissance des anciens ou nouveaux grains. Le maillage peut également induire des modifications de cette texture.

Barrett et Massalski [Barrett and Massalski, 1980] ont montré que, après des taux de laminage élevé, l'orientation principale de la texture devient l'orientation Cube (100)[001] dans les métaux CFC et les alliages de moyenne et haute énergie de fautes d'empilements comme le cuivre, l'aluminium, l'or, le nickel, alliage de nickel-fer contenant plus de 30% de nickel, et dans l'alliage ternaire de fer, nickel et cuivre. L'on donne alors le nom de texture Cube à la texture toute entière. Les mécanismes à l'origine de cette texture sont encore largement discutés, et ont notamment donné lieu à de nombreuses études de la microstructure de déformation de cette orientation lorsqu'elle est présente après laminage. Ainsi, Dillamore et Katoh [Dillamore and Katoh, 1974] ont constaté que pendant le laminage à basse température d'un matériau CFC, l'orientation Cube contenait de fortes hétérogénéités de déformation plastique, pouvant engendrer ensuite des mécanismes de germination privilégiés. Par ailleurs, [Gerber et al., 2003] ont montré que cette orientation Cube était généralement associée à une densité de dislocations plus faible que les autres, favorisant la croissance de grains Cube par SIBM lors du recuit de recristallisation.

Juul Jensen [Juul Jensen, 1995] a étudié l'influence du temps de recuit et de l'orientation cristallographique des germes /grains sur la vitesse de croissance des grains et la distribution des orientations. Les matériaux utilisés dans son étude sont l'aluminium de pureté commerciale (AA 1050) et le cuivre de pureté 99.96%. Les deux matériaux ont été laminés à très fort taux de déformation, 90% pour l'aluminium et 92% pour le cuivre. Après laminage, les deux matériaux présentent une texture de laminage de type Cuivre. La texture de laminage est un peu plus forte dans l'aluminium. Les deux matériaux subissent un recuit de recristallisation complète à 280°C pour Al et à 121°C pour Cu. Après recristallisation, les composantes de laminage sont toujours présentes dans les deux cas, mais associées à une composante Cube accrue (10% pour Al et 50% pour Cu) dans les deux cas et une forte proportion d'orientations maclées dans le cas du cuivre. L'auteur a constaté que pour les deux matériaux, les grains cube grossissaient plus rapidement que les grains d'autres orientations, *Figure I-57*, et a attribué cet avantage de croissance à la présence de JdG particuliers autour de cette orientation.

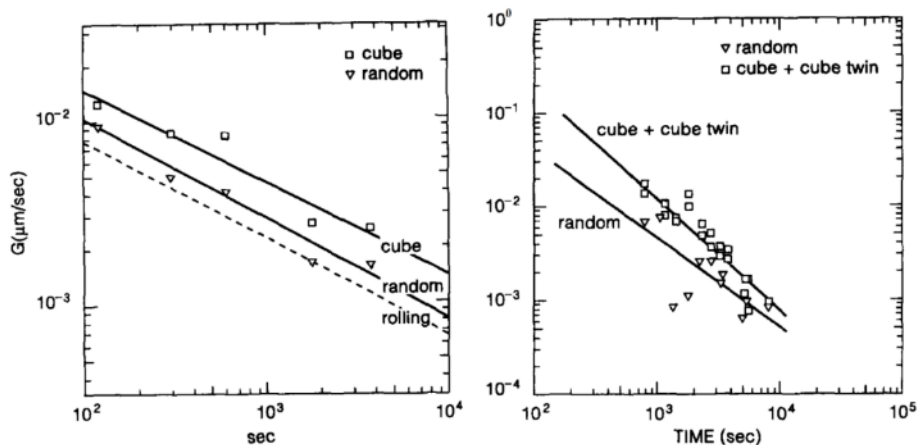


Figure I-57 : Vitesse moyenne de la croissance de grains de différentes orientations en fonction de temps de recuit, (a) l'aluminium et (b) le cuivre [Juul Jensen, 1995].

Les nombreuses études portant sur les évolutions de texture de recristallisation primaire ou secondaire apportent de nombreux éléments expérimentaux permettant de mieux comprendre les mécanismes de germination et de croissance de grains actifs au cours de recuits. Cependant, comme ceux-ci sont en général couplés et dépendent d'un nombre important de paramètres intrinsèques ou extrinsèques, ces études ne peuvent plus être découplées d'études expérimentales plus locales portant notamment sur les joints de grains, et c'est l'objet de notre étude.

I.5 Conclusion

Les études sur la migration des joints dans le cuivre sont peu nombreuses et relativement anciennes. Lorsqu'on étend la bibliographie à d'autres matériaux les lignes directrices suivantes apparaissent. Deux facteurs principaux interviennent dans la migration des joints, à savoir la force motrice et la mobilité, qui dépendent eux-mêmes de nombreux autres paramètres matériaux, comme par exemple la composition de l'alliage, la distribution des orientations et désorientations dans le matériau ainsi que la présence d'hétérogénéités de déformation. Cette migration peut en outre être activée avec ou sans germination de nouveaux grains. De ce fait, si l'on veut étudier tout particulièrement le mécanisme de migration ou de croissance de grains, on peut le faire selon deux méthodes. Soit, l'on étudie le mécanisme de SIBM (actif en général après des déformations très faibles), soit on étudie la croissance anormale après recristallisation primaire. Dans les deux cas, il faut pouvoir mesurer la vitesse de déplacement des joints de grains en fonction du taux de déformation plastique, de la température et du temps de recuit. La technique de recuit in-situ dans le MEB semble mieux adaptée à l'étude de la SIBM mais l'écrouissage critique qui se situe au voisinage de 2% de déformation plastique pour le cuivre est très peu sensible, *Figure I-51a*). De son côté, la recristallisation secondaire ne peut être réalisée sous MEB, qu'à des températures inférieures à 600°C. Ces limitations rendent très difficile l'étude de la migration des joints dans le cuivre. Il nous faudra préalablement à l'étude in-situ effectuer une étude globale de l'écrouissage critique, de la recristallisation primaire et secondaire pour déterminer les paramètres précis, temps température déformation plastique, de l'étude in-situ. C'est ce qui sera proposé au chapitre III.

Chapitre II : Matériaux, caractérisations microstructurales et mécaniques

II Matériaux, caractérisations microstructurales et Mécaniques

Nous avons étudié deux nuances de cuivre électrolytique de même pureté de type a1, sa composition est donnée dans le *Tableau II-1*. La première nuance de cuivre retenu noté (I) est obtenu par le laminage à froid à un taux de réduction de 70% suivi d'un recuit continu à 700°C. Il est fourni par la société Griset sous forme de plaques de 1.43 mm d'épaisseur. La seconde nuance est noté (II), il est fourni sous forme d'une barre de 50 mm de diamètre avec une structure partiellement recristallisé.

Tableau II-1 : Fourchette de composition d'un cuivre de électrolytique a1 d'après [Gerber, 2002; Institut-Européen-du-Cuivre].

O ₂	200 à 400 ppm
Ag	5 à 20 ppm
S, Fe, Ni	5 à 15 ppm
As, Se, Sn, Pb	1 à 5 ppm
Te, Au, Bi	< 1 ppm

La pureté des deux nuances est identique, elles se distinguent principalement par le type de déformation préliminaire subi avant recristallisation, l'un par laminage, l'autre par extrusion. Nous présentons dans cette partie les différences principales microstructurales et mécaniques qui résultent de ces deux voies d'élaboration, en décrivant auparavant les techniques de préparation utilisées, les dispositifs et moyens d'observation et d'analyse utilisés pour l'examen de ces deux matériaux.

II.1 Préparation des échantillons

Les dispositifs d'observations tels que le microscope optique, le microscope à balayage ou le microscope à force atomique nécessitent une préparation spécifique des échantillons. Cette préparation consiste en étapes de découpes et étapes de polissage ou/et attaques chimiques.

II.1.1 Découpe

Pour procéder à la découpe des échantillons et des éprouvettes, nous disposons de plusieurs dispositifs.

- Une tronçonneuse universelle de modèle de Struers Sectom-5, *Figure II-1a*). Elle permet une découpe sans échauffement et sans déformation.
- Une scie à fil diamanté modèle *W 3241*, *Figure II-1b*). Elle donne une découpe de précision sans déformation, avec des surfaces de coupe lisse et sans bavure, [ESCIL, 1998].
- La machine d'électroérosion ou (Electrical Discharge machining) : de modèle de *Robotfil 2000*, *Figure II-1c*). C'est une machine d'usinage par décharges électriques à commande numérique. Cette machine utilise le langage G (*Annexe II-1*). Elle permet d'obtenir la découpe de géométries complexes sur des matériaux conducteurs. Les mini-éprouvettes de traction sont réalisées avec cette machine.

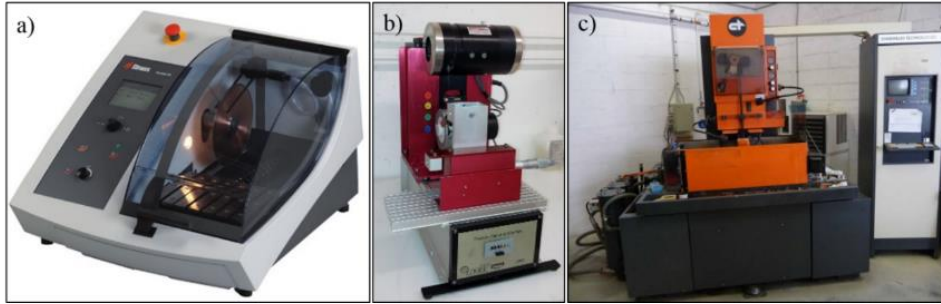


Figure II-1 : Machines de découpe du laboratoire LSPM, a) tronçonneuse Struers Secotom-5, b) machine à scie à fil diamanté verticale W 3241 et c) machine d'électroérosion Robotfil 2000.

La dimension détaillée et le programme de découpe pour la machine électroérosion des mini-éprouvettes de taille 40 mm et 25 mm sont présentés en annexe (*Annexe II-1*).

Pour le cuivre I, la direction de traction a été choisie parallèle à la direction de laminage, *Figure II-2*. La découpe s'effectue directement par électroérosion sur la tôle laminée d'épaisseur $e = 1.43 \text{ mm}$. Le plan de l'éprouvette est donné en annexe (*Annexe II-1*).

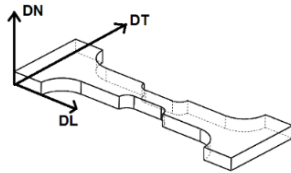


Figure II-2 : Mini-éprouvette de cuivre laminé, la direction de traction // DL.

Pour le cuivre II, nous avons prélevé des éprouvettes de traction suivant deux directions, dans la direction radiale (DR) et dans la direction parallèle à l'axe d'extrusion (DA). On appellera éprouvette transversale, l'éprouvette prélevée suivant (DA) et éprouvette longitudinale celle prélevée selon (DR), *Figure II-3*. On peut découper les éprouvettes par électroérosion à partir d'une tranche obtenue à la tronçonneuse ou découper un profilé de l'éprouvette dans la masse de la barre puis découper des tranches à l'aide de la scie à fil.

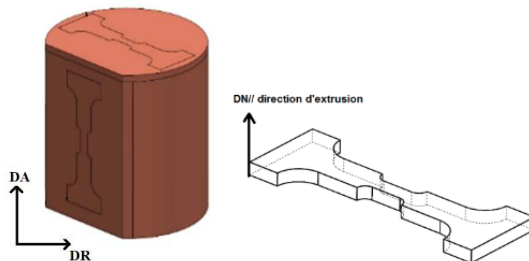


Figure II-3 : Mini-éprouvette de traction de cuivre extrudé.

II.1.2 Polissage

Le polissage est une étape délicate et cruciale. Elle commence par un pré-polissage mécanique puis suivant la technique d'observation par un polissage à la pâte diamantée ou un polissage par OPS et/ou un polissage électrolytique. Nous réalisons le pré-polissage mécanique à l'aide de papiers abrasifs (SiC) placés sur une polisseuse semi-automatique. La grosseur de grain des papiers abrasifs est donnée *Tableau II-2*.

Tableau II-2 : Divers types de papier SiC présentés selon le numéro de papier en fonction du diamètre de grains.

Papier SiC	P80	P120	P180	P220	P320	P500	P800	P1000	P1200	P2400	P4000
Diamètre grain (μm)	~200	~125	~76	~68	~46	~30	~22	~18	~14	~10	~5

Le choix du papier en début de polissage dépend de l'état de surface initial. Après découpage par scie à fil, le polissage peut commencer à l'aide d'un papier P1200. Pour s'assurer que la surface d'échantillons soit parallèle au plateau en rotation, nous utilisons un plot de polissage qui se compose d'un arbre et d'un alésage. L'échantillon est collé sur l'arbre avec du scotch à double face ou de la super glue, *Figure II-4*. La vitesse de rotation est choisie entre 150 et 200 *tr/min* et la force appliquée est le poids du support. On polit successivement en passant du P1200 au P4000, *Tableau II-2* avec un temps de 3 à 4 minutes pour chaque papier.

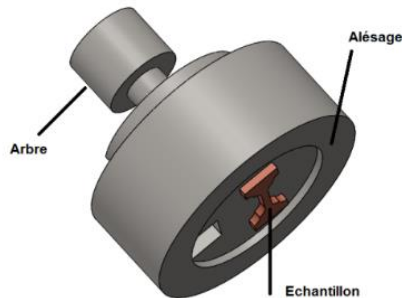


Figure II-4 : Plot de polissage pour assurer la surface plane.

Après le pré-polissage mécanique, les rayures sont de l'ordre de $5 \mu m$. On procède alors au polissage final, à la pâte diamantée sur un drap de type MD-Mol collé sur plateau. Nous utilisons successivement une pâte diamantée de $3 \mu m$, $1 \mu m$ et $0.25 \mu m$. La vitesse de polissage est de 100 *tours/minute* et le temps de 3 ou 4 *minutes*. Les rayures résiduelles n'excèdent pas $0.25 \mu m$. Une autre technique pour le polissage final est d'utiliser une solution OPS. C'est un mélange de dioxyde de silicium amorphe (10 – 30%), d'eau (50 – 70%) et butylène glycol (5 – 20%). Cette technique permet de supprimer les rayures jusqu'à $0.04 \mu m$. Nous effectuons ce polissage à l'aide d'une polisseuse automatique ou semi-automatique avec le drap de type MD-Chem. La vitesse de rotation est de 100 *tours/minute* et le temps de polissage de 15 ou 20 *minutes*. À la fin du polissage, des particules restent sur la surface d'échantillon. Pour les éliminer, on continue le polissage sur le drap avec de l'eau. L'élimination des particules peut prendre 15 à 20 *mn*. Une dernière technique de polissage final est le polissage électrolytique. Avec cette dernière technique, la préparation est très rapide et productive. Il est suffi de préparer l'échantillon jusqu'au papier P4000. Le dispositif utilisé est la polisseuse électrolytique LectroPol-5 de Struers, *Figure II-5*. L'échantillon constitue l'anode d'une électrolyse dont la solution dépend de la nature du métal. Pour le cuivre, Struers propose un électrolyte de type D2 qui est un mélange de la solution d'acide phosphorique, d'éthanol, de propanol et d'eau. Les conditions de polissage sont données *Tableau II-3*.

Tableau II-3 : Conditions de polissage d'électrolytique pour le cuivre pur.

Électrolyte	Voltage	Débit	Temps
D2	16 v	16	15 secondes

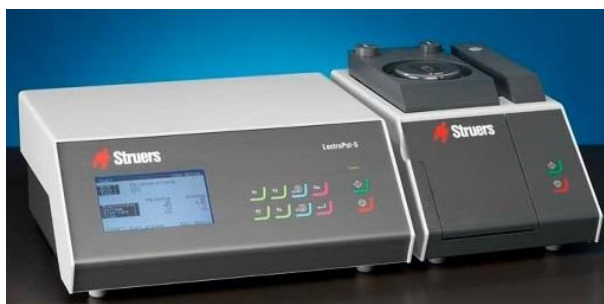


Figure II-5 : Machine de polissage électrolytique de Struers LectroPol-5.

II.2 Dispositifs d'observation

II.2.1 Microscopie optique. Métallographie et attaques chimiques

L'attaque chimique permet de révéler la structure métallurgique, les phases, les grains, les joints de grains et les précipités lors de l'observation sous microscope optique. Le choix d'une solution dépend de sa pureté et de l'objectif de l'analyse. Selon [Mills, 1985] ; il existe de nombreuses solutions d'attaque pour le cuivre, nous en présentons trois :

- HNO_3 (68%) : 20 ml + H_2O : 40 ml
- HNO_3 (30 ml) + Sodium Acétate (3g) + H_2O (40 ml)
- $K_2Cr_2O_7$: 2g + Solution NaCl : 4ml (saturé) + H_2SO_4 : 8 ml + H_2O : 80 ml

Ces trois solutions d'attaques ont été comparées sur le cuivre II. Les trois micrographies de chaque attaque sont présentées sur les *Figure II-6*, *Figure II-7* et *Figure II-8* obtenant à l'aide d'un microscope optique, modèle Zeiss.

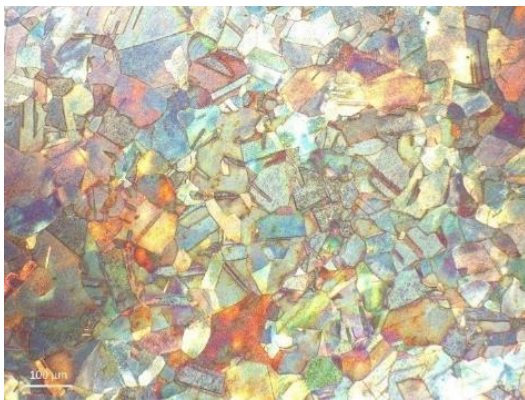


Figure II-6 : Micrographie du cuivre polycristallin après l'attaque avec la solution HNO_3 (68%) : 20 ml + H_2O : 40 ml pendant 25 secondes.

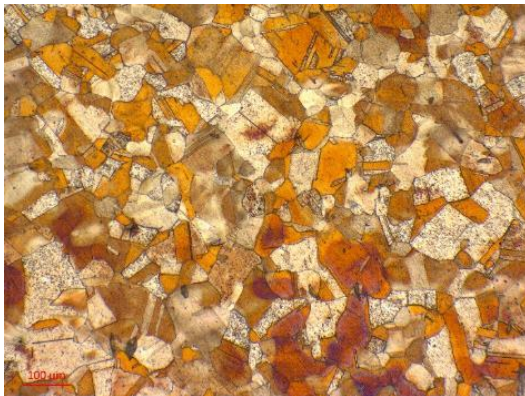


Figure II-7 : Micrographie du cuivre polycristallin après l'attaque avec la solution de 30 ml d'acide nitrique HNO_3 plus 3g de Sodium Acétate et 40 ml d'eau H_2O pendant 20 secondes.

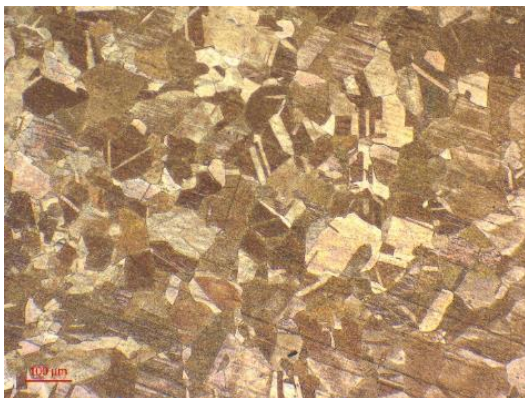


Figure II-8 : Micrographie du cuivre polycristallin après l'attaque avec le mélange $K_2Cr_2O_7$: 2g + Solution NaCl : 4 ml (saturé) + H_2SO_4 : 8 ml + H_2O : 80 ml pendant 30 secondes.

Nous utiliserons finalement la première attaque pour les cuivre I et II qui semblent mieux révéler la structure de grains et la solution est plus facile de préparer.

II.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).

Le microscope électronique utilise l'interaction d'un faisceau d'électrons avec les électrons gravitant autour des atomes pour procéder à l'analyse de la surface des matériaux. Cette interaction produit des électrons réémis, des électrons rétrodiffusés ou des photons X. On peut voir *Figure II-9* que les différents types d'électrons produits dépendent de la pénétration des électrons incidents.

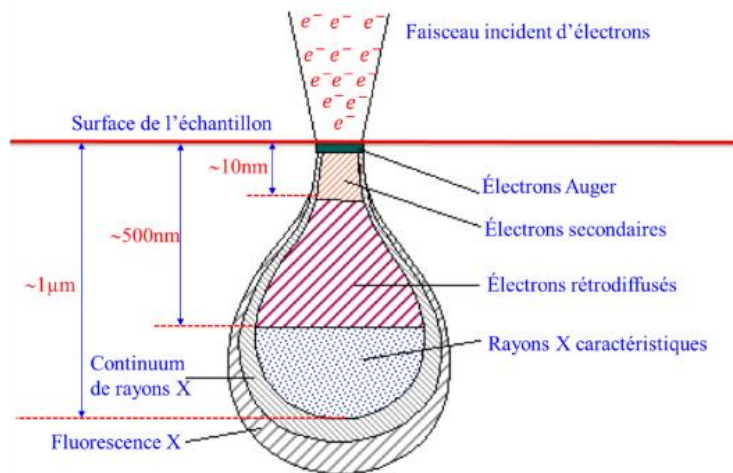


Figure II-9 : Poire d'interaction électrons-matière sous l'effet de faisceau incident d'électrons donné par le microscope électronique à balayage.

Pour former les images, deux types d'électrons sont utilisés, les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés.

L'imagerie en électrons secondaires est basée sur les chocs inélastiques entre les électrons incidents et les électrons de l'échantillon. Chaque électron incident peut créer un ou plusieurs électrons secondaires qui sont arrachés de la surface. Ils sont alors captés par un détecteur qui forme une image à fort contraste topographique. Les électrons secondaires ont une faible énergie, autour de 50 eV. Les électrons rétrodiffusés sont des électrons incidents qui ont subi des chocs quasi élastiques avec les électrons des atomes. Ils vont former une image de la topographie de surface et permettent de plus d'obtenir un contraste de composition chimique. Pour ce mode d'imagerie, il est nécessaire de régler une forte intensité de faisceau électronique.

Il est possible d'obtenir au MEB une mesure de l'orientation locale en intégrant au microscope un dispositif EBSD (Diffraction d'électrons rétrodiffusés, en anglais Electron Back Scattered Diffraction). Ce dispositif utilise les électrons rétrodiffusés pour former sur un capteur CCD des figures de diffraction nommées diagramme de Kikuchi. Le diagramme de Kikuchi est constitué de l'intersection des cônes de diffractions électroniques avec le capteur CCD plan. Le plan du capteur étant éloigné de la surface de l'échantillon, les intersections n'apparaissent pas comme des coniques mais comme des droites ou lignes de Kikuchi. À chaque orientation de la zone irradiée par le faisceau électronique correspondra une configuration particulière du diagramme de diffraction. L'orientation est obtenue par indexation des lignes du diagramme. L'ensemble des composants d'un système d'acquisition EBSD est représenté *Figure II-10*. Il est constitué d'un écran phosphorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme de diffraction. La caméra CCD située en arrière de l'écran capture ce diagramme en temps réel [Barbier, 2010].

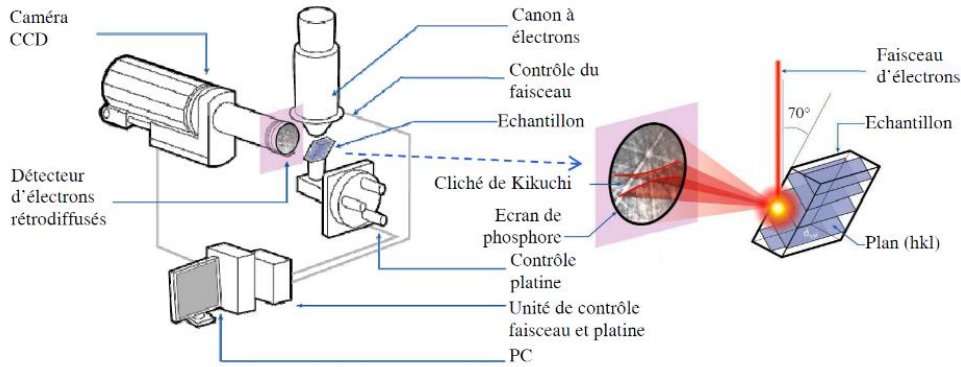


Figure II-10 : Principaux composants d'un système d'acquisition EBSD [Barbier, 2010].

Pour réaliser une cartographie EBSD, l'échantillon doit être incliné de 70° par rapport à la colonne du faisceau d'électrons. La tension d'accélération utilisée est de 20 keV avec la longueur d'onde faible ($\lambda = 0.087 \text{ \AA}$) pour obtenir des lignes nettes [Baudin, 2010]. Pour réaliser une cartographie d'orientation, il faut fixer un pas entre deux spots et une dimension de zone analysée. Le logiciel que nous utilisons pour traiter les fichiers de mesure EBSD a pour nom OIM. Il permet de visualiser les grains et de donner leur orientation moyenne, leur distribution en taille, les figures de pôle direct et inverse, l'histogramme des désorientations, la distribution des types de joints de grains etc.

Dans notre étude, nous avons utilisé trois types de microscopes, le MEB 440 modèle LEO, le MEB-S360 modèle LEO, et le MEB FEG-SUPRA 40VP. Le MEB 440 à filament de tungstène contient un système de microanalyse EDS (Spectroscopie d'énergie dispersée) qui permet d'analyser les compositions chimiques des matériaux. Le MEB S360 à filament de tungstène comporte une caméra CCD pour réaliser des cartographies EBSD. Le MEB FEG-SUPRA 40VP (Field Émission Gun = canon à émission de champs) est pourvu d'un système d'émission électronique qui permet d'obtenir un faisceau stable à faible tension d'accélération, typiquement 3 keV .

II.2.3 Microscope à force atomique (AFM)

Le Microscopie à Force Atomique (AFM) permet d'obtenir la topographie d'une surface. La résolution est nanométrique suivant la hauteur et de quelques dizaines de nanomètres dans le plan de la surface. Le principe de fonctionnement est le suivant : une pointe pyramidale terminée par quelques atomes est fixée à l'extrémité d'une lame. La lame est encastrée à l'autre extrémité. Cette lame solidaire d'un quartz piézoélectrique peut se déplacer suivant la verticale. Lorsque la pointe par un mouvement de descente, entre en contact avec la surface elle fléchit. Cette flexion est une mesure de l'effort portée sur la pointe. Un miroir sur lequel tombe un faisceau laser est fixé sur la lame. Le faisceau est réfléchi vers un capteur photo-électrique plan. On fixe le spot à une position donnée sur le plan du capteur ce qui correspond à une valeur de l'effort porté sur la pointe. Lorsqu'on déplace la lame suivant la surface (*oxy*) de l'éprouvette, la topographie modifie la flexion de la lame et le spot se déplace sur la surface du capteur. On obtient alors un signal erreur différence entre les positions initiale et finale du spot. Un dispositif d'asservissement déplace la lame suivant la verticale pour retrouver la position du spot, c'est-à-dire la flexion initiale. L'ensemble de ces déplacements horizontaux va constituer la topographie de la surface scannée avec une résolution de l'ordre du nanomètre. La taille

maximale de scan est de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ et la taille minimale est de l'ordre de dix nanomètres.

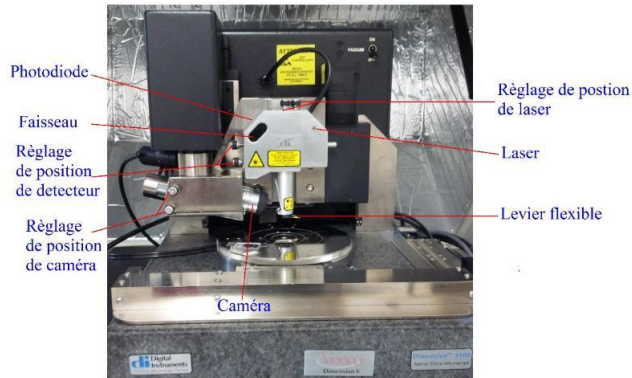


Figure II-11 : Microscope à force atomique AFM modèle Veeco D3100 du laboratoire LSPM-CNRS.

Les trois différents modes de fonctionnement les plus courants sont :

- Le mode contact in air ou contact : La pointe est en contact permanent avec la surface.
- Le mode contact intermittent ou tapping : La lame vibre à sa fréquence de résonance entre 50 à 100 kHz. L'amplitude d'oscillation diminue quand la pointe interagit avec la surface.
- Le mode non contact ou en modulation de fréquence : La mesure se fait sous vide. Il n'y a pas contact entre la pointe et la surface. On utilise les forces d'interactions entre la pointe et la surface qui font varier la fréquence d'oscillation de la lame.

Pour notre étude, c'est le mode contact in air qui est utilisé.

La *Figure II-12* montre la topographie de surface de cuivre I après 5% de déformation. On obtient deux types d'images à partir d'un scan AFM, l'image topographique, *Figure II-12a*) et l'image dérivée obtenue à partir du signal erreur, *Figure II-12b*).

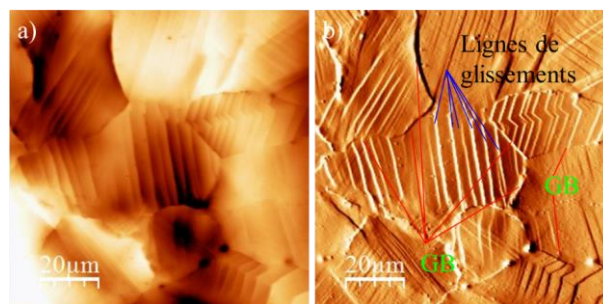


Figure II-12 : Cartographie de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ d'un échantillon polycristallin de cuivre à l'état déformé de 5% de déformation plastique obtenu par le mode contact, a) Image topographie égalisée et b) Image dérivée.

II.3 Dispositifs de traitements thermiques et d'essais mécaniques

Les essais réalisés associent traitements thermiques (TT) et déformation plastique (DP), soit en séquence (DP+TT ou TT+DP) soit en simultané, cette seconde possibilité se pratiquant in-situ dans le MEB 360 LEO sur mini-machine de traction. Une autre mini-machine de traction adaptée pour essais in-situ en AFM à température ambiante permet l'examen topographique des surfaces d'éprouvettes après différents historiques thermo-mécaniques le cas échéant et le suivi d'évolutions sous DP additionnelle.

Nous avons utilisé la dureté Vickers pour poursuivre l'évolution de la recristallisation.

Ces différents instruments et équipements sont brièvement présentés.

II.3.1 Four de traitements thermiques sous vide secondaire

Afin d'éviter l'oxydation, les traitements thermiques du cuivre sont réalisés sous vide secondaire dans un four de conception LSPM (voir four *Figure II-13*). La température maximum de traitement est de 950°C. Deux protocoles de recuit sont possibles. Le premier consiste à exposer l'échantillon à la température de recuit quand le four est stabilisé à la température choisie, le second consiste à placer l'échantillon dans le four avant la mise en chauffe afin qu'il subisse la même montée en température que le four. La méthode utilisée principalement est le premier protocole.

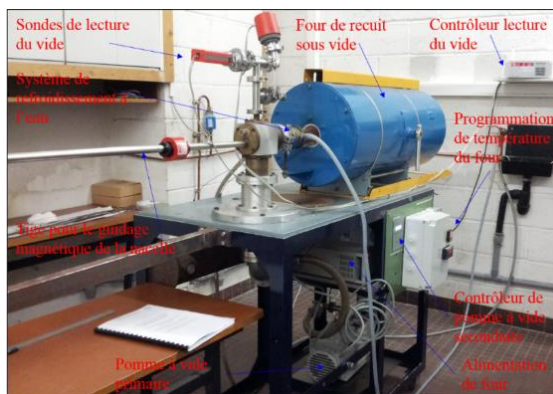


Figure II-13 : Four de recuit sous vide secondaire.

II.3.2 Essai de traction et de recuit in-situ sous MEB

Une mini machine de traction a été développée au LSPM par R. Chiron (1997) pour le MEB-360 Modèle LEO. Cette mini-machine comporte un mini four et un système de refroidissement à l'eau ou à l'air. Le mini four est placé en-dessous de l'éprouvette de traction sous la partie utile, *Figure II-14*. Ce four permet de réaliser des essais de traction uniaxiale jusqu'à la température de 800°C (sous un vide de 10^{-5} à 10^{-7} mbar). Les observations sont effectuées en électrons rétrodiffusés. La *Figure II-15* montre des clichés d'une éprouvette de cuivre I préalablement déformée à 4%. Lors du recuit, la température dans l'enceinte de MEB augmente et pour protéger le détecteur d'électron rétrodiffusé, nous utilisons un cache en silicium.



Figure II-14 : MEB-S360 modèle LEO, avec la mini-machine de traction comprenant un dispositif de chauffage et un système de refroidissement.

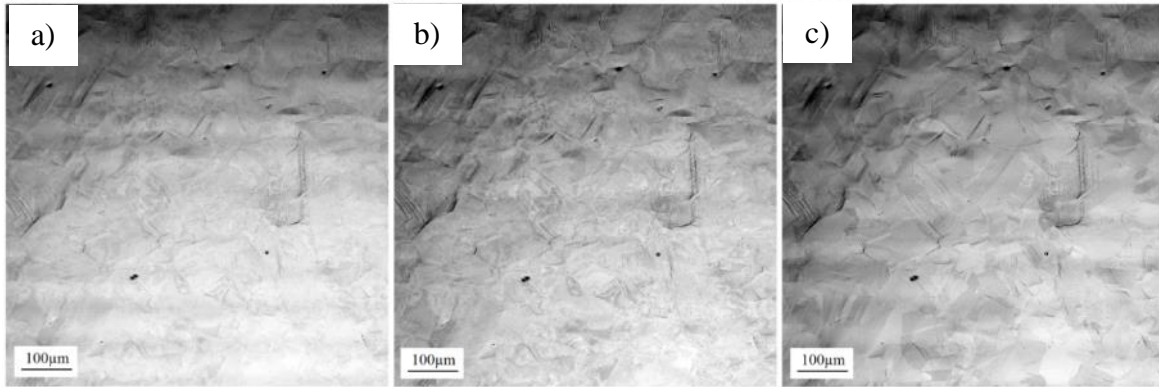


Figure II-15 : Image en électrons rétrodiffusés de Cu polycristallin après 4% de déformation plastique pendant le recuit in-situ sous MEB à 500°C, a) à $t = 0$ minute, b) à $t = 10$ minutes et c) à $t = 4$ heures.

II.3.3 Essai de traction in-situ sous AFM

Pour poursuivre l'évolution de la topographie de surface lors d'un essai de traction, le LSPM dispose d'une mini-machine de traction de marque Deben de capacité 1kN insérable dans le Veeco 3100. Il a fallu adapter des mors spécifiques afin de s'adapter aux géométries des mini-éprouvettes (voir le plan détaillé dans l'annexe II-1). Ces mors ont été usinés dans un acier Uranus 45N en raison de sa haute limite élastique de 460 MPa. Des pions de demi cercle du diamètre 4 mm et 2 mm permettent de placer des mini-éprouvette de longueur 40 mm, Figure II-16 et 25 mm, Figure II-17 .

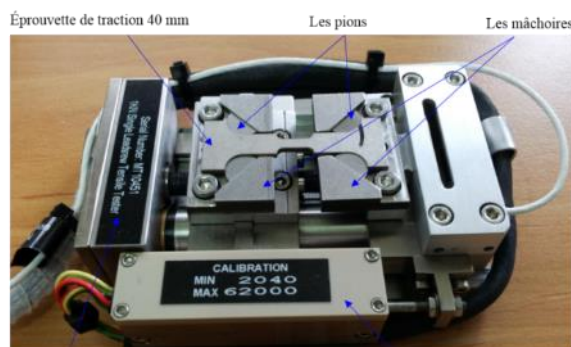


Figure II-16 : Mise en place d'une mini-éprouvette de traction de 40 mm sur la mini-machine de traction Deben, capacité 1 kN.

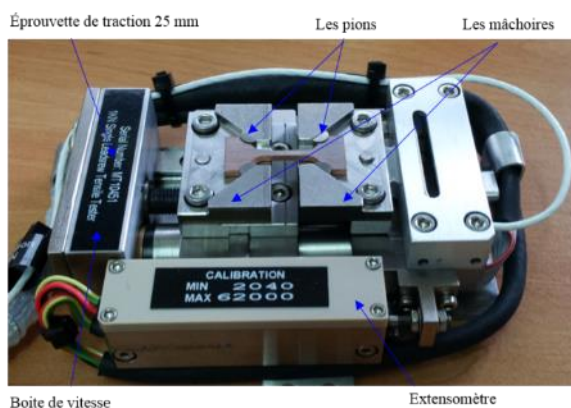


Figure II-17 : Mise en place d'une mini-éprouvette de traction de 25 mm sur la mini-machine de traction Deben, capacité 1 kN.

L'essai de traction in-situ sous AFM à l'aide d'une mini-machine de traction, permet notamment de suivre - après différents historiques thermomécaniques des éprouvettes - l'évolution des lignes de glissement comme le montre la Figure II-18 entre 0 et 5% de déformation plastique, ou d'observer l'apparition et l'évolution de macles ainsi que d'éventuelles interactions avec les joints des grains.

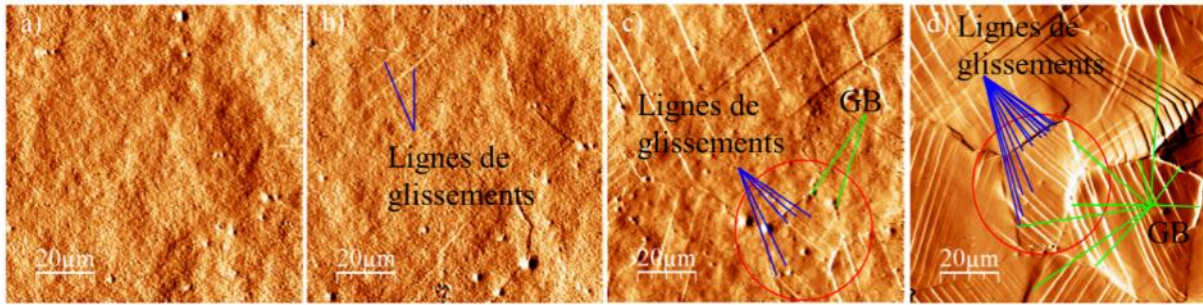


Figure II-18 : Exemple d'évolution de microstructure dans le cuivre II polycristallin partiellement cristallisé pendant l'essai de traction in-situ sous AFM, a) à $\epsilon_p = 0\%$, b) à $\epsilon_p = 1.9\%$, c) à $\epsilon_p = 2.5\%$ et d) à $\epsilon_p = 5\%$.

II.3.4 Micro dureté de Vickers (HV)

Les mesures de micro-dureté sont effectuées à l'aide du Duramin A300 fabriqué par Struers. La géométrie de pénétrateur est de forme de pyramidale. La tête du pénétrateur est en diamant. Nous avons utilisé une charge appliquée de 50p pendant 20 secondes. Pour chaque échantillon, nous faisons une moyenne de 10 mesures.

La dureté Vickers est donnée par :

$$HV = 0.189 \times \frac{F}{d^2} \quad \text{Eq. II-1}$$

Où F est la force appliquée (en N) et $d = \frac{d_1+d_2}{2}$ est la diagonale moyenne de l'empreinte (μm).

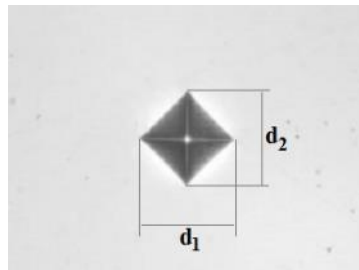


Figure II-19 : Empreinte de micro-dureté Vickers.

La dureté évolue lors de la recristallisation entre une valeur haute et basse. L'allure de cette transition dépend de l'état initial et de la température de maintien.

II.4 Caractérisations Microstructurale et Mécanique des 2 Matériaux

II.4.1 Formes et tailles de grains, métallographie

Les observations métallographiques, *Figure II-20*, *Figure II-21* et *Figure II-22* ont été obtenues à partir d'un polissage mécanique suivi d'une finition à la pâte diamantée de $1\mu m$. Les grains sont révélés avec une solution 50% de HNO_3 et 50% d'eau. La *Figure II-20* montre une micrographie du cuivre I sur laquelle sont indiqués les directions de laminage (DL) et transverse (DT). Pour le cuivre II, *Figure II-21* et *Figure II-22*, la direction axiale est indiquée par (DA) et radiale par (DR).

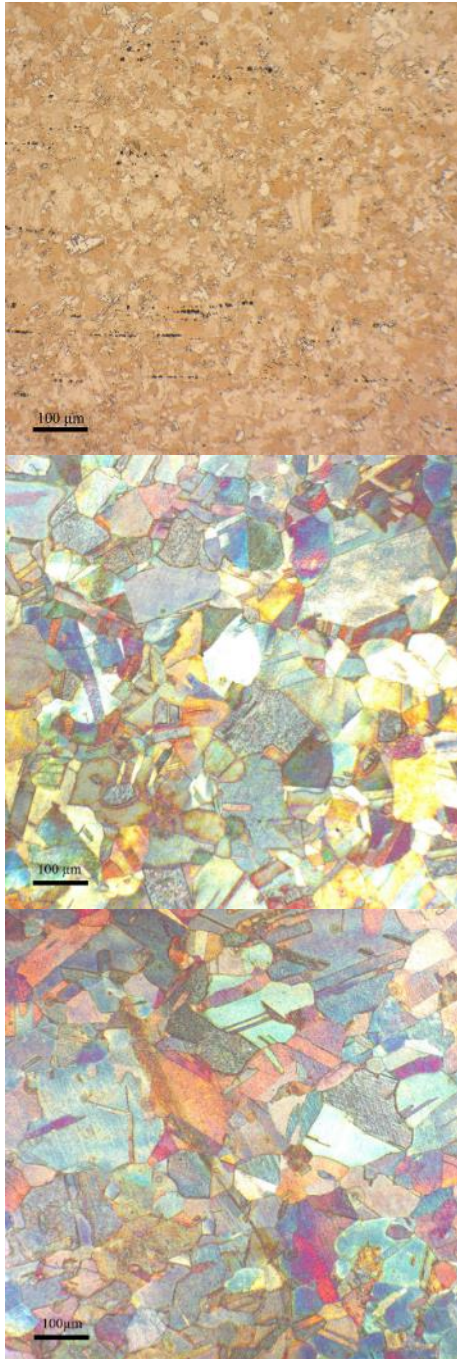


Figure II-20 : Micrographie du Cuivre I mesurée sur le plan de laminage avec le grossissement x10.

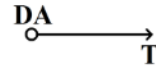


Figure II-21 : Micrographie du Cuivre II mesurée sur la section de la barre avec le grossissement x10.

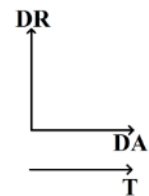


Figure II-22 : Micrographie du Cuivre II mesurée sur la section transverse avec le grossissement x10.

Les tailles de grains ont été mesurées à partir de scan EBSD. Le diamètre moyen des grains du cuivre I *Figure II-23(a)* est de $7.23\mu\text{m} \pm 6$. Le diamètre moyen des grains du cuivre II sur la section de la barre est de $25.89\mu\text{m} \pm 23$ et $17.49\mu\text{m} \pm 19$ sur une section transverse. On aurait pu s'attendre à la situation inverse en raison de l'allongement du grain lors de l'extrusion. On peut imputer ce résultat aux grains de très faible diamètre sur la section transverse, qui ne sont pas indexés en raison de leur plus petite taille que sur la section de la barre. En effet nous dénombrons 11% de grains de faible diamètre sur la section transverse, *Figure II-23(c)* contre 4% sur la section de la barre, *Figure II-23(b)*.

Les distributions sont de type log normal, et les grains sont sensiblement équiaxes pour les deux types de cuivre. On notera néanmoins qu'il y a un facteur trois entre les diamètres du cuivre I et II avec une plus forte dispersion autour de la valeur moyenne pour le cuivre II.

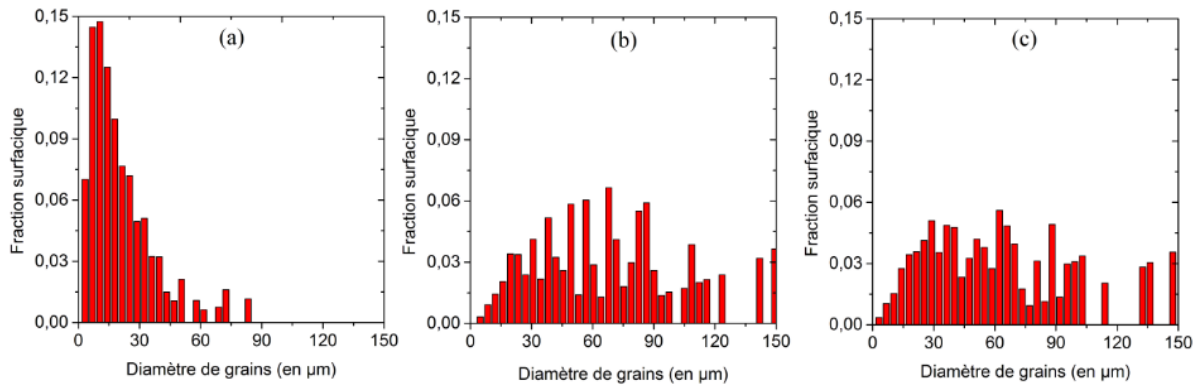


Figure II-23 : Distribution des tailles de grains, (a) cuivre I, (b) cuivre II sur la section de la barre et (c) cuivre II sur la section transverse.

II.4.2 Distribution des orientations de grains et des types de joints de grains.

La cartographie EBSD des orientations de grains du cuivre I est donnée *Figure II-24a*). Nous pouvons distinguer sur cette figure des zones de grains de grande taille entourées de petits grains. Les joints sont plutôt courbes. On observe la présence de joints de macles cohérents et incohérents. La figure de pôles $\{111\}$ *Figure II-24b*) est assez proche d'une texture de laminage, après recuit (cf. *Figure I-54*). La figure de pôle inverse (IPF), *Figure II-24c*) indique une orientation préférentielle de direction normale $[001]$.

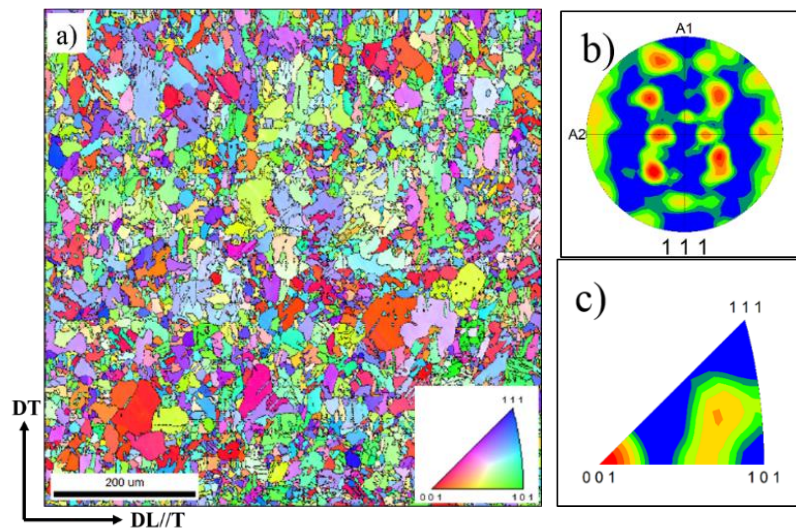


Figure II-24 : Cuivre I à l'état initial, a) cartographie IPF, b) figure de pôles $\{111\}$ et c) figure de pôle inverse $[001]$.

La cartographie IPF du cuivre II dans le plan de la section est présenté *Figure II-25a*). Les grains sont équiaxes. Le code couleur, *Figure II-25c*) indique deux directions préférentielles, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, typiques de l'extrusion. Dans chaque grain, les nuances de couleurs associées à des variations d'orientations inter-granulaires indiquent un écrouissage résiduel. Les contours de grains sont plus rectilignes que pour le cuivre I.

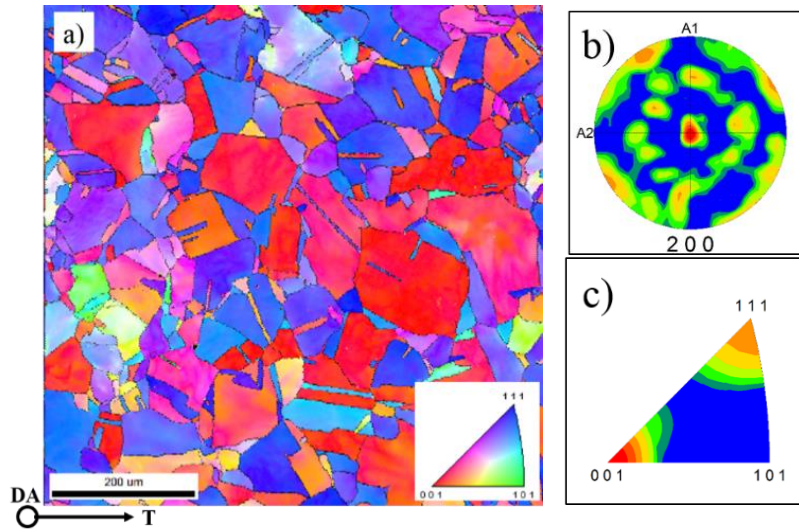


Figure II-25 : Cuivre II sur la section, a) cartographie IPF, b) figure de pôles {200} et c) figure de pôle inverse [001].

La *Figure II-26a)* représente la cartographie IPF de cuivre II sur la section transverse. Nous constatons encore un écouvissage des grains mais une orientation préférentielle moins marquée de direction normale [001], ce qui s'explique par le fait que l'axe de fibre est désormais compris dans le plan d'observation. Le contour des gros grains est rectiligne, celui des petits sont courbes. On repère des joints de macles cohérents et incohérents.

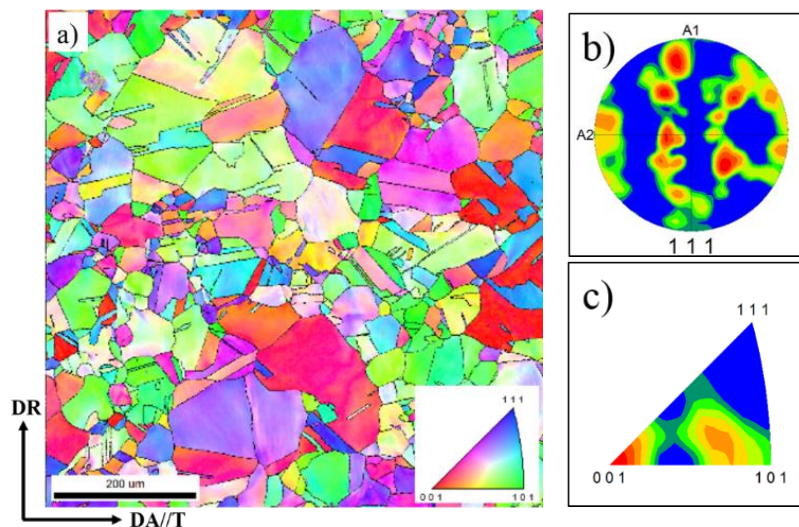


Figure II-26 : Cuivre II sur la section transverse, a) cartographie IPF, b) figure de pôles {111} et c) figure de pôle inverse [001].

Les distributions des désorientations du cuivre I et II sont données *Figure II-27*. La courbe rouge est celle du cuivre I, les courbes bleu et verte sont relatives au cuivre II, bleu pour la section de la barre, verte pour la section transverse. La proportion des sous joints, entre 2 et 5° est de 2% pour le cuivre I et de 18 à 20% pour le cuivre II. Ceci est cohérent avec la désorientation inter-granulaire constatée sur les cartographies d'orientations, *Figure II-25 et Figure II-26*. Il y a 5% de joints qui ont une désorientation voisine de 40° dans le cuivre I et une proportion de 1% dans le cuivre II. Les désorientations de 60° sont présentes pour le cuivre I et II mais avec une proportion croissante de 3 à 20% entre 53° et 60° pour le cuivre II et de 50% pour la seule désorientation de 60° dans le cas du cuivre I.

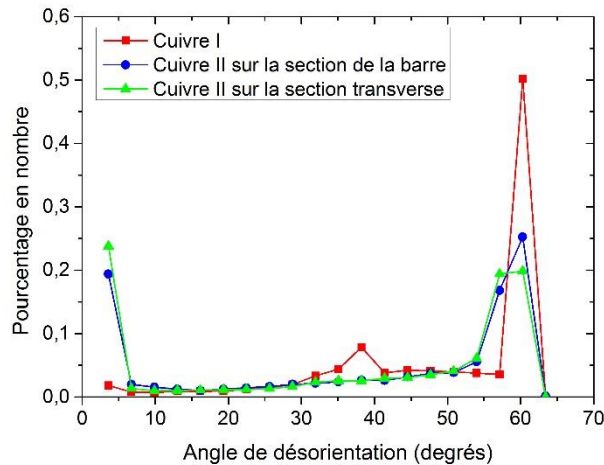


Figure II-27 : Comparaison des histogrammes de désorientation (en nombre) pour le cuivre I et le cuivre II.

Nous avons classé les joints en différents types de joint CSL en utilisant le critère de Brandon [Brandon, 1966]. Ce critère est utilisé pour déterminer la variation d'angle de coïncidence $\Delta\theta$ de la configuration de CSL. La valeur maximale de $\Delta\theta_{max}$ en fonction de l'indice de coïncidence considéré, s'exprime de manière suivante : $\Delta\theta < 15^\circ \Sigma^{-1/2}$. Le critère de Brandon donne pour la valeur de $\Sigma = 1$ et d'une tolérance de 15° . Si la valeur est en dessous de ces deux valeurs, on appelle le joint de grains « faible angle », par exemple les sous joints de grains. Si la valeur d'angle de désorientation est supérieure à 15° , on appelle le joint de grains de « grande angle ». Parmi les joints des grains de grande angle, on peut identifier le joint CSL ou proche de CSL et les joints généraux (le joint de grains qui éloigne de CSL).

Les répartitions des angles de désorientations pour le cuivre II sont presque identiques pour les deux sections, *Figure II-29 et Figure II-30*.

On observe des répartitions très différentes entre les cuivres I et II. Il y a une importante proportion de sous joints pour le cuivre II. Les macles (joints $\Sigma 3$) sont plus nombreuses dans le cuivre I.

Il y a également une présence notable de joints $\Sigma 9$ (5.6%) dans le cuivre I, comme le montre dans la *Figure II-28*, alors qu'ils sont inexistants pour le cuivre II.

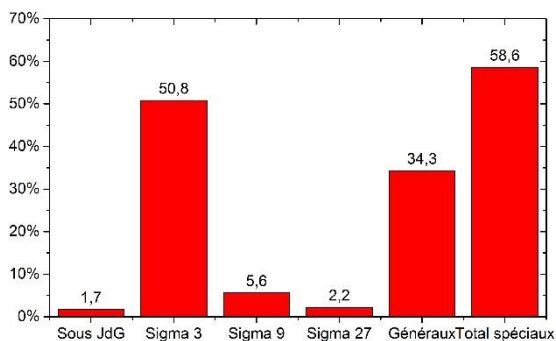


Figure II-28 : Histogramme des désorientations dans le Cuivre I selon la nature des joints de grains.

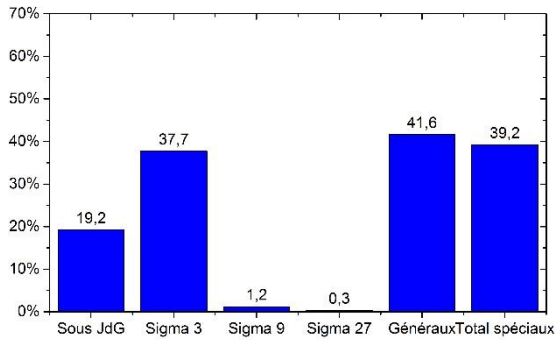


Figure II-29 : Histogramme des désorientations dans le Cuivre II sur la section de la barre selon la nature des joints de grains.

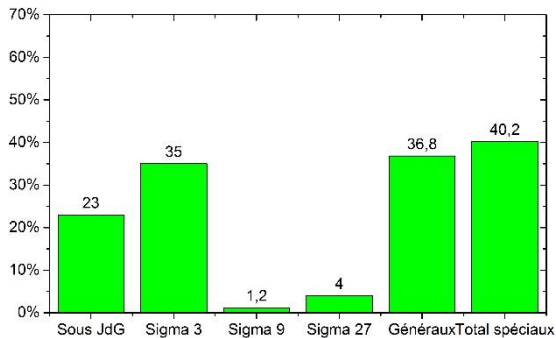


Figure II-30 : Histogramme désorientations dans le Cuivre II sur la section transverse selon la nature des joints de grains.

Les pourcentages de joints généraux sont comparables pour les deux types de cuivre.

Si nous comparons ces distributions avec celle donnée chapitre I pour le cuivre OFC, nous constatons une similitude avec la distribution des joints du cuivre I et des différences notables pour le cuivre II. Le cuivre I est dans un état complètement recristallisé alors que le cuivre II est partiellement restauré et partiellement recristallisé.

Nous décrivons maintenant de manière détaillée les composantes de texture qui apparaissent dans les deux types de cuivre.

II.4.3 Étude détaillée de la distribution des orientations cristallines par les types de textures

Nous utilisons les angles d'Euler des trois cartographies présentées plus haut pour analyser des composantes individuelles de texture ainsi que les fibres présentes dans le matériau extrudé.

Nous rappelons que le cuivre I étant laminé à froid (d'une épaisseur de 14 mm à 1.43 mm) suivie par un recuit continu à 700°C. Donc, si le taux de réduction est 70%, le taux de laminage est d'environ 90% en déformation. L'analyse des fractions volumiques des composantes de textures est calculée selon les 50 orientations sélectionnées (cf. *Annexe II-2*) à partir du fichier global des orientations mesurées par EBSD et en considérant une dispersion de 15° autour des composantes d'intérêt. Les 50 orientations sont sélectionnées comme suit [Bacroix et al., 2018b] : i) Les 10 orientations principales permettant de décrire les textures de laminage et recuit dans les matériaux CFC sont groupées en 5 familles : *Cube* = {100}<001>(une orientation), *Goss* = {110}<001>(une orientation), *Cuivre* = {112}<111> (deux orientations qui respectent la symétrie orthotrope du processus de laminage), *Brass* = {110}<112>(deux orientations) et *S* = {123}<634>(quatre orientations). ii) Les 40 orientations maclées correspondant à 4 orientations maclées pour chaque composante de texture de laminage et de

recuit. Ces quatre orientations correspondent à une rotation de 60° de chaque composante principales de textures autour d'un des quatre axes $\langle 111 \rangle$. Les orientations maclées sont groupées en 5 familles : Cube maclé (4 orientations), Goss maclé (4 orientations), Cuivre maclé (8 orientations), Brass maclé (8 orientations) et S maclé (16 orientations).

L'analyse de fractions volumiques des composantes de texture du cuivre I est présentée *Tableau II-4*. Nous trouvons donc dans le cuivre I les pourcentages suivants : Cube (10%), Cu (6%), S (12%), Cube maclé (5%), Goss maclé (5%), Cu maclé (13%), S maclé 19% et un pourcentage de 21% représentant l'ensemble des orientations autres que les 50 sélectionnées. Comme il peut y avoir recouvrement entre différentes orientations parmi les 50 sélectionnées (par exemple, il y a 12° entre l'orientation Cube et l'une des orientations S maclées). Le calcul des pourcentages a été fait selon deux méthodes différentes, lorsqu'une orientation peut être considérée comme faisant partie de la dispersion de deux orientations différentes : (i) soit on l'affecte entièrement à l'une des deux, ce qui a pour effet de privilégier les orientations de laminage/recuit, au détriment des orientations maclées (orientations non partagées), (ii) soit on répartit l'orientation entre les deux, au prorata des désorientations par rapport à l'une et l'autre (orientations partagées).

Tableau II-4 : Fractions volumiques des composantes de textures dans le cuivre I laminé à froid de 90%.

Composantes de texture	50 orientations non partagés	50 orientations partagées
Cube	9.66%	2.85%
Goss	2.96%	1.84%
Cu	6.24%	2.06%
Bs	3.56%	1.18%
S	12.50%	7.50%
CubM	4.97%	8.52%
GosM	5.41%	4.03%
CuM	13.13%	11.16%
BsM	1.52%	6.74%
SM	18.69%	32.79%
Reste	21.35%	21.35%

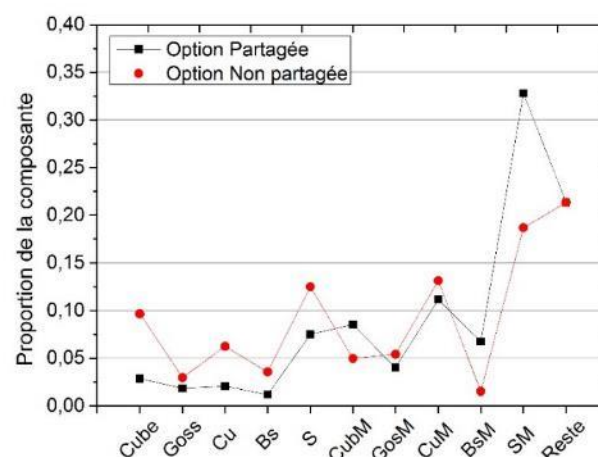


Figure II-31 : Composante de texture de cuivre I d'état de réception obtenant par deux options différentes « partagée » et « non partagée ».

Le cuivre II a été quant à lui extrudé ; sa texture doit donc se rapprocher de celle des matériaux CFC tréfilés. Dans ce cas, la texture est généralement composée de deux textures de fibres

$\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ [Dillamore and Roberts, 1965], c'est-à-dire une direction $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de tréfilage ou d'extrusion. [Hibbard, 1950] a ainsi observé les composantes de fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans des fils de cuivre et alliages. Cet auteur a également noté que quand le taux de déformation augmente, le pourcentage de fibre $\langle 100 \rangle$ diminue. Il a également constaté que la fibre $\langle 111 \rangle$ était plus stable que les autres composantes.

[Jakani et al., 2007] ont analysé les textures de fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans des fils de cuivre ETP (Electrolytic tough pitch) tréfilés. Dans ce travail, cet auteur utilise deux types de cuivre, « cu-ref » et « cu-S » qui présentent respectivement 42% et 25% d'élongation à rupture. Ces fils ont d'abord subi un laminage à chaud à partir de lingots chauffés à une température entre 850°C à 900°C permettant d'obtenir un diamètre de fil de 8 mm. Après ce laminage à chaud, le fil est refroidi à l'eau. Un laminage à froid permet d'obtenir un diamètre final de 6.3 mm. Le fil subit ensuite un recuit à 260°C pendant 8 mn. L'analyse des fractions surfaciques des textures de fibre dans le cuivre « cu-ref » donne les pourcentages suivants : 42.7% de fibre $\langle 111 \rangle$, 14% de fibre $\langle 001 \rangle$ et 43.1% pour le reste.

Dans notre étude, l'analyse de fractions surfaciques des composantes de fibres est calculée selon les 90 orientations sélectionnées (cf. *Annexe II-3*). Les 90 orientations sont sélectionnées sont réparties comme suit : i) 18 orientations sont groupées en 2 familles de composantes de textures fibres parfaites $\langle 100 \rangle$ (9 orientations) et $\langle 111 \rangle$ (9 orientations). ii) 72 orientations sont composées de 4 orientations maclées pour chaque composante de fibre. Les orientations maclées sont groupées en 2 familles : la famille de fibre $\langle 100 \rangle$ maclées (36 orientations) et la famille de fibre $\langle 111 \rangle$ maclées (36 orientations).

Le résultat de cette analyse pour le cuivre II (section de la barre) est donné *Tableau II-5*. Dans notre cuivre, nous trouvons les pourcentages suivants : fibre $\langle 100 \rangle$ (28%), fibre $\langle 111 \rangle$ (41%), fibre $\langle 100 \rangle$ maclée (10%), fibre $\langle 111 \rangle$ maclée (13%) et le reste est de 7% pour une tolérance d'angle angulaire de 15°. Si nous comparons les composantes de fibres de notre cuivre avec le travail de [Jakani et al., 2007], nous obtenons un pourcentage double pour la fibre $\langle 100 \rangle$ et un pourcentage identique pour la fibre $\langle 111 \rangle$.

Tableau II-5 : Fractions surfaciques des composantes de fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans le cuivre II sur la section de la barre à l'état brut.

Texture fibre	% calculé (1 = 100%)
Fibre $\langle 100 \rangle$	0.28451
Fibre $\langle 111 \rangle$	0.41003
Fibre $\langle 100 \rangle$ maclé	0.10170
Fibre $\langle 111 \rangle$ maclé	0.13192
Reste	0.07184

II.4.4 Propriétés mécaniques

Des essais mécaniques de traction et de dureté ont été réalisés sur le cuivre I et II afin de caractériser l'état mécanique initial. Selon le document de l'Institut Européen du Cuivre, le cuivre Cu-al à l'état recuit a les caractéristiques suivantes : $\sigma_e = 60 \text{ MPa}$, résistance à la déformation plastique $\sigma_u = 221 \text{ MPa}$ et déformation à la rupture $\varepsilon_u = 43\%$ [Institut-Européen-du-Cuivre, 1985].

La *Figure II-32* montre les courbes de traction dans la direction DL pour le cuivre I (courbe rouge) et pour le cuivre II, dans la direction DA (courbe verte) et DR (courbe bleu).

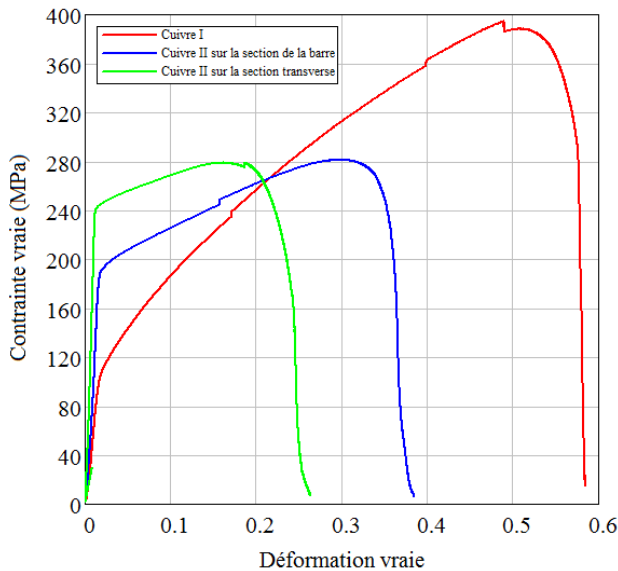


Figure II-32 : Courbes de traction des deux cuivres étudiés à l'état initial : (en rouge) cuivre I dans la direction DL, (en bleu) cuivre II dans la direction DR, (en verte) cuivre II dans la direction DA.

On constate que la limite élastique du cuivre I, $\sigma_e = 96 \text{ MPa}$ dans la direction de laminage est très inférieure à celle du cuivre II, $\sigma_e = 188 \text{ MPa}$ dans la direction DR et $\sigma_e = 240 \text{ MPa}$ dans la direction DA. La résistance à la déformation plastique et la déformation à la rupture sont supérieures pour le cuivre I, $\sigma_u = 390 \text{ MPa}$, $\varepsilon_R = 58\%$. Pour le cuivre II, on trouve pour la direction DA, $\sigma_u = 280 \text{ MPa}$ et $\varepsilon_R = 40\%$ et pour la direction DR, $\sigma_u = 278 \text{ MPa}$, et $\varepsilon_R = 25\%$.

Ces différences s'expliquent par l'état complètement recristallisé du cuivre I après laminage et l'état partiellement cristallisé du cuivre II après extrusion.

On peut aussi constater pour le cuivre II que la limite élastique dans la direction DA $\sigma_e = 240 \text{ MPa}$ est supérieure à celle dans la direction DR, $\sigma_e = 188 \text{ MPa}$ et que la déformation à la rupture est plus faible selon DA $\varepsilon_R = 40\%$ que selon DR $\varepsilon_R = 25\%$. Ce résultat est la conséquence d'un écrouissage plus intense dans la direction de l'extrusion DA que dans la direction radiale DR.

Le coefficient d'écrouissage est beaucoup plus élevé pour le cuivre I, $\left\langle \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right\rangle = 560 \text{ MPa}$ que pour le cuivre II, $\left\langle \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right\rangle = 344 \text{ et } 260 \text{ MPa}$, en raison de l'état initial totalement recristallisé. Pour le cuivre I, la dureté est constante sur la surface et prend une valeur de 58.8 HV. Elle est inférieure à celle du cuivre II qui est en moyenne de 90 HV et qui évolue suivant la direction radiale de la barre comme le montre la *Figure II-33*. On peut distinguer sur cette graphique quatre zones. Une zone circonférentielle de 3 mm d'épaisseur pour laquelle la dureté est la plus élevée, environ 100 HV. Entre 3 mm et 10 mm, la dureté moyenne est voisine de 90 HV puis elle descend à 80 HV entre 10 mm et 20 mm. Enfin de 20 mm jusqu'au centre de la barre, elle croit continument de 80 à 100 HV. Ce résultat indique que les zones de plus fort écrouissage sont la zone périphérique et la zone centrale de la barre.

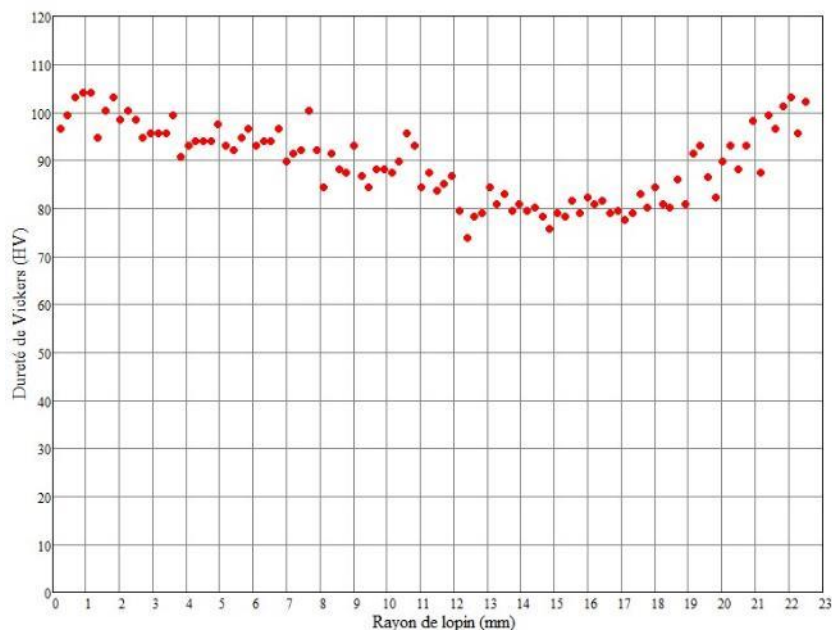


Figure II-33 : Évolution radiale de la dureté du cuivre extrudé.

II.4.5 Récapitulatif des différences de caractéristiques des 2 matériaux Cuivre I et Cuivre II

Les trois tableaux ci-dessous résument la caractéristique mécanique et physique de cuivre I et de cuivre II.

Tableau II-6 : Résumé des caractéristiques mécaniques du cuivre I laminage.

Matériau	Cuivre I
Histoire de Fabrication	Laminage à froide de 14 mm à 1.43 mm suivi d'un recuit continue à 700°C
Surface moyenne des grains	$28.81 \pm 214.30 \mu m^2$
Diamètre moyen des grains	$6.06 \pm 16.52 \mu m$
Dureté de Vickers (HV)	58.8
σ_e	96 MPa
σ_u	390 MPa
Coefficient d'écroutissage moyen $\langle \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \rangle$	560 MPa
ε_R	58%

Tableau II-7 : Résumé des caractéristiques mécaniques du cuivre II extrudé (section axiale de la barre)

Matériau	Cuivre II (section de la barre)
Histoire de Fabrication	Extrudé, partiellement recristallisé
Surface moyenne axiale des grains	$376.34 \pm 1578 \mu m^2$
Diamètre moyen axial des grains	$21.89 \pm 44.82 \mu m$
Dureté de Vickers (HV)	78.38
σ_e	188 MPa
σ_u	280 MPa
Coefficient d'écroutissage moyen $\langle \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \rangle$	344 MPa
ε_R	40%

Tableau II-8 : Résumé des caractéristiques mécaniques du cuivre II extrudé (section « transverse » (latérale) de la barre)

Matériau	Cuivre II (section transverse)
Histoire de Fabrication	Extrudé, partiellement recristallisé
Surface moyenne latérale des grains	$252.93 \pm 1359 \mu m^2$
Diamètre moyen latéral des grains	$17.95 \pm 41.60 \mu m$
Dureté de Vickers (HV)	-
σ_e	240 MPa
σ_u	278 MPa
Coefficient d'érouissage moyen $\langle \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \rangle$	260 MPa
ε_R	25%

Chapitre III : Étude globale de la recristallisation pour le cuivre I et le cuivre II

III Étude globale de la recristallisation pour le cuivre I et le cuivre II

Tel que rapporté au chapitre I, la littérature disponible montre que la migration des joints dans le cuivre est difficile à étudier, en raison de la présence de nombreuses macles qui présentent une faible mobilité [Field et al., 2004]. Nous cherchons donc dans un premier temps à définir, pour les deux nuances de cuivre sélectionnées, les meilleures conditions pour obtenir une migration « significative » en vue d'une étude in-situ sous MEB. Comme décrit dans le chapitre I, cette migration peut s'effectuer par le mécanisme de SIBM (sans germination), par recristallisation primaire (germination et croissance) ou par recristallisation secondaire (croissance après recristallisation). Le mécanisme de SIBM est privilégié à priori car plus facile à suivre in-situ sous MEB, mais demande une étude préalable afin de savoir si cette migration est suffisamment importante pour être observée in-situ. Cette information n'est pas donnée dans la littérature à la connaissance de l'auteur. Les paramètres « optimaux » à déterminer sont l'état initial du matériau (état « métallographique », état d'érouissage, texture), le taux de déformation qu'il convient d'appliquer avant le recuit et bien sur la température et le temps de recuit. Ils ont donc été examinés :

Pour le cuivre I,

- les conditions de l'érouissage critique, qui met en jeu un mécanisme SIBM avec de faibles déformations à des températures basses. Le cuivre I se présente sous la forme d'une tôle de grande dimension à partir de laquelle il est facile de fabriquer de grandes éprouvettes de traction.

Pour le cuivre I et II

- les conditions de la recristallisation primaire,
- les conditions de la recristallisation secondaire (dans ce cas également, la migration s'effectue sans germination, mais les forces motrices en présence sont plus limitées que dans le cas d'un mécanisme de SIBM).

Les conditions de migration optimale ainsi déterminées seront ensuite utilisées pour mener une étude de migration des joints in-situ sous MEB.

III.1 Recherche des conditions d'érouissage critique pour le Cuivre I

III.1.1 Protocole expérimental

Généralement, pour un métal dans les conditions de l'érouissage critique, on observe une croissance de grains après déformation plastique suivie d'un recuit réalisé à une température supérieure à la moitié de la température de fusion, soit pour le cuivre supérieure à 500°C. Cette croissance de grain montre un maximum pour une valeur dite critique du taux de déformation (donc d'érouissage), généralement très faible (quelques pourcents). Les différences de déformation plastique de part et d'autre des joints sont plus marquées à petite amplitude de déformation, lorsque certains grains peuvent encore ne pas être plastiquement déformés tandis que leurs voisins le sont. Lorsque la déformation augmente, les déformations de grain à grain tendent à s'uniformiser et les forces motrices liées au différentiel de déformation diminuent en intensité. Afin de déterminer cette valeur critique, une méthode [Seeberger, 2009] consiste à recourir à des éprouvettes de forme trapézoïdale, qui permettent d'obtenir par traction un

gradient de déformation dans une seule éprouvette. Après recuit, on peut observer des différentes tailles de grains dans différentes parties de l'éprouvette, ce qui permet de déterminer la valeur de la déformation associée à la plus grande taille de grain. Cette méthode d'apparence simple n'est pas si triviale, car un mauvais choix de la forme en trapèze (qui doit tenir compte du taux de consolidation du matériau tel qu'il apparaît sur une courbe contrainte-déformation) peut bloquer la zone d'écroûissage critique entre deux zones « sous critiques » et donc empêcher les grains à même de croître de s'étendre dans les zones voisines. Nous utilisons deux types d'éprouvettes pour cette étude, la première est prismatique (pour déterminer la loi de comportement du matériau) et l'autre trapézoïdale de forme fixée par la courbe contrainte-déformation, *Figure III-1(a) et (b)*. Les dimensions de ces éprouvettes sont données *Tableau III-1*. Les éprouvettes sont découpées de façon à ce que la direction de traction soit la direction de laminage. Après la découpe, nous réalisons un recuit de restauration à 300°C pendant 1 heure dans un four sous vide secondaire.

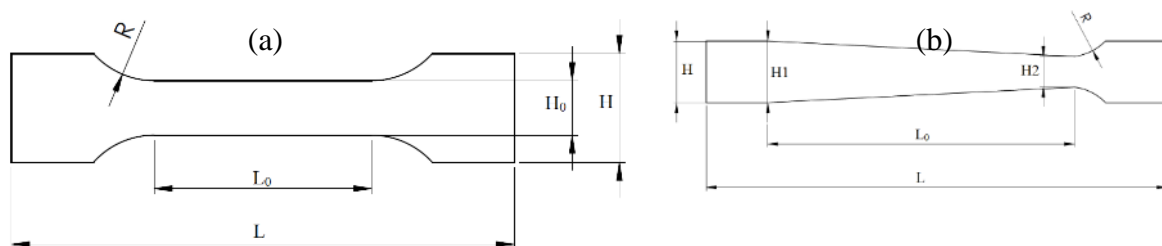
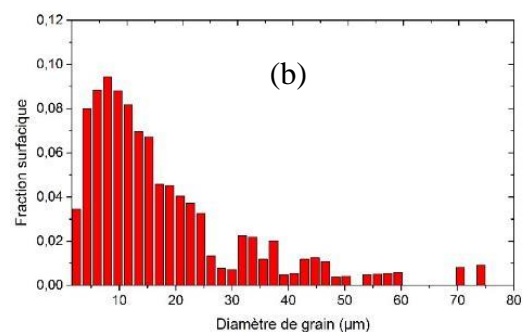
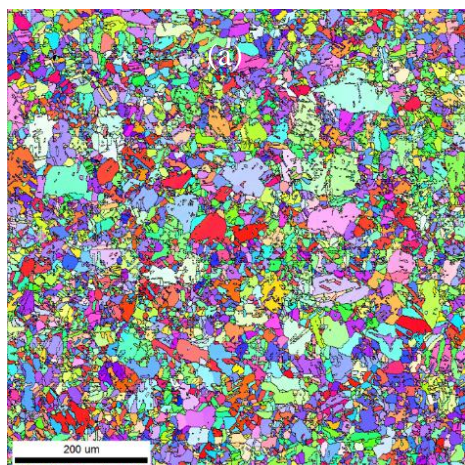


Figure III-1 : Géométrie des deux éprouvettes de traction, (a) Éprouvette droite et (b) Éprouvette trapézoïdale.

Tableau III-1 : Dimensions des éprouvettes

Éprouvette droite		Éprouvette trapézoïdale	
L	185 mm	L	150 mm
L0	80 mm	L0	100 mm
H	40 mm	H	20 mm
H0	20 mm	H1	20 mm
R	30 mm	H2	10 mm
Épaisseur e	1.42 mm	R	17 mm
		Épaisseur e	1.42 mm

Nous caractérisons tout d'abord l'état de notre matériau après ce recuit de restauration. Nous réalisons une cartographie EBSD de taille de 700µm x 700µm, *Figure III-2*. En comparant avec la cartographie EBSD d'état de réception de cuivre I (cf. §II), à cette température de recuit, il n'y a pas d'évolution de texture et de taille moyenne de grain (cf. *Figure III-2* et *Figure III-3*).



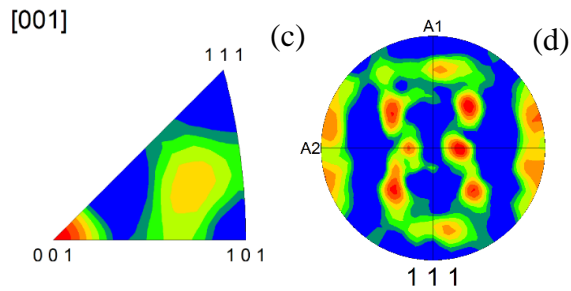


Figure III-2 : Cartographie EBSD de cuivre I après de recuit à 300°C pendant 1 heure, (a) cartographie IPF de taille de 700 μm \times 700 μm , (b) histogramme de distribution de diamètre de grain en fonction de fraction surfacique, (c) figure de pole inverse suivant la direction [001] et (d) figure de pôles suivant la famille de plan {111}.

Tableau III-2 : Fractions volumiques des composantes de textures dans le cuivre I après de recuit détensionnement à 300°C pendant 1 heure selon l'option partagée et l'option non partagée.

Composante de texture	Option « partagée »	Option « non partagée »
Cube	0.02344	0.08044
Goss	0.01393	0.02059
Cu	0.02928	0.09076
Bs	0.01623	0.04443
S	0.09627	0.16326
CubM	0.07682	0.03320
GosM	0.03849	0.05139
CuM	0.10935	0.11726
BsM	0.06477	0.01390
SM	0.33841	0.19175
Reste	0.19302	0.19302

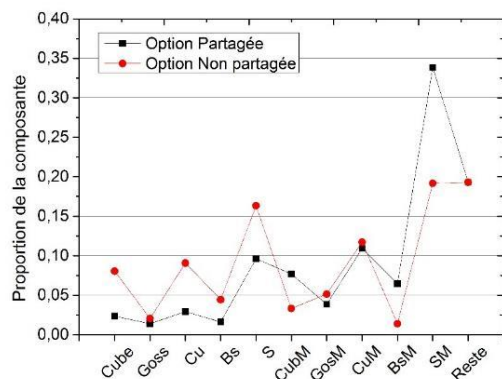


Figure III-3 : Composante de texture de cuivre I après de recuit à 300°C pendant 1 heure obtenant par deux options différente « partagée » et « non partagée ».

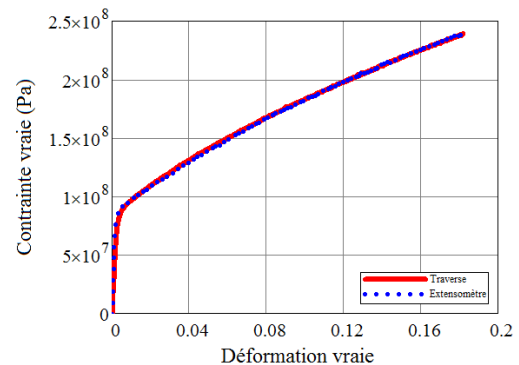


Figure III-4 : Courbe de traction du cuivre.

La courbe de traction rationnelle du cuivre I obtenue à l'aide de l'éprouvette prismatique est présentée *Figure III-4*. On trouve une limite élastique d'environ $\sigma_e = 66.79 \text{ MPa}$ et un module d'Young apparent de $E = 32.74 \text{ GPa}$.

Ces données permettent de fixer la force maximale F_{max} à appliquer lors de l'essai de traction sur l'éprouvette trapézoïdale afin d'explorer une gamme de déformation allant jusqu'à 18% sur la plus petite section S_1 . La déformation plastique prévue sur l'autre extrémité doit être nulle (En fait, elle est d'environ 3%). Cette déformation maximale choisie correspond à une valeur $\sigma_{18\%}$ donnée par la courbe de traction de la *Figure III-4* et donc à une force $F_{max} = \sigma_{18\%} S_1$. On trouve $F_{max} = 3400 \text{ N}$.

À partir de la *Figure III-5* on peut établir que :

$$S(x) = \frac{e}{L}(l_1(L - x) + xl_2) \quad \text{Eq. III-1}$$

Où e est l'épaisseur de l'éprouvette, L la longueur de la zone utile, $l_1 = H_1$, $l_2 = H_2$ les longueurs des sections S_1 , S_2 et x la position de la section $S(x)$.

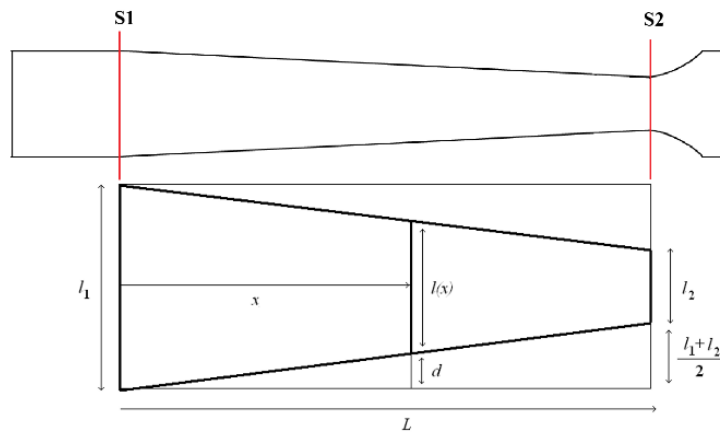


Figure III-5 : Configuration de la géométrie de l'éprouvette trapézoïdale pour l'étude préliminaire de l'évolution de la déformation plastique en fonction de la longueur utile.

La contrainte le long de l'éprouvette est donnée en raisonnable approximation par $\sigma(x) = \frac{F_{max}}{S(x)}$ et la courbe de traction de la *Figure III-4* procure la déformation plastique théorique correspondante. La distribution ainsi obtenue avant essai de la déformation plastique en fonction de la position x sur l'éprouvette trapézoïdale est présentée *Figure III-6*.

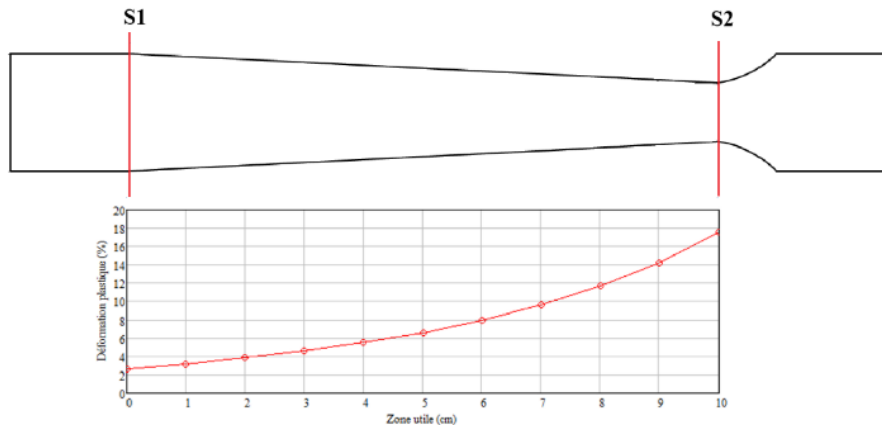


Figure III-6 : Évolution attendue de la déformation au long de l'éprouvette trapézoïdale.

Avant de procéder à l'essai de traction, des lignes sont tracées à intervalles réguliers le long de l'éprouvette perpendiculairement à la direction de traction afin d'évaluer la distribution de déformation plastique, en la supposant uniforme par zone entre deux marques successives. La mesure de distance entre deux marques est effectuée au microscope à faible grossissement au micromètre près. L'essai est effectué jusqu'à la valeur de la force maximale $F_{max} = 3400 \text{ N}$ évaluée précédemment. La courbe de traction est donnée *Figure III-7*. La *Figure III-8* compare les déformations plastiques mesurées et calculées. On constate une forte divergence de la valeur de la déformation pour les faibles sections, due à une forte localisation de la déformation et de la contrainte (mesurées) au niveau de la section la plus faible, localisation qui n'est pas prise en compte dans le calcul simple utilisé.

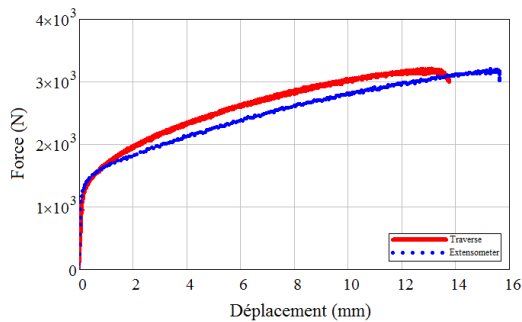


Figure III-7 : Courbe force déplacement sur éprouvette trapézoïdale.

Les valeurs mesurées en différents points de l'éprouvette permettent cependant une analyse après recuit.

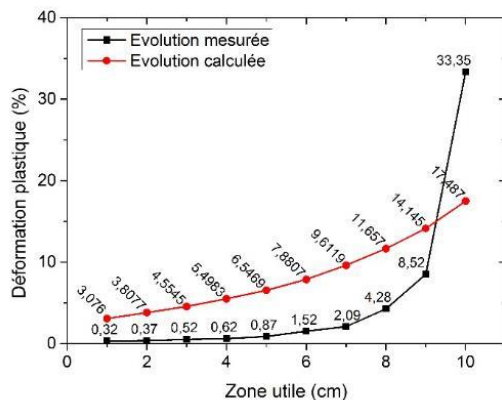


Figure III-8 : Évolution de déformation plastique au long de l'éprouvette trapézoïdale. Évolution mesurée-courbe noire, évolution calculée-courbe rouge.

Après traction, un recuit est effectué sous vide secondaire à 800°C pendant 6 heures (comme dans la littérature, cf. §I). Bien que cette température soit trop élevée pour être appliquée dans le MEB, on choisit ici une température résolument élevée pour se mettre dans des conditions déjà testées expérimentalement (§I) et faciliter ainsi le phénomène de croissance et son observation. Après le recuit, les grains sont révélés par une solution d'acide nitrique dilué à 50%. L'éprouvette est découpée suivant les marques initialement tracées en surface et des scans EBSD sont réalisés sur chaque coupon après polissage électrolytique. Ces scans permettront d'étudier l'évolution de la microstructure de zone à zone, c'est-à-dire en fonction de la déformation plastique.

III.1.2 Évolution de la taille de grains

Les tailles de grains sont mesurées sur chaque coupon à partir de cartographies EBSD de 2000 μm \times 2000 μm , après une procédure de nettoyage (« clean-up »), rendue nécessaire par l'oxydation de certains échantillons lors du recuit qui affecte la qualité des clichés EBSD. Cette procédure a été réalisée par « grain dilation » avec des paramètres de 10° pour la tolérance angulaire et 5 pixels pour la taille minimale des grains. Cette taille minimale aura pour conséquence d'augmenter légèrement la taille de grain moyenne. Il faudra donc comparer avec précaution les tailles de grain ainsi calculées et celles issues d'autres campagnes analysées avec d'autres paramètres, mais l'on pourra comparer entre elles les tailles de grain calculées sur des coupons différents et estimées avec les mêmes paramètres.

Pour chaque scan (chaque zone donc chaque déformation), nous avons calculé le diamètre moyenne du grain de deux façons. La première, en assimilant le grain i à un disque de surface

S_i et de diamètre $d_i = \sqrt{\frac{4S_i}{\pi}}$. On calcul ensuite de la moyenne des diamètre ainsi obtenu qu'on note $\langle d \rangle$. La deuxième méthode consiste à calculer une moyenne des diamètres pondérée par la surface notée \bar{d} avec $\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i d_i}{\sum_{i=1}^n S_i}$. Le *Tableau III-3*, donne $\langle d \rangle$, \bar{d} , et l'écart type de \bar{d} . Compte tenu de leur faible mobilité, les macles migrent peu, en conséquence nous avons calculé les diamètres moyens en considérant ou non les parties maclées dans le calcul. Les valeurs calculées sont représentées sur la *Figure III-9* en fonction du taux de déformation mesurée.

Tableau III-3 : Valeurs de tailles de grains extraites des cartographies EBSD.

Déformation	Avec macles			Sans macles		
	$\langle d \rangle$ en μm	Déviatiion Standard	\bar{d} en μm	$\langle d \rangle$ en μm	Déviatiion Standard	\bar{d} en μm
0.0032	49.23	44.19	130.40	86.62	95.016	264.39
0.0037	54.88	45.91	129.26	144.33	126.32	323.35
0.0052	53.40	51.17	170.82	132.47	126.86	402.85
0.0062	53.72	54.24	164.35	144.67	152.36	400.73
0.0087	51.00	45.47	134.49	127.22	124.79	358.02
0.0152	57.95	78.27	409.06	116.98	191.44	1126.59
0.0209	67.64	102.45	784.68	165.02	280.01	1217.36
0.0428	68.02	80.12	318.64	167.87	194.04	782.19
0.0852	69.63	78.14	317.97	131.31	173.93	658.81
0.334	65.35	172.31	1511.82	213.54	539.54	2030.62

La représentation de la valeur \bar{d} permet de mettre en évidence trois zones distinctes :

- (i) la taille de grain moyenne ainsi que sa dispersion sont constantes jusqu'à 1%,
- (ii) les deux grandeurs augmentent ensuite avec un 1^{er} maximum autour de 2% suivie d'une légère diminution autour de 8%
- (iii) une très forte augmentation pour 33% de déformation. Le fait d'exclure les macles de cette analyse accentue encore le phénomène.

Si le maximum observé à 2% peut être lié au mécanisme de SIBM, la diminution observée aux alentours de 8% pourrait être le signe d'une germination et le maximum observé à 33% pourrait être quant à lui lié au mécanisme de croissance anormale, après recristallisation primaire. Nous allons maintenant examiner plus en détails les cartographies associées, afin de voir si elles révèlent des différences permettant d'identifier l'un ou l'autre des deux mécanismes et de mieux décrire les 3 régimes décrits plus haut.

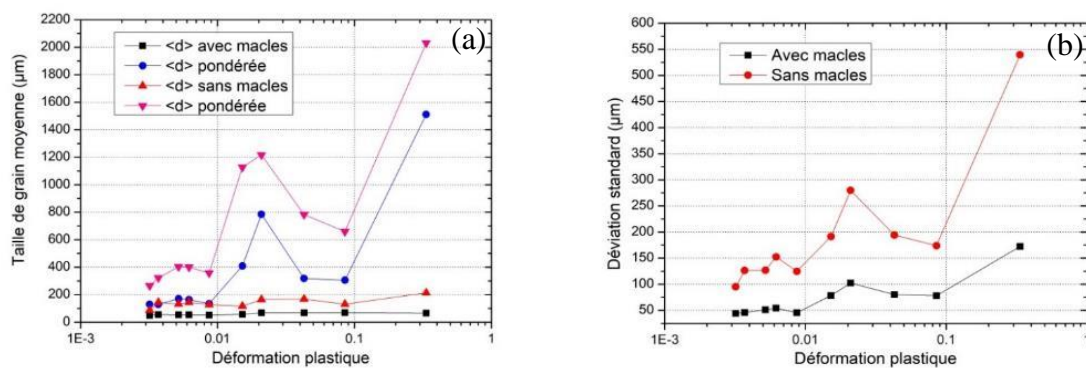
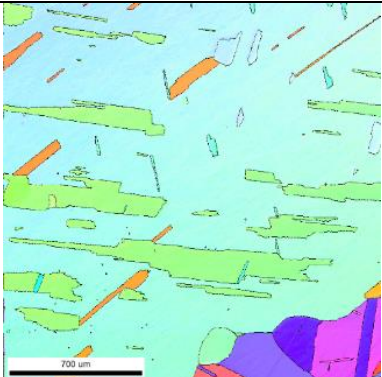
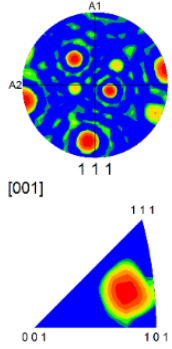
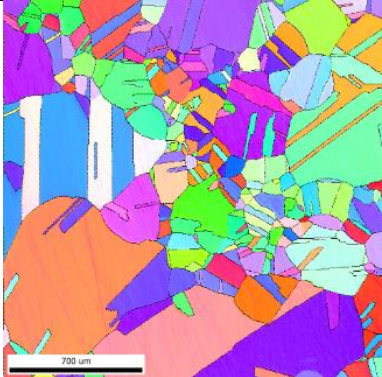
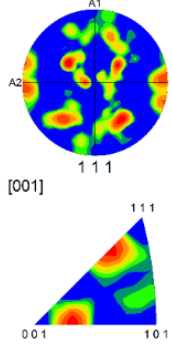
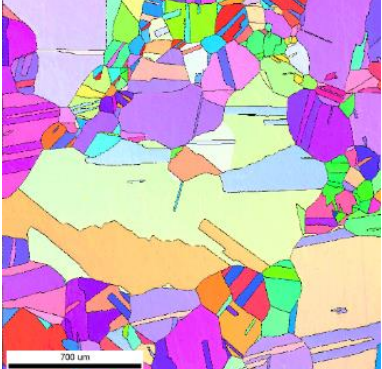
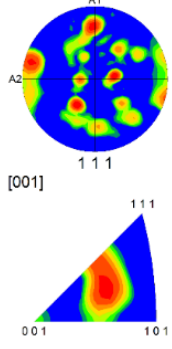
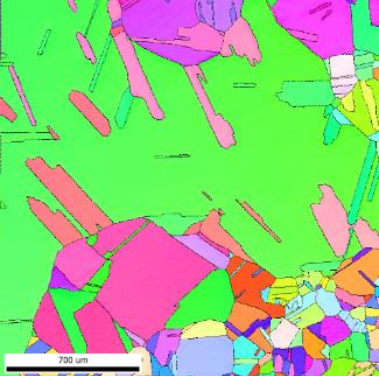
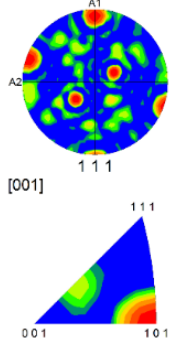
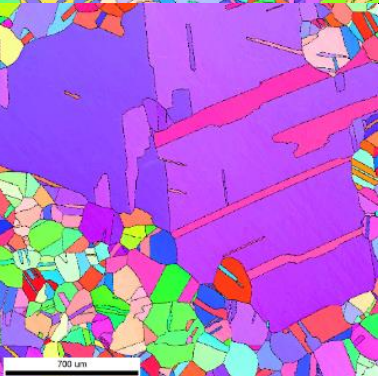
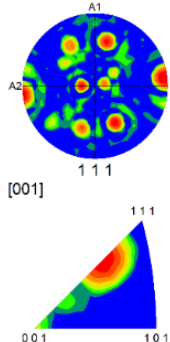
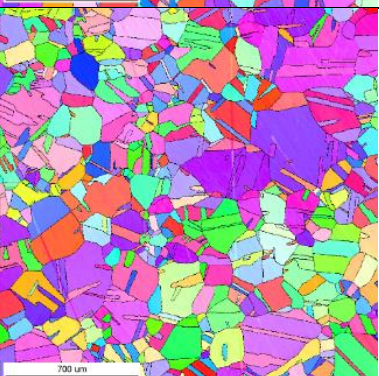
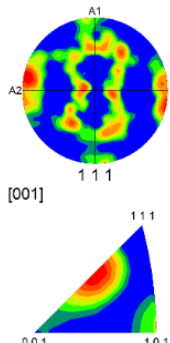
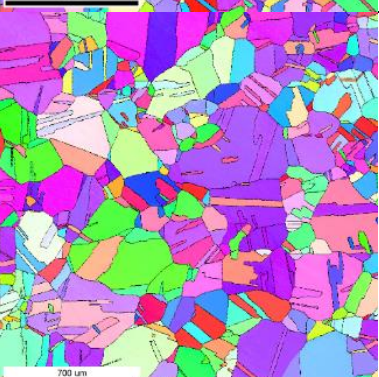
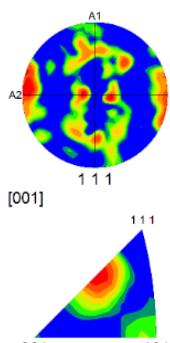

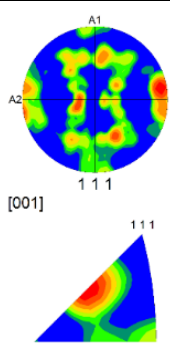


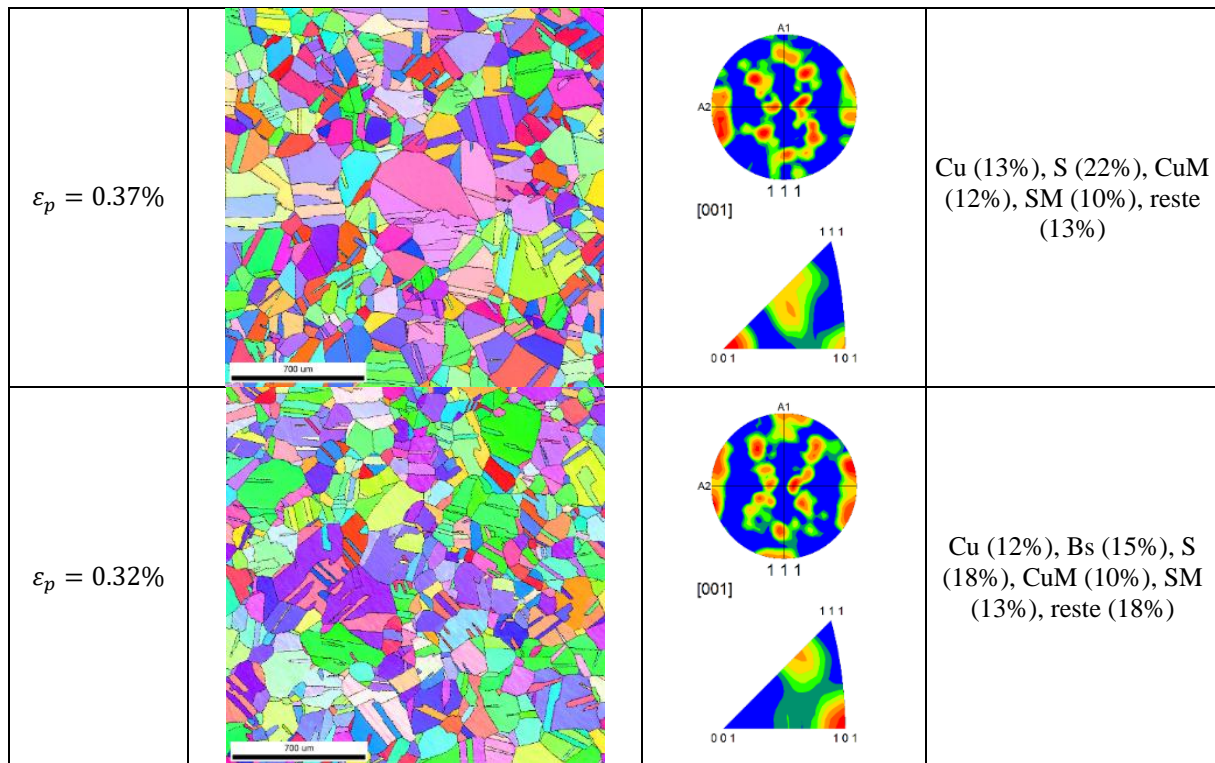
Figure III-9 : (a) Évolution de la taille de grain moyenne $\langle d \rangle$ pondérée ou non par la surface de grain (à gauche) et (b) de la déviation standard associée (à droite) après recuit en fonction du taux de déformation plastique.

L'inspection des cartographies illustre également l'existence de 3 zones, *Tableau III-4* : l'évolution des tailles de grains et des textures est très limitée en dessous de 2%, le mécanisme de migration associée à la croissance de quelques grains est ensuite clairement visible entre 2 et 8% et cette croissance devient très importante pour 33%. Les tailles des macles semblent évoluer plus par allongement pour accompagner la migration d'un joint de grains parent que par épaissement. Pour les cartographies que l'on associe à l'activation de la SIBM, cette évolution des macles conforte le fait que le mécanisme de SIBM serait plutôt lié aux parties non maclées entourées de joints généraux, plutôt qu'aux parties maclées entourées de joints de type $\Sigma 3$ de faibles mobilité. Pour la microstructure obtenue après 33% de déformation, les petits grains allongés, de formes assez irrégulières, restant à l'intérieur du gros grain s'écartent en orientation des composantes issues de maclage. L'épaississement des parties maclées, associé à cette évolution d'orientation, pourrait être le signe d'une croissance des macles dans le cas spécifique des 33% de déformation.

Tableau III-4 : Évolution de la microstructure et de la texture dans le cuivre I après recuit.

Déformation plastique	Cartographie IPF	PF et IPF	Principales composantes de texture
$\varepsilon_p = 33.4\%$			S (77%), Bs (12%), reste (1%)
$\varepsilon_p = 8.52\%$			Cu (26%), S (21%), Cube (13%), CuM (11%), SM (14%), reste (3%)
$\varepsilon_p = 4.28\%$			S (43%), Cu (22%), SM (13%), reste (5%)

$\varepsilon_p = 2.09\%$			Bs (52%), CuM (14%), reste (4%)
$\varepsilon_p = 1.52\%$			Cu (55%), CuM (11%), reste (7%)
$\varepsilon_p = 0.87\%$			Cu (22%), S (17%), Bs (11%), CuM (14%), reste (11%)
$\varepsilon_p = 0.62\%$			Cu (23%), S (26%), SM (11%), reste (9%)
$\varepsilon_p = 0.52\%$			Cu (29%), Bs (11%), S (11%), CuM (14%), SM (13%), reste (10%)



III.1.3 Évolution des composantes de texture

Les pourcentages des principales composantes de textures ont également été calculés pour chaque cartographie ; après inspection des cartographies et afin de ne pas donner trop de poids aux orientations issues du maillage (dont l'évolution reste faible), l'option non partagée a été retenue et les calculs ont été réalisés avec une dispersion de 15° (pour cette valeur, les recouvrements entre différentes orientations maillées et non maillées sont en effet très fortes). Les composantes dont le pourcentage est supérieur à 10% sont indiquées dans le *Tableau III-4* ci-dessus. Les principales composantes des différentes cartographies sont les orientations Cu, Bs et S issues de la séquence « laminage - recuit » initiale, quel que soit le taux de déformation avant recuit du TTM appliqué ensuite, alors que les orientations de maillage sont présentes en proportions plus faibles, généralement couplées aux orientations principales, notamment en dessous de 1.5%, c'est-à-dire en l'absence de migration importante. La *Figure III-10* reprend graphiquement l'évolution des composantes principales ainsi que celle du pourcentage d'orientations ne rentrant dans la dispersion d'aucune des 50 orientations retenues pour l'analyse. Il est intéressant de noter que la croissance de grains observée à partir de 2% de déformation entraîne une forte diminution du reste : les orientations qui grossissent majoritairement sont les orientations principales de la texture, ce qui plaide en faveur d'un mécanisme de migration sans germination de nouvelles orientations.

On note également sur la *Figure III-10*, que l'orientation associée principalement au mécanisme de migration varie d'une cartographie à l'autre ; plus qu'un avantage réel de l'orientation majoritaire, nous pensons qu'il s'agit plutôt d'un manque de donnée et donc d'une statistique peu significative. L'EBSD ne permet pas de distinguer une migration par SIBM (entre 2 et 8%) d'une croissance anormale (qu'on peut supposer à 33%). Seule l'observation in-situ le permettrait. Pour tenter de différencier les deux régimes, le calcul des fractions volumiques des différentes composantes de texture a été refait avec l'option partagée cette fois, mais en

diminuant à 10° la dispersion, ce qui réduit significativement les possibilités de recouvrement entre les orientations maclées et non maclées. On peut ainsi espérer accéder plus précisément au pourcentage réel de composantes issues d'un processus de maclage qui pourrait avoir lieu lors du recuit, et qui serait ainsi le signe d'un mécanisme de recristallisation par germination et croissance.

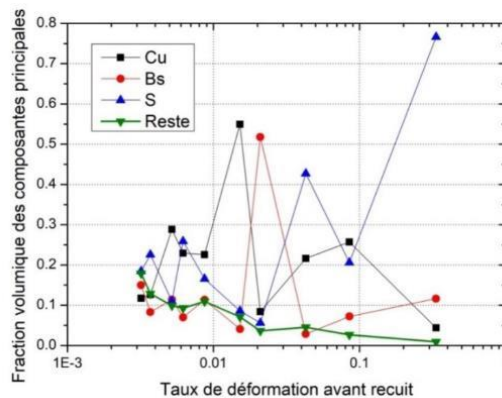


Figure III-10 : Évolution des pourcentages des principales composantes de texture en fonction du taux de déformation avant recuit (option Non Partagée, dispersion = 15°).

Le résultat d'un tel calcul est présenté sur la *Figure III-11*. Cette figure indique clairement que la dispersion autour des orientations principales maclées ou non maclées est plus importante dans la plage 2% - 8% qu'après 33% de déformation. Elle est également plus faible lorsqu'il y a migration (et évolution de texture) que lorsque la texture n'évolue pas (en dessous de 2% de déformation). On peut donc supposer, qu'en l'absence de migration (entre 0 et 2%), cette dispersion est due en partie à l'effet de la déformation plastique, qu'elle diminue partiellement lorsqu'il y a SIBM (les orientations sont partiellement restaurées par SIBM plutôt que totalement recristallisées) et qu'elle réaugmente entre 2% et 10% de déformation à cause de la germination de nouvelles orientations (généralement comprises dans la dispersion des orientations majeures). La diminution drastique de cette dispersion après 33% de déformation pourrait indiquer que le gros grain qui se forme dans ce cas est plus restauré que dans les cas précédemment décrits, et donc qu'il est peut-être issu d'un processus de croissance anormale induit par recristallisation.

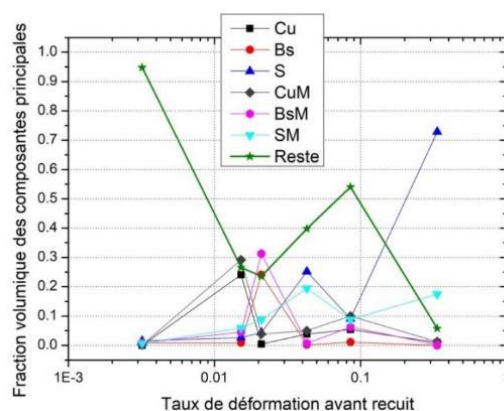


Figure III-11 : Évolution des composantes principales de texture lors du recuit en fonction de la déformation plastique (option Partagée, dispersion 10°).

III.1.4 Évolution des types de joints

L'évolution de la proportion des différents types de joints spéciaux est donnée *Figure III-12*. La proportion des joints de type $\Sigma 3$ (joints de macles), qui était déjà très élevée dans le matériau à l'état initial et proche du maximum observé classiquement dans le cuivre (aux alentours de 50% cf. §II) et évolue relativement peu lors des recuits effectués : elle diminue dès que le

matériau est déformé de quelques pourcents, et peut réaugmenter avec la restauration. La faible diminution du pourcentage de $\Sigma 3$ en présence de migration (entre 2% et 33% de déformation) semble quand même indiquer que cette migration ne s'accompagne pas de germination de nouvelles macles de recuit. Cette observation n'exclue pas cependant la possibilité de germination d'autres orientations après 33% de déformation, germination que l'on ne distinguerait pas sur la cartographie EBSD à cause de la très forte croissance d'un grain d'orientation S. Cette première étude sur le Cuivre I permet de conclure que le mécanisme de SIBM peut y être observé après des déformations comprises entre 2% et 8% lors de recuits effectués à haute température. La localisation de la déformation lors de l'essai de traction ne nous a pas permis d'identifier la valeur de la déformation critique (pour le mécanisme SIBM) avec plus de précision qu'une plage 2%-8% et les migrations attribuables à ce mécanisme ne se sont pas avérées d'amplitude suffisamment marquée pour une étude de migration. Néanmoins, en explorant une large plage de déformation plastique, a priori au-delà de celle relative au mécanisme SIBM, et même au-delà de la plage théoriquement ciblée (33% au lieu de 18%), l'étude a mis en évidence que l'on pouvait faciliter davantage une migration de joints en appliquant des déformations plus élevées, ce pourrait relever d'un mécanisme autre que SIBM, par exemple lié à une recristallisation du matériau, après germination ou non de nouveaux grains. Cette question non répondue a conduit à étudier la recristallisation en tant que telle et les migrations associées de joints.

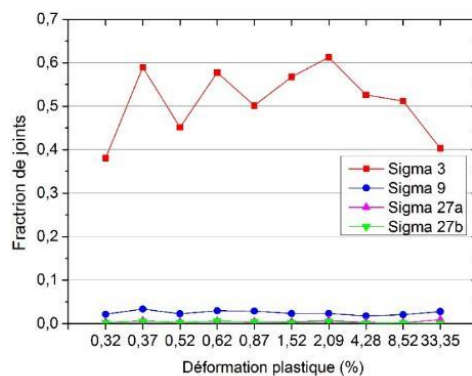


Figure III-12 : Répartition des types de joints en fonction de la déformation plastique.

III.2 Étude de la recristallisation et de la croissance de grains (Cuivre I)

L'étude du mécanisme SIBM menée au-delà des faibles déformations qui le caractérisent généralement, a montré que de plus fortes déformations avant recuit pouvaient induire une migration de joints plus significative, sans permettre de trancher sur le mécanisme opérant à ces plus forts taux de déformation (SIBM ou croissance anormale). L'étude a donc été complétée par une étude plus générale des évolutions microstructurales et texturales observées lors de traitements thermomécaniques standards entraînant la recristallisation primaire du matériau, éventuellement suivie d'une croissance anormale de grains. Nous utilisons encore le cuivre I pour réaliser cette étude, et couvrons une large gamme de températures, classiquement associée à la recristallisation primaire et/ou secondaire. Des échantillons sont recuits à partir de l'état brut à 300°C et 500°C pendant 1 heure, à 700°C pendant 3 heures et 800°C pendant 6 heures. Sur la *Figure III-13* trois micrographies montrent l'évolution de la taille des grains dans ce cas. D'autres échantillons sont déformés à 18% (afin de provoquer ensuite la recristallisation) puis recuits aux températures de 700°C, 800°C et 900°C pendant 6 heures, *Figure III-14*. La

déformation est assurée par un essai de traction parallèlement à la direction de laminage. La comparaison de ces micrographies permet deux constatations :

- Qu'une déformation préalable ait été appliquée ou non, il y a une croissance nette des grains pour des températures de recuit supérieures ou égale à 400°C.
- Pour une même température de recuit de 800°C (*Figure III-13c* et *Figure III-14b*), la taille de grains est supérieure après déformation préalable de 18% que sans pré-déformation.
- La seconde constatation n'implique pas que la taille de grains à une température donnée autre que 800°C est nécessairement plus grande après 18% de déformation que sans déformation, ni qu'elle soit (à 800°C ou autre température) d'autant plus grande que la déformation appliquée est grande, entre 0% et 18%.



Figure III-13 : Micrographie du cuivre I recuit dans un four sous vide secondaire, a) état brut, recuit à b) 500°C pendant 1 heure et c) 800°C pendant 6 heures.

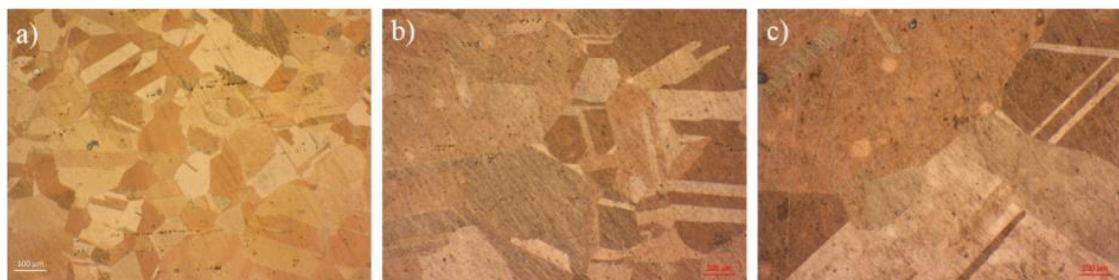


Figure III-14 : Micrographie du cuivre I déformé à 18% de déformation plastique puis recuit dans un four sous vide secondaire pendant 6 heures à a) 700°C, b) 800°C et c) 900°C.

Les calculs de taille de grain effectués dans ce cas à partir des micrographies montrées ci-dessous (et non pas de cartographies EBSD) ont permis de tracer les courbes de la *Figure III-15*, sur laquelle la taille moyenne de grains (représentée ici par la surface en μm^2) est tracée en fonction de la température et du temps de recuit. Pour une déformation de 18%, la surface moyenne des grains augmente notablement de $60 \mu\text{m}^2$ à $60000 \mu\text{m}^2$ à 900°C, ce qui correspond à une transition du diamètre moyen $\langle d \rangle$ de $8 \mu\text{m}$ à $278 \mu\text{m}$. Le diamètre moyen à 900°C est donc environ 38 fois plus grand que le diamètre moyen de l'état initial. Par comparaison, pour l'écroutissage critique (après 2 à 8% de déformation), le diamètre moyen augmente au mieux d'un facteur 10 (par rapport à l'état initial avant déformation). Il faut noter cependant que lorsque la croissance est très importante (comme après recuit à 900°C), l'appellation de taille de grain moyenne devient largement erronée, puisque les cartographies, même réalisées sur des plages très grandes, ne permettent plus de faire de statistiques. On peut donc considérer que la taille de grain mesurée est alors plus proche de la taille maximale obtenue que de la taille moyenne. La pertinence de la comparaison avec les situations préalables d'écroutissage critique est donc limitée.

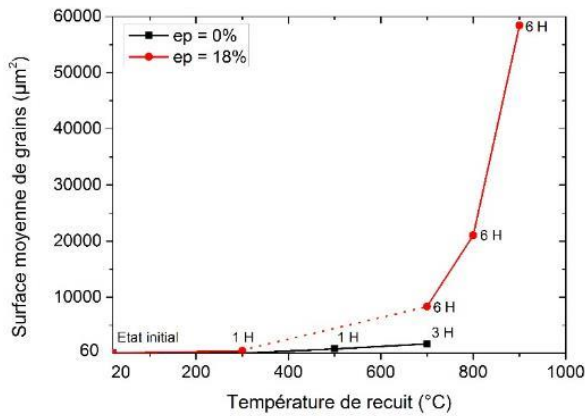


Figure III-15 : Étude de la croissance des grains dans le cuivre I par la recristallisation secondaire.

Ces deux études d'écroissage critique et de recristallisation secondaire permettent d'évaluer grossièrement une vitesse **moyenne** de migration des interfaces à partir de l'augmentation du diamètre moyen. Cette vitesse est donnée par $V_{migration} = \frac{\langle d \rangle_{Après\ recuit} - \langle d \rangle_{Avant\ recuit}}{2 \times Temps\ de\ recuit\ total}$. Le calcul proposé est indicatif car (i) les tailles de grain avant recuit (II.4.1), après recuit d'écroissage critique (III.1) ou de recristallisation (III.2) n'ont pas été déterminées suivant le même protocole, (ii) il suppose que la taille moyenne n'est pas affectée par la germination de nouveaux grains et donc que la croissance des grains se fait par seule migration du joint et avec une vitesse constante.

Tableau III-5 : Évaluation du déplacement moyen des interfaces lors des recuits (cuivre I).

Déformation plastique	T (°C)	Temps de recuit (heure)	Diamètre moyen $\langle d \rangle$ (μm)	$\Delta \langle d \rangle$ en 10 mn (μm)	Déplacement de l'interface en 10 mn (μm)	Déplacement de l'interface en 10 mn (μm)
0.32%	800°C	6	49.24	1.20	0.60	3.60
0.37%	800°C	6	54.88	1.36	0.68	4.08
0.52%	800°C	6	53.40	1.32	0.66	3.96
0.62%	800°C	6	53.72	1.33	0.66	3.96
0.87%	800°C	6	51.00	1.25	0.63	3.78
1.52%	800°C	6	57.95	1.44	0.72	4.32
2.09%	800°C	6	67.64	1.71	0.86	5.15
4.28%	800°C	6	68.02	1.72	0.86	5.16
8.52%	800°C	6	69.63	1.77	0.88	5.28
33.35%	800°C	6	65.35	1.65	0.82	4.92
0%	300°C	1	6.26	0.04	0.02	0.02
0%	500°C	1	18.92	2.15	1.08	1.08
0%	700°C	3	27.94	1.22	0.61	1.83
18%	300°C	1	23.89	2.98	1.49	1.49
18%	700°C	6	103.25	2.70	1.35	8.1
18%	800°C	6	163.63	4.38	2.19	13.14
18%	900°C	6	272.69	7.41	3.70	22.2

Nous avons calculé le déplacement d'interface pour des intervalles de temps de 10 mn (colonne 6 du *Tableau III-5*) afin d'estimer si un suivi du mouvement du joint lors d'un recuit in-situ sous MEB est possible à partir de clichés effectués toutes les 10 mn.

Le déplacement d'interface colonne 6 du *Tableau III-5* est calculé comme étant la moitié de la variation du diamètre moyen (pour un diamètre deux interfaces opposées se déplacent), d'où le facteur 1/2 dans l'expression de la vitesse de migration ci-dessus. Nous pouvons voir dans le tableau que les déplacements ainsi estimés sont relativement faibles, sauf dans les cas d'écroissage critique ou après de fortes déformations plastiques imposées avant recuit à haute

température (valeurs en gras dans le tableau). Avant d’initier l’étude de la mobilité des joints selon le protocole retenu, cette étude de la recristallisation du cuivre I a été suivie par une étude du même type sur le cuivre II, afin de déterminer si son état initial différent pouvait s’avérer a priori plus favorable à l’observation in-situ de déplacements de joints de grains.

III.3 Étude de la recristallisation du cuivre II

Ce matériau est partiellement recristallisé. Les échantillons préparés pour examen subissent d’abord un même traitement de restauration à 300°C pendant 1 heure noté R0. La *Figure III-16* montre quelques scans EBSD obtenus à partir de l’état initial R0 après recuit à différentes températures sans déformation préalable. Cette figure confirme tout d’abord que l’état R0 n’est pas totalement recristallisé, car les désorientations intra-granulaires apparaissent encore nombreuses. On constate également que même après 7 heures de recuit à 300°C, la recristallisation n’est pas totale. Par contre, la recristallisation primaire semble être achevée après 4 heures à 400°C, et après 1 heure à 500°C et 600°C.

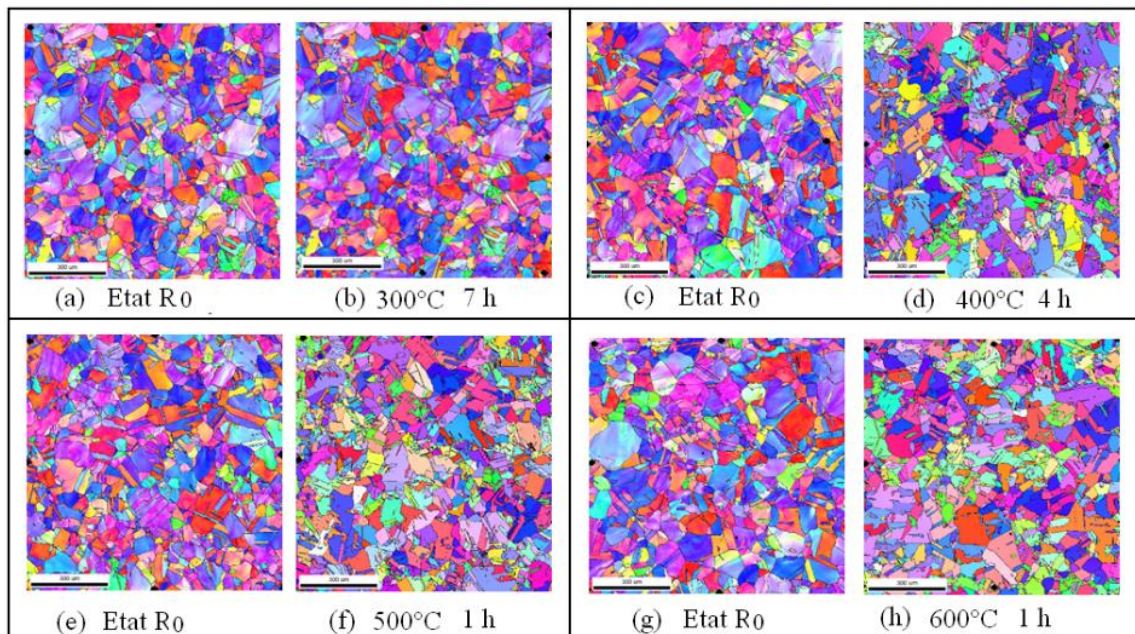


Figure III-16 : Cartographies obtenues sur le Cuivre II sans déformation initiale, (a), (c), (e), (g) état R0, (b) recuit 300°C/7 h, (d) recuit 400°C/4 h, (f) recuit 500°C/1 h, (h) recuit 600°C/1 h.

Après le recuit R0, les éprouvettes préparées (4 au total) sont ensuite déformées par essai de traction réalisé sur mini-machine pour les dimensions d’éprouvettes données dans l’*Annexe II-1*. Les valeurs de la déformation plastique appliquée à chaque éprouvette sont respectivement 0%, 5%, 10% et 18%. Les parties utiles des éprouvettes sont ensuite découpées en quatre parties (coupons) ce qui aboutit à 16 échantillons disponibles pour des traitements thermomécaniques (TTM) ultérieurs différents. Les TTM effectués sont récapitulés dans le *Tableau III-6* pour ces 16 échantillons de cuivre II, notés de E1 à E16. Le traitement commun R0 est rappelé dans les colonnes 2 et 3. Chaque coupon subit ensuite un traitement thermique noté R1 et dont le temps de maintien et la température sont indiqués dans les colonnes 5 et 6. À chacun des quadruplets des 4 éprouvettes, sont appliqués quatre recuits différents T1 (300°C, 400°C, 500°C, 600°C) durant le même temps $t_1=1$ h. À la suite de ce traitement thermique R1, chaque coupon subit deux nouveaux traitements notés R2 et R3. Ils consistent à prolonger de 3 heures (t_2) puis de 3 heures encore (t_3) les mêmes 4 recuits $T_3=T_2=T_1$ pour chaque quadruplet ayant subi la même

déformation (0%,5%,10%,18%). Des scans EBSD de taille $1000\ \mu\text{m} \times 1000\ \mu\text{m}$ sont effectués sur les 16 coupons déformés et à la fin de chacun des traitements R1, R2 et R3, donc à 1 h, 4 h et 7 h de recuits à 300°C, 400°C, 500°C et 600°C. Nous disposons donc pour l'ensemble des essais de $16 \times 4 = 64$ scans EBSD, permettant le suivi des évolutions microstructurales sur une large gamme (0%-18%) de déformation plastique et une large gamme (300°C-600°C) de températures de recuit.

Tableau III-6 : Description des traitements thermiques effectués.

Numéro d'échantillon	Recuit R0		déformation plastique	Recuit R1		Recuit R2		Recuit R3	
	T (°C)	t (heure)		T (°C)	t (heure)	T (°C)	t (heure)	T (°C)	t (heure)
E1	300	1 h	0%	300	1 h	300	3 h	300	3 h
E2	300	1 h	0%	400	1 h	400	3 h	400	3 h
E3	300	1 h	0%	500	1 h	500	3 h	500	3 h
E4	300	1 h	0%	600	1 h	600	3 h	600	3 h
E5	300	1 h	5%	300	1 h	300	3 h	300	3 h
E6	300	1 h	5%	400	1 h	400	3 h	400	3 h
E7	300	1 h	5%	500	1 h	500	3 h	500	3 h
E8	300	1 h	5%	600	1 h	600	3 h	600	3 h
E9	300	1 h	10%	300	1 h	300	3 h	300	3 h
E10	300	1 h	10%	400	1 h	400	3 h	400	3 h
E11	300	1 h	10%	500	1 h	500	3 h	500	3 h
E12	300	1 h	10%	600	1 h	600	3 h	600	3 h
E13	300	1 h	18%	300	1 h	300	3 h	300	3 h
E14	300	1 h	18%	400	1 h	400	3 h	400	3 h
E15	300	1 h	18%	500	1 h	500	3 h	500	3 h
E16	300	1 h	18%	600	1 h	600	3 h	600	3 h

Dans un premier temps nous suivons la recristallisation suite aux quatre déformations après le traitement R1 par la mesure de la micro-dureté.

III.3.1 Évolution de la dureté lors des recuits R1

Nous utilisons les échantillons R1 (déformés à 0%, 5%, 10% et 18% puis recuits à 300°C, 400°C, 500°C, 600°C pendant 1 heure). La *Figure III-17* montre les courbes d'évolution de la micro-dureté pour les différentes valeurs de la déformation.

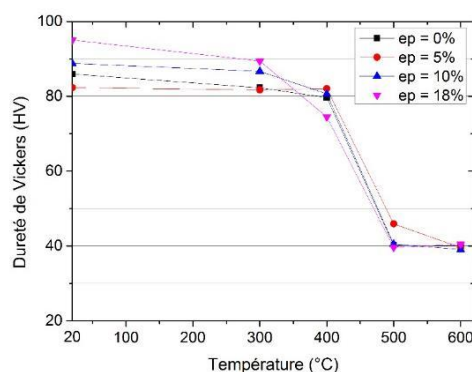


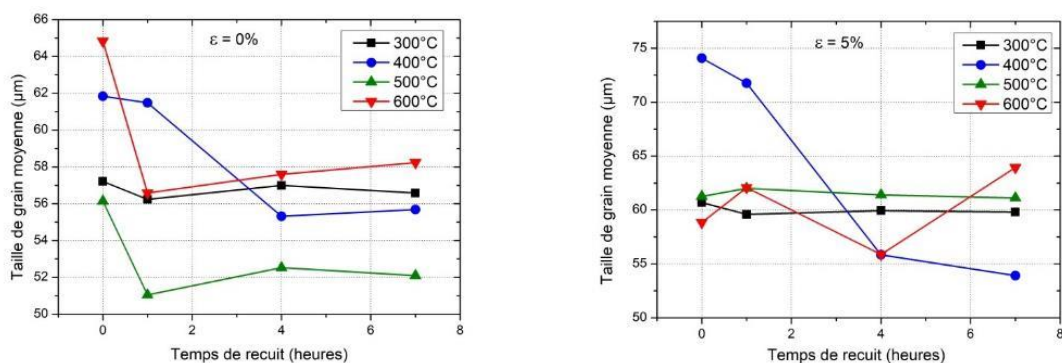
Figure III-17 : Courbe d'évolution de la dureté de Vickers en fonction du taux de déformation plastique (en traction) et de la température de recuit.

Après traitement R0, la dureté des échantillons varie assez faiblement avec la déformation, avec une tendance à la croissance. Toutes les courbes, y compris celle de l'échantillon non déformé, ont une allure classique d'un processus de recristallisation [Institut-Européen-du-Cuivre], avec un plateau proche, pour chaque déformation, de la valeur mesurée après le traitement R0 (figure

précédente) dont les valeurs apparaissent à l'abscisse 20°C, suivi d'une décroissance rapide et groupée jusqu'à un nouveau plateau à 40 HV. La valeur de la micro-dureté est directement liée à la fraction de cuivre recristallisé et la transition correspond à la recristallisation primaire. De manière plus fine, on constate également que la décroissance est plus précoce (dès 300°C) pour les déformations les plus grandes (18% et 10%), qu'elle est la plus rapide pour la plus grande des déformations, tandis que la plus tardive et la plus lente n'est pas celle correspondant à la déformation nulle mais celle qui correspond à la déformation de 5%, pour laquelle le plateau montre le maintien le plus constant à 82 HV. Pour le temps de maintien choisi (une heure), la recristallisation primaire est complète à 500°C sauf pour la déformation de 5% où elle varie encore de 500°C à 600°C faiblement (de 47 HV à 40 HV). Elle débute à 300°C pour les déformations les plus grandes (10%, 18%) mais seulement à 400°C pour les déformations plus faibles ou nulle. La recristallisation primaire est complète à 500°C et ne dépend quasiment pas de la déformation initiale. La fin de la transition associée à une recristallisation primaire complète correspond aussi au début d'une éventuelle recristallisation secondaire, dont les évolutions et les caractéristiques vont être étudiées par application des étapes R2 et R3 aux 16 coupons.

III.3.2 Évolution du diamètre moyen des grains (cuivre II) durant les recuits R1, R2, R3

Afin de décrire les mécanismes qui ont eu lieu lors de la recristallisation, nous procédons d'abord à l'analyse des évolutions des diamètres moyen \bar{d} (moyenne pondérée par la surface des grains) après une heure (R1), quatre heures (R2) et sept heures (R3) de recuits aux quatre températures sélectionnées. L'évolution de \bar{d} en fonction du taux de déformation avant recuit du temps et de la température de recuit est présentée sur la *Figure III-18*. On remarque en premier lieu la grande dispersion des états de référence, mais on s'intéresse à l'évolution du diamètre par rapport à chaque état de référence. On constate que quel que soit le taux de déformation, on n'observe aucune évolution de \bar{d} à 300°C. Cette température est donc bien trop basse pour permettre la recristallisation, comme on l'avait déjà montré avec la dureté. Une chute importante de la taille de grain moyenne est observée dans la 1^{ère} heure de recuit à 500°C et 600°C, alors que à 400°C la chute est plus importante mais se produit plus lentement entre 1 h et 4 h (sauf en l'absence de déformation). Après cette chute, la taille de grain moyenne n'évolue que très peu, tout comme la déviation standard. La faible croissance observée peut permettre de supposer un début de recristallisation secondaire. La courbe observée à 400°C pour le matériau déformé à 5% est légèrement différente de toutes les autres mais les valeurs de taille de grain moyenne et de déviation standard ne permettent pas de suspecter des mécanismes différents.



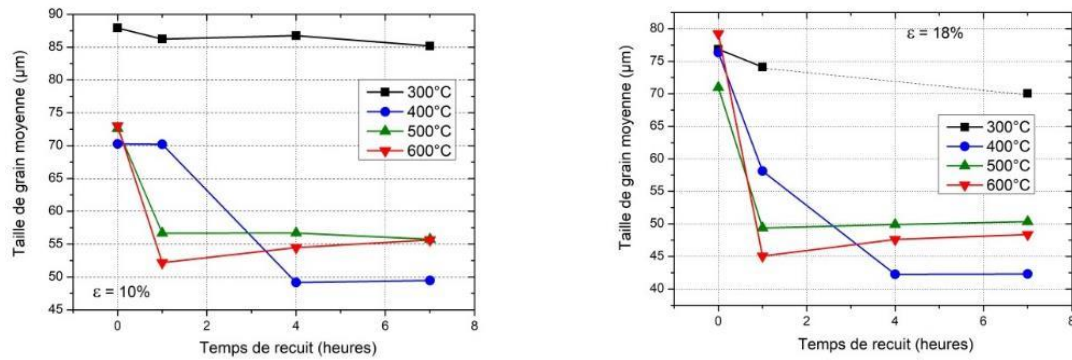


Figure III-18 : Évolution de la taille moyenne des grains en fonction du taux de pré-déformation, de la température et du temps de recuit.

En supposant donc qu'une phase de recristallisation secondaire commence après 4 h pour 400°C et après 1 h pour 500°C et 600°C, nous pouvons comme pour le Cuivre I, calculer à partir des évaluations de diamètre moyen une estimation de la vitesse moyenne de migration pendant la recristallisation secondaire, c'est-à-dire sur les intervalles de temps de 3 heures qui séparent les étapes successives R1-R2 et R2-R3 à 500°C et 600°C et R2-R3 à 400°C. Le *Tableau III-7* indique les résultats obtenus sur les intervalles de temps R1-R2 et R2-R3 aux deux températures 500°C et 600°C durant lesquelles on a pu mesurer une augmentation du diamètre moyen des grains. On constate dans tous les cas que ce déplacement est trop faible pour suivre au cours du temps la migration des interfaces.

Par ailleurs, on note qu'à 600°C et à 5% de déformation, le déplacement maximal de déplacement mesuré rapporté dans le *Tableau III-7* est de l'ordre de $2.55 \mu\text{m}$ pour 3 heures de recuit, ce qui s'avère trop faible pour être mesurable par une étude in-situ sous MEB.

Tableau III-7 : Évaluation du déplacement des interfaces lors de la recristallisation secondaire cuivre II.

Déformation plastique	T (°C)	Intervalle	Durée h	$\Delta\langle d \rangle (\mu\text{m})$	Déplacement d'interface en 10 mn (μm)
0%	500°C	[R1, R2]	3 h	0.6823	0.0379
0%	500°C	[R2, R3]	3 h	0.6712	0.0373
0%	600°C	[R1, R2]	3 h	1.2021	0.0668
0%	600°C	[R2, R3]	3 h	0.1143	0.0064
5%	500°C	[R1, R2]	3 h	0.7446	0.0414
5%	500°C	[R2, R3]	3 h	0.005	0.0003
5%	600°C	[R1, R2]	3 h	0	0.0000
5%	600°C	[R2, R3]	3 h	2.5461	0.1415
10%	500°C	[R1, R2]	3 h	1.5743	0.0875
10%	500°C	[R2, R3]	3 h	0.2682	0.0149
10%	600°C	[R1, R2]	3 h	0.9642	0.0536
10%	600°C	[R2, R3]	3 h	0.1046	0.0058
18%	500°C	[R1, R2]	3 h	0.5545	0.0308
18%	500°C	[R2, R3]	3 h	0.5892	0.0327
18%	600°C	[R1, R2]	3 h	1.0994	0.0611
18%	600°C	[R2, R3]	3 h	0	0.0000

III.3.3 Évolution de la distribution des désorientations (cuivre II) sous recuits R1, R2, R3

Les tendances dégagées dans le sous-chapitre précédent se traduisent par une évolution dans la distribution des désorientations entre grains. On attend a priori les effets suivants :

- (i) La déformation plastique préalable au recuit entraîne une augmentation des joints de faible désorientation ;
- (ii) La seule restauration peut entraîner une diminution des joints de faible désorientation et un affinement des pics **de désorientation** ;
- (iii) Le mécanisme de SIBM peut modifier la position des pics de désorientation, et provoquer également un léger affinement ;
- (iv) La germination et croissance de nouveaux grains peut entraîner l'apparition de nouveaux pics, notamment si la germination se fait essentiellement par maclage.

C'est ce que l'on voit sur les exemples types de profils reproduits sur la *Figure III-19*. L'état initial (a), tout comme les matériaux recuits à 300°C pendant 1 heure ((b) et (c)) présentent des profils caractéristiques de matériaux plus ou moins écrouis et contenant des macles issues des recuits précédents. La restauration supposée dans l'échantillon déformé de 18% et recuit à 400°C pendant une heure entraîne également une diminution du nombre de joints de faible désorientation (d). La germination et la croissance de nouveaux grains (en partie par maclage) se traduisent par une augmentation importante du nombre de joints de grains de type $\Sigma 3$ (e), qui ne semble pas évoluer au cours de la phase de recristallisation secondaire (f). Aucun autre profil ne semble indiquer cependant l'apparition de SIBM massive.

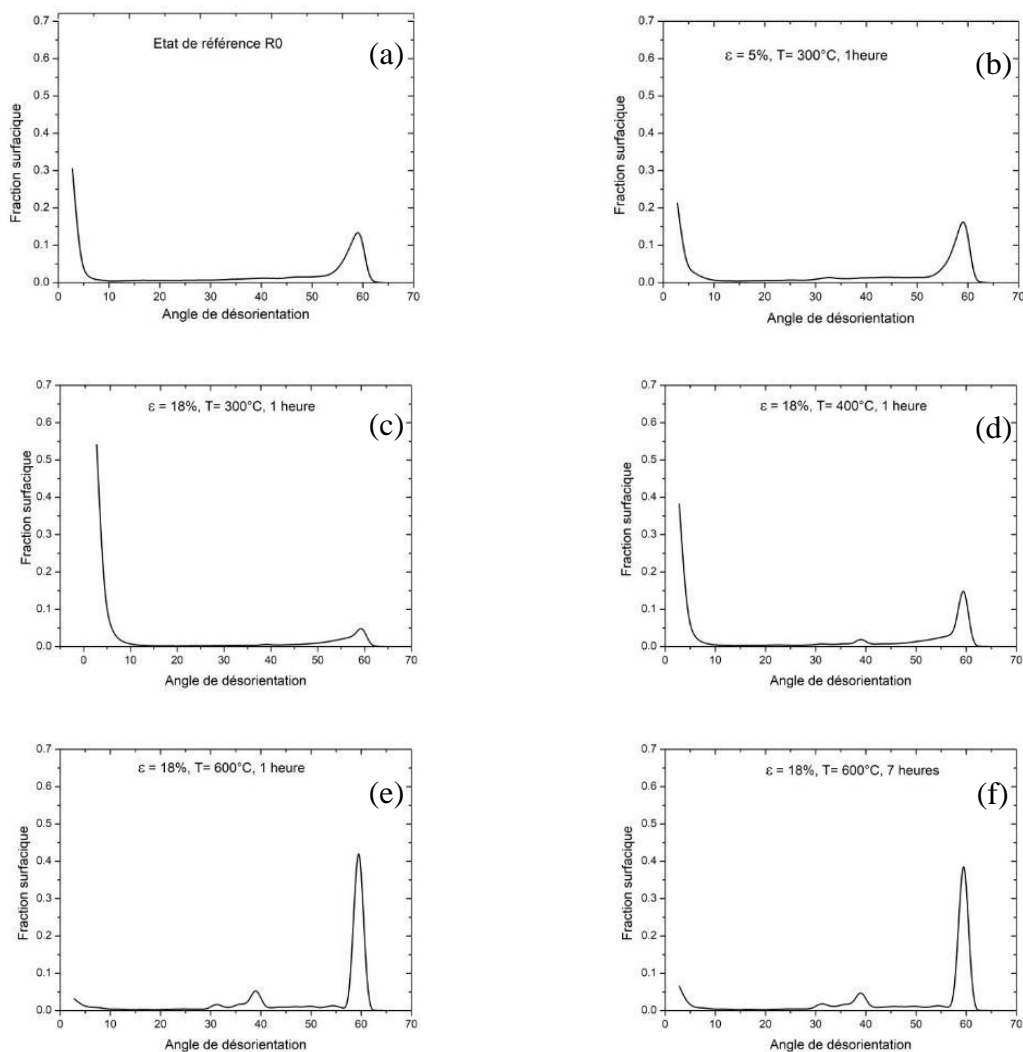


Figure III-19 : Distributions des désorientations (en fractions surfaciques) pour différents traitements thermomécaniques.

III.3.4 Évolution durant recuit des textures de fibre $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans le cuivre II sur la section

Les composantes de texture à étudier sont les fibres $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ maclée et $\langle 111 \rangle$ maclée. L'évolution de proportions de ces fibres dépend des trois paramètres : température de recuit, temps de maintien et déformation initiale. On mesure la variation du pourcentage de la composante par rapport à l'état R0 pour les quatre fibres. La quantité de données est importante et les résultats obtenus très dispersés. Nous avons donc procédé à un traitement statistique, selon la méthode de l'analyse de variance [Pillet, 2001] qui consiste à construire un modèle algébrique linéaire avec interactions, sur la base des trois facteurs température (A), temps (B) et déformation (C), respectivement de 4, 3 et 4 niveaux:

$$A: \begin{pmatrix} 1 - 300^\circ C \\ 2 - 400^\circ C \\ 3 - 500^\circ C \\ 4 - 600^\circ C \end{pmatrix}, B: \begin{pmatrix} 1 - 1h \\ 2 - 4h \\ 3 - 7h \end{pmatrix}, C: \begin{pmatrix} 1 - 0\% \\ 2 - 5\% \\ 3 - 10\% \\ 4 - 18\% \end{pmatrix}.$$

Les résultats de l'application de cette méthode dont les détails sont présentés dans l'*Annexe III-1*, peuvent se résumer de la manière suivante :

- Le temps (facteur B) en tant que facteur principal est absent des modèles décrivant le comportement des quatre fibres après recuit. Cela signifie que la variation de la proportion des composantes par rapport à l'état R0 change dès la première heure de recuit puis ne varie plus avec le temps.
- Le temps intervient dans le modèle décrivant la fibre $\langle 100 \rangle$ en interaction avec la température, ce qui signifie que pour cette fibre, l'effet de la température dépend du temps.
- Pour la fibre $\langle 100 \rangle$ maclée, il n'y a que le facteur déformation initiale qui soit significatif.

- Comportement de la fibre $\langle 100 \rangle$ lors du recuit

Pour représenter l'influence température, déformation et interaction température-temps pour la fibre $\langle 100 \rangle$ nous traçons l'évolution de la proportion de la fibre en fonction de la référence R0 selon le modèle pour chaque température et à chaque déformation en fonction du temps, *Figure III-20*. Nous voyons qu'il n'y a pas d'évolution de la fibre $\langle 100 \rangle$ pour 300°C. Pour 400°C, il y a une diminution de la proportion de cette fibre pendant les 4 premières heures puis une stabilisation. Pour 500°C et 600°C, la diminution de la proportion de la fibre à lieu durant la première heure. La proportion de fibre $\langle 100 \rangle$ diminue quand la température augmente. La température (avec une valeur $F_A = 57$, voir les tableaux dans l'*Annexe III-1*) est le facteur prédominant. La diminution maximale de proportion de fibre $\langle 100 \rangle$ est de 10%.

- Comportement de la fibre $\langle 111 \rangle$ lors du recuit

Le temps n'intervenant pas nous pouvons tracer les valeurs du modèle à n'importe quel temps pour chaque température, en fonction du niveau de déformation, *Figure III-22*. Nous voyons que la proportion de fibre $\langle 111 \rangle$ diminue entre 1% et 5% de déformation pour toute température. Entre 10% et 18% de déformation la tendance est au retour à la proportion initiale. La proportion diminue au maximum de 5% à 500°C et 10% à 600°C. Le facteur prépondérant avec $F_A = 14.7$ (cf. *Annexe III-1*) est encore ici la température.

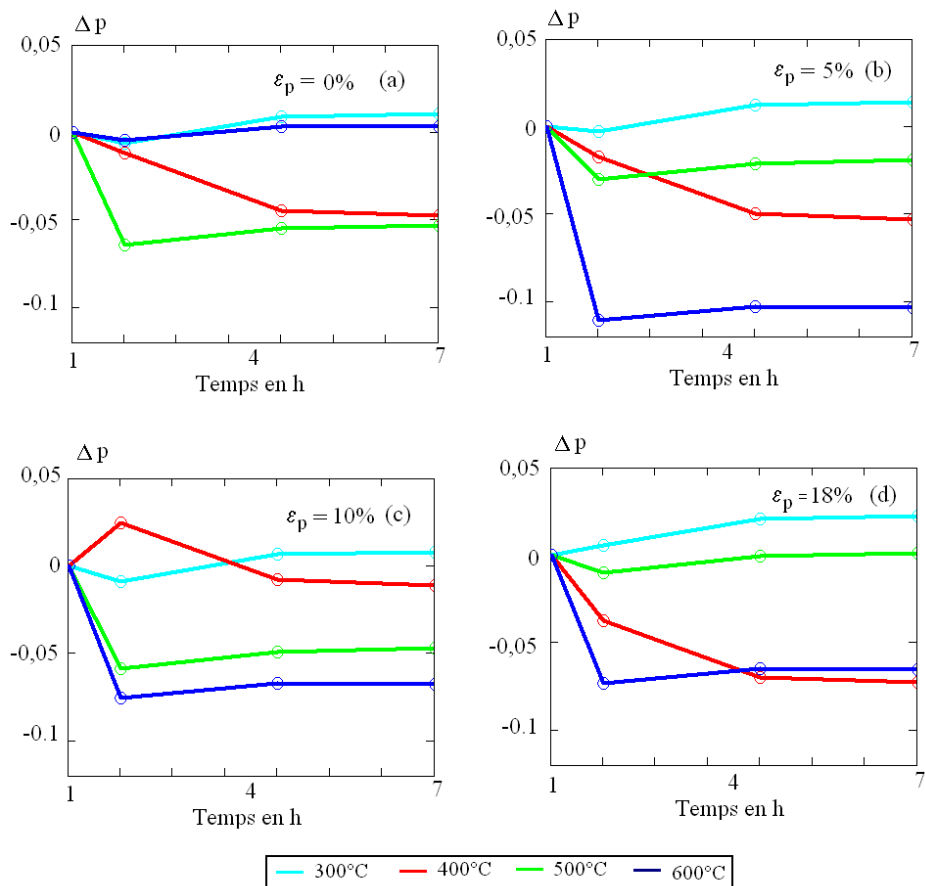


Figure III-20 : Variation de la proportion de la fibre $\langle 100 \rangle$ par rapport à la référence R0 en fonction de la température, du temps et de la déformation.

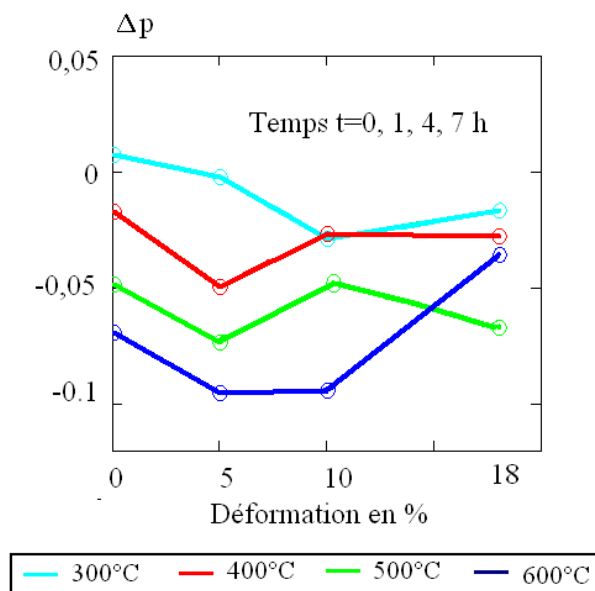


Figure III-21 : Variation de la proportion de la fibre $\langle 111 \rangle$ par rapport à la référence R0 en fonction de la température et de la déformation indépendamment du temps.

- Comportement de la fibre $\langle 100 \rangle$ maclée lors du recuit

La fluctuation erratique de la proportion de cette fibre nous empêche de distinguer clairement des facteurs significatifs.

- Comportement de la fibre $\langle 111 \rangle$ maclée lors du recuit

Le temps n'est pas un facteur influent, l'analyse se résume au tracé de la variation de la proportion de fibre en fonction de la déformation pour chaque température *Figure III-22*.

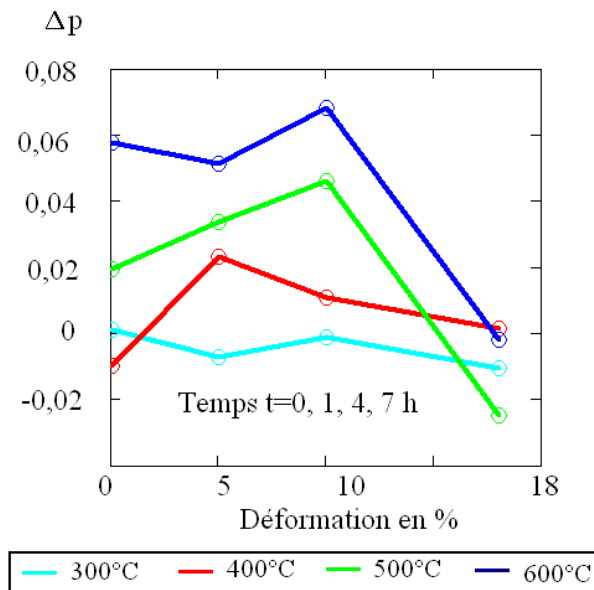


Figure III-22 : Variation de la proportion de la fibre $\langle 111 \rangle$ maclée par rapport à la référence R0 en fonction de la température et de la déformation, indépendamment du temps.

La proportion de fibre $\langle 111 \rangle$ maclée croît avec la déformation puis décroît jusqu'à sa valeur initiale pour toutes températures. Pour 300°C la proportion de fibre garde sa valeur initiale. La croissance maximale atteint 7% pour 600°C. La température est le facteur prépondérant, $F_A = 38.8$ avec une influence du même ordre pour la déformation avec $F_C = 28$ (cf. *Annexe III-1*).

III.4 Conclusions

L'écroissage critique pratiqué sur le cuivre I a lieu entre 2% et 8% de déformation plastique. Sous les conditions réalisées dans cette étude, la migration semble pouvoir être étudiée in-situ, en choisissant la température pour que la migration se produise à une vitesse observable. Dans la plage déterminée 500°C-800°C. Nous avons sélectionnée la température de 500°C qui est la température maximale utilisable sous MEB.

Les températures favorables à la croissance de grains après recristallisation primaire étant trop élevées pour la plage de déformation observée, nous n'avons pas pu trouver des conditions « praticables » pour l'observation sous MEB. En effet, les températures favorables à la croissance de grain après recristallisation primaire sont trop élevées pour ce matériau.

Pour le cuivre II, la recristallisation primaire s'est avérée prépondérante, cependant, à partir de 500°C (durant les essais à 500°C et 600°C), un lent début de recristallisation secondaire a été mis en évidence par mesure de croissance de taille moyenne de grains entre une heure et quatre heures de recuit puis entre quatre et sept heures. Même si la migration de joints s'avère très faible sa potentialité d'observation offre une possibilité de comparaison des mécanismes de SIBM (cuivre I) et de croissance anormale (cuivre II), dus à des forces motrices différentes.

III.5 Récapitulatif des états analysés

Les tableaux ci-dessous résument toutes les traitements thermiques et les traitements thermomécaniques appliquées pour l'étude d'écroissage critique de cuivre I (*Tableau III-8*), l'étude de la croissance de grains de cuivre I (*Tableau III-9*) et l'étude globale de la recristallisation de cuivre II (*Tableau III-10*, *Tableau III-11*, *Tableau III-12* et *Tableau III-13*).

Tableau III-8 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude d'écroissage critique de cuivre I.

Étude de l'écroissage critique dans le cuivre I				
Étape	TT ou DP	EBS	$\langle d \rangle$	% $\Sigma 3$, PT
Recuit préalable	300°C, 1 heure	EBS (700 μm \times 700 μm)	6.26 $\mu\text{m} \pm 4.96$	54%, 18210
Déformation plastique	18%, 67 MPa (éprouvette droite)	-	-	-
	0.32% à 33% (éprouvette trapézoïdale)	-	-	-
Recuit (sous vide secondaire)	800°C, 6 heures	EBS (2000 μm \times 2000 μm)	49.23 $\mu\text{m} \pm 44.19$ ($\epsilon_p = 0.32\%$)	40.69%, 2026
			54.88 $\mu\text{m} \pm 45.91$ ($\epsilon_p = 0.37\%$)	60%, 1818
			53.40 $\mu\text{m} \pm 51.17$ ($\epsilon_p = 0.52\%$)	46.57%, 1657
			53.72 $\mu\text{m} \pm 51.17$ ($\epsilon_p = 0.62\%$)	59.94%, 1508
			51.00 $\mu\text{m} \pm 45.47$ ($\epsilon_p = 0.87\%$)	52.29%, 1950
			57.95 $\mu\text{m} \pm 78.27$ ($\epsilon_p = 1.52\%$)	60.52%, 886
			67.64 $\mu\text{m} \pm 102.45$ ($\epsilon_p = 2.09\%$)	64.14%, 490
			68.02 $\mu\text{m} \pm 80.12$ ($\epsilon_p = 4.28\%$)	56.97%, 778
			69.63 $\mu\text{m} \pm 78.14$ ($\epsilon_p = 8.52\%$)	52.65%, 800
			65.35 $\mu\text{m} \pm 172.31$ ($\epsilon_p = 33.4\%$)	51%, 89

Tableau III-9 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude de la croissance de grains de cuivre I.

Étude de la recristallisation et de la croissance de grains dans le cuivre I					
$\epsilon_p=0\%$	(300°C, 1 h)	(500°C, 1 h)	(700°C, 3 h)	(800°C, 6 h)	-
$\langle A \rangle$ (μm^2)	72.05	814.44	1700	-	-
$\epsilon_p=18\%$	(300°C, 1 h)	-	(700°C, 6 h)	(800°C, 6 h)	(900°C, 6 h)
$\langle A \rangle$ (μm^2)	448.21	-	8373	21030	58400

Tableau III-10 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude de la recristallisation primaire de cuivre II (1).

Étude de la recristallisation dans le cuivre II (1)				
Recuit préalable R0	300°C, 1 h			
Déformation plastique	$\epsilon_p = 0\%$			
	E1	E2	E3	E4
EBS	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	19.85 $\mu\text{m} \pm 19.49$	15.74 $\mu\text{m} \pm 19.32$	19.60 $\mu\text{m} \pm 19.04$	20.76 $\mu\text{m} \pm 21.60$
% $\Sigma 3$	29.40%	26.11%	35.85%	32.15%
Recuit R1	300°C, 1 h	400°C, 1 h	500°C, 1 h	600°C, 1 h
EBS	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	20.05 $\mu\text{m} \pm 19.23$	19.82 $\mu\text{m} \pm 20.04$	12.52 $\mu\text{m} \pm 14.41$	15.18 $\mu\text{m} \pm 16.78$
% $\Sigma 3$	29.20%	27.52%	67.16%	66.73%
Recuit R2	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBS	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm

$\langle d \rangle$	$20.45\mu\text{m} \pm 19.52$	$12.98\mu\text{m} \pm 15.07$	$13.20\mu\text{m} \pm 15.12$	$16.38\mu\text{m} \pm 17.53$
% $\Sigma 3$	27.49%	66%	50% (oxydation)	66.19%
Recuit R3	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$19.24\mu\text{m} \pm 19.08$	$12.53\mu\text{m} \pm 15.03$	$13.87\mu\text{m} \pm 15.24$	$16.49\mu\text{m} \pm 17.70$
% $\Sigma 3$	28.40%	66%	65.16%	66.04%

Tableau III-11 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude de la recristallisation primaire de cuivre II (2)

Étude de la recristallisation dans le cuivre II (2)				
Recuit préalable R0	300°C, 1 h			
Déformation plastique	ep = 5%			
	E5	E6	E7	E8
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$19.25\mu\text{m} \pm 19.82$	$18.43\mu\text{m} \pm 21.20$	$20.14\mu\text{m} \pm 19.89$	$19.43\mu\text{m} \pm 19.46$
% $\Sigma 3$	40.95%	34.67%	35.33%	38.42%
Recuit R1	300°C, 1 h	400°C, 1 h	500°C, 1 h	600°C, 1 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$16.69\mu\text{m} \pm 19.06$	$19.21\mu\text{m} \pm 20.87$	$12.74\mu\text{m} \pm 15.66$	$14.78\mu\text{m} \pm 16.57$
% $\Sigma 3$	37.95%	37.63%	68.22%	70.11%
Recuit R2	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$19.37\mu\text{m} \pm 19.70$	$14.84\mu\text{m} \pm 16.49$	$13.49\mu\text{m} \pm 16.01$	$13.31\mu\text{m} \pm 15.51$
% $\Sigma 3$	40.30%	64.65%	67.05%	60%
Recuit R3	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$19.83\mu\text{m} \pm 19.75$	$11.15\mu\text{m} \pm 14.62$	$13.49\mu\text{m} \pm 16.00$	$15.86\mu\text{m} \pm 17.35$
% $\Sigma 3$	40.09%	54.47%	66.19%	67.76%

Tableau III-12 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude de la recristallisation primaire de cuivre II (3).

Étude de la recristallisation dans le cuivre II (3)				
Recuit préalable R0	300°C, 1 h			
Déformation plastique	ep = 10%			
	E9	E10	E11	E12
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$22.07\mu\text{m} \pm 25.79$	$23.02\mu\text{m} \pm 24.33$	$22.15\mu\text{m} \pm 23.92$	$21.00\mu\text{m} \pm 23.86$
% $\Sigma 3$	19.94%	24%	26.72%	17.78%
Recuit R1	300°C, 1 h	400°C, 1 h	500°C, 1 h	600°C, 1 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$21.83\mu\text{m} \pm 25.30$	$22.56\mu\text{m} \pm 24.16$	$12.34\mu\text{m} \pm 15.06$	$13,20\mu\text{m} \pm 14,67$
% $\Sigma 3$	20.72%	23.42%	66.61%	68.10%
Recuit R2	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$22.43\mu\text{m} \pm 25.68$	$11.94\mu\text{m} \pm 13.88$	$13.91\mu\text{m} \pm 15.93$	$14.17\mu\text{m} \pm 15.62$
% $\Sigma 3$	20.48%	63.55%	64.45%	65.82%
Recuit R3	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm	1000 μm x 1000 μm
$\langle d \rangle$	$22.43\mu\text{m} \pm 25.68$	$12.18\mu\text{m} \pm 14.10$	$14.18\mu\text{m} \pm 15.86$	$14.27\mu\text{m} \pm 16.12$
% $\Sigma 3$	19.23%	63.71%	68.08%	58.57%

Tableau III-13 : Résumé de traitements thermiques et thermomécaniques appliquées pour l'étude de la recristallisation primaire de cuivre II (4).

Étude de la recristallisation dans le cuivre II (4)				
Recuit préalable R0	300°C, 1 h			
Déformation plastique	ep = 18%			
	E13	E14	E15	E16
EBSD	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm
$\langle d \rangle$	9.18µm ± 17.62	17.16µm ± 23.28	19.87µm ± 23.28	15.23µm ± 23.17
%Σ3	5.47%	10.18%	13.80%	6.89%
Recuit R1	300°C, 1 h	400°C, 1 h	500°C, 1 h	600°C, 1 h
EBSD	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm
$\langle d \rangle$	14.96µm ± 22.00	12.50µm ± 15.47	11.78µm ± 13.38	12.44µm ± 13.34
%Σ3	6.58%	25.47%	66.24%	62.96%
Recuit R2	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm
$\langle d \rangle$	-	11.67µm ± 12.45	12.34µm ± 13.74	13.54µm ± 14.36
%Σ3	8.46%	61.13%	65.26%	62.80%
Recuit R3	300°C, 3 h	400°C, 3 h	500°C, 3 h	600°C, 3 h
EBSD	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm	1000µm x 1000µm
$\langle d \rangle$	12.63µm ± 18.78	11.34µm ± 12.35	12.93µm ± 14.04	13.36µm ± 14.55
%Σ3	9.40%	60.45%	65.52%	58.39%

Chapitre IV : Résultats de l'étude de la migration des joints de grains à l'aide de techniques combinées EBSD et AFM

IV Résultats de l'étude de la migration des joints de grains à l'aide de techniques combinées EBSD et AFM

Les conclusions de l'analyse rapportée au chapitre III nous fournissent un domaine délimité pour les paramètres température, temps et déformation plastique dans lequel entreprendre l'étude in-situ sous MEB de la migration des joints de grains dans le cuivre. Pour le cuivre I, nous proposons trois traitements constitués chacun d'un recuit initial suivi d'une déformation plastique et d'un recuit final in-situ sous MEB. Pour le cuivre II, nous proposons un autre traitement un peu différent que celles précédentes. Nous commençons par un recuit de restauration suivie d'une déformation plastique puis d'un recuit in-situ sous MEB, le but est pour l'observation de la recristallisation primaire de ce cuivre. Une fois la recristallisation primaire est complète, nous réalisons la nouvelle déformation plastique et nous procédons deux recuits interrompus sous le MEB. Rappelons que la migration des JdGs a été observée d'une part pour des conditions d'écroutissage critique entre 2 et 8% de déformation environ par un processus de SIBM (cuivre I) et d'autre part lors de recuits à haute température après de plus fortes déformations (18%), par un processus de recristallisation primaire puis secondaire (cuivre II). Dans ce chapitre, nous comparons ces deux mécanismes en reproduisant les protocoles qui ont permis de les observer au chapitre précédent.

IV.1 Migration des joints de grains dans le cuivre I

IV.1.1 Première étude expérimentale (400°C, 1 h – 3.5% déformation – Recuit 500°C, 5 h)

Cette première étude, protocole 1 *Figure IV-2* a pour objectif de reproduire in-situ les conditions d'écroutissage critique. Nous avons donc utilisé une mini-éprouvette de traction, usinée par électroérosion. La direction de traction est choisie parallèle à la direction de laminage (DL). Après découpe, l'éprouvette est polie jusqu'à $1\ \mu\text{m}$. Nous réalisons ensuite un recuit initial à 400°C pendant 1 heure dans un four sous vide secondaire. Après ce recuit, nous procédons au polissage électrolytique. La zone d'analyse est repérée par des points de micro-dureté. Une cartographie des orientations des grains de l'état initial, de taille $1100\ \mu\text{m} \times 1100\ \mu\text{m}$, est obtenue par EBSD. Une déformation plastique in-situ de l'éprouvette sur mini-machine est ciblée à 3.5% (sa valeur plus précise sera obtenue de la courbe de traction). Nous procédons ensuite à une nouvelle cartographie EBSD de la même zone. Dans toute la zone cartographiée, nous réalisons également, après déformation, 72 cartographies AFM de taille $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$, *Figure IV-1*.

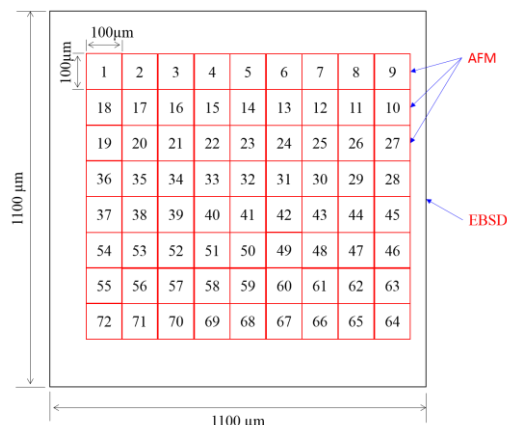


Figure IV-1 : Schéma représentant les zones explorées par les techniques EBSD et AFM.

Nous plaçons ensuite l'éprouvette déformée dans le MEB et nous effectuons un recuit in-situ à une température de 500°C (la température la plus basse dans l'intervalle 500°C-800°C qui fut déterminé au chapitre III) durant 5 heures. Une fois cette température atteinte, des clichés sont pris toutes les 5 minutes. Après 5 heures de recuit sous MEB, nous revenons à température ambiante. Nous effectuons alors une nouvelle cartographie EBSD puis 72 cartographies AFM. L'ensemble de la procédure expérimentale est schématisée *Figure IV-2*.

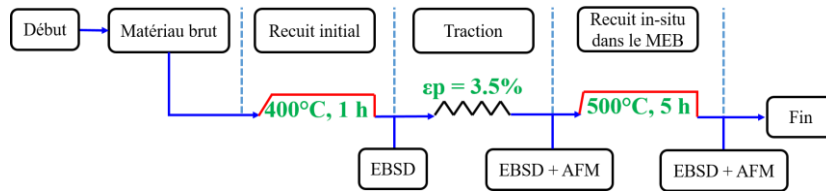


Figure IV-2 : Protocole expérimental 1 pour l'étude de migration des JdGs dans le cuivre I.

La *Figure IV-3* représente la courbe de traction obtenue in-situ. La machine in-situ étant conçue pour ne pas écraser l'éprouvette avant le début de l'essai (l'éprouvette n'est pas serrée dans des mors), on observe toujours une période de « mise en charge » au début de la courbe. On trouve cependant une limite d'élastique d'environ 70 MPa et une déformation plastique légèrement inférieure à 3.5% (125 MPa). La limite élastique est identique à celle mesurée après le recuit à 300°C pendant 1 heure décrit au chapitre III.

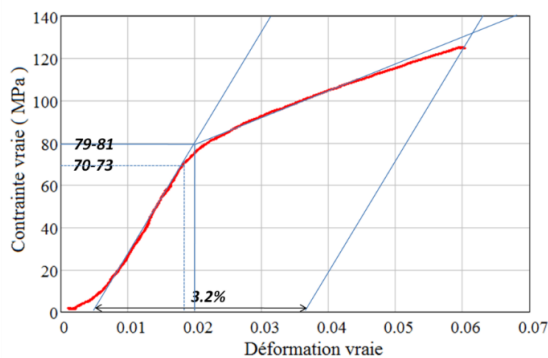


Figure IV-3 : Courbe contrainte – déformation du cuivre I après un recuit 1 heure à 400°C.

La cartographie IPF du cuivre I obtenue après recuit initial à 400°C pendant 1 heure présente des grains de diamètre moyen 8 μm, *Figure IV-4(a)*. Les grains étant de faible diamètre, les joints ont une forte courbure. L'orientation préférentielle [001] apparaît nettement *Figure IV-4(b)*. La *Figure IV-4(c)* représente la figure de pôle {111} typique d'une texture de laminage - recuit. Les composantes majeures de la texture sont les composantes Cube et S, et dans une moindre mesure l'orientation SM. La texture et la microstructure sont également très proches de celles mesurées après le recuit effectué à 300°C pendant 1 heure (cf. *Figure III-2*).

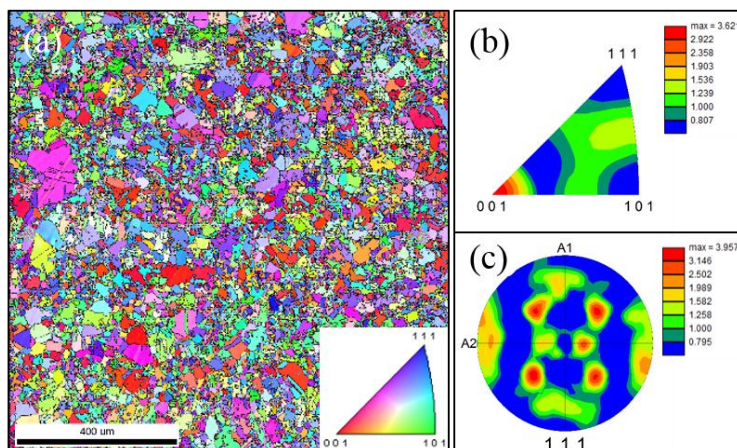
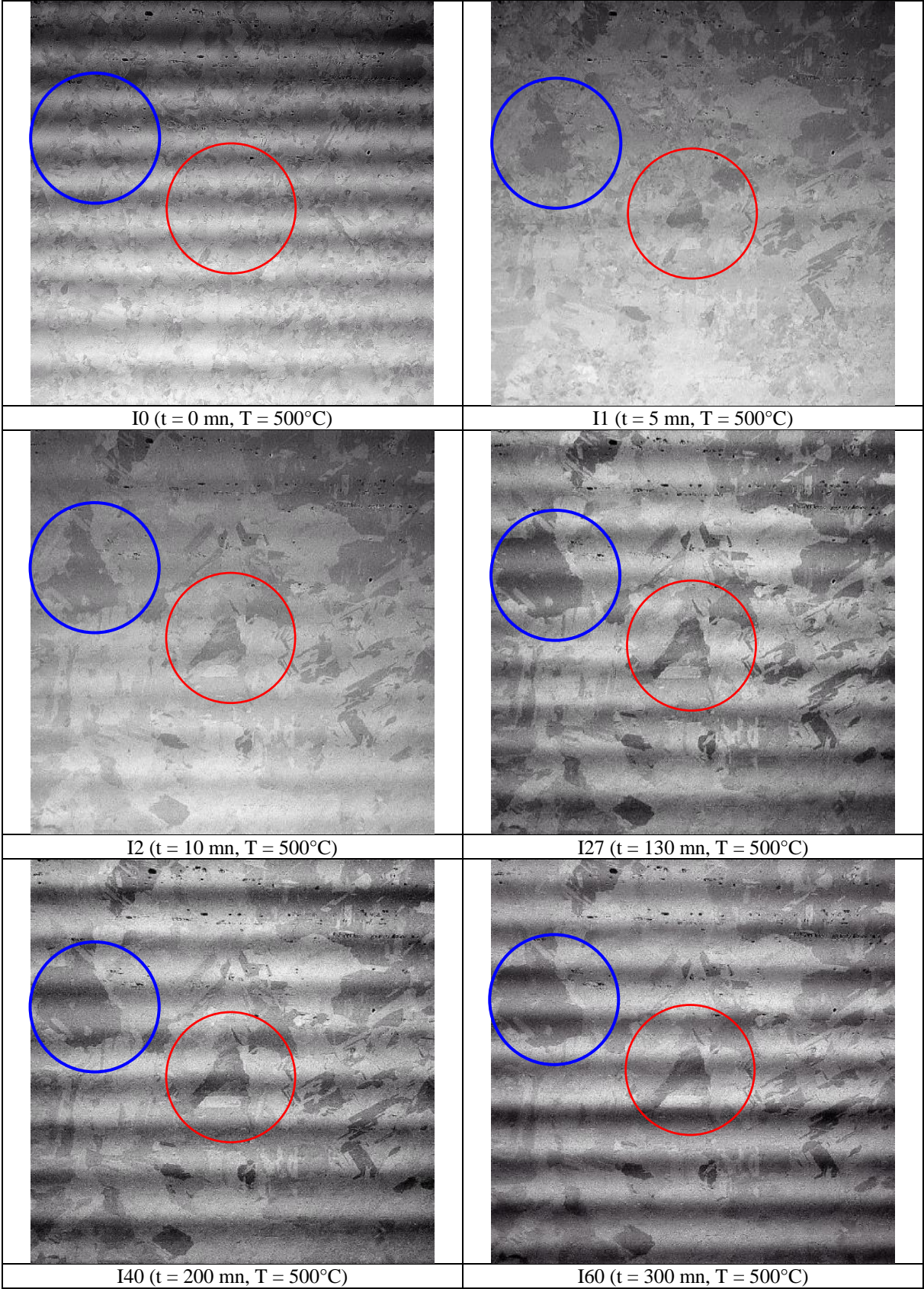


Figure IV-4 : Cuivre I après recuit à 400°C pendant 1 h, cartographie IPF (le code couleur correspond à la direction DN), (b) figure de pôle inverse [001] et (c) figure de pôles {111}. DL = A2.

Le *Tableau IV-1* présente des images de la séquence obtenue (images par électrons rétrodiffusées pris toutes les cinq minutes) au cours du recuit sous MEB de 5 heures après déformation. On observe une recristallisation primaire importante durant les dix premières minutes de recuit.

Tableau IV-1 : Images obtenues par électrons rétrodiffusées, de taille $759.15 \mu\text{m} \times 759.15 \mu\text{m}$ lors de recuit in-situ sous MEB protocole I.



Les clichés ne sont pas de qualité suffisante pour observer une éventuelle migration des joints par recristallisation secondaire. Néanmoins nous examinons le détail de l'évolution structurale entre les états avant et après recuit en utilisant les données EBSD recueillies. Les deux cartographies IPF des *Figure IV-5(a)* et *(b)* illustrent la modification majeure de structure de grains observée entre l'état déformé avant recuit et l'état après recuit in-situ. On note tout d'abord que les modifications de microstructure et de texture induites par une déformation de 3.5% sont très faibles (voir également les figures de pôles plus bas), mais que la microstructure a cependant totalement changé après recuit in-situ, malgré le faible taux de déformation et la température de recuit relativement basse. Cette observation confirme le fait que la structure de grains a subi une recristallisation primaire in-situ à l'exception de 4 zones encadrées par les cercles noirs où nous pouvons observer une rétention des grains initiaux, et une faible migration des joints.

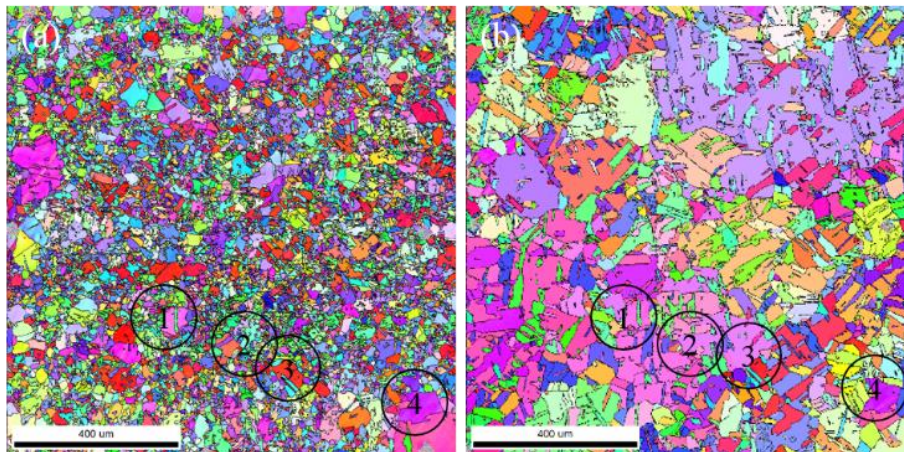


Figure IV-5 : Cartographies IPF ($1100 \mu\text{m} \times 1100 \mu\text{m}$) du cuivre I (direction normale), (a) état déformé et (b) état recuit.

L'évolution des distributions de taille de grains entre l'état déformé, *Figure IV-6(a)* et l'état recuit, *Figure IV-6(b)* montre une croissance du diamètre moyen de 8 à $13 \mu\text{m}$.

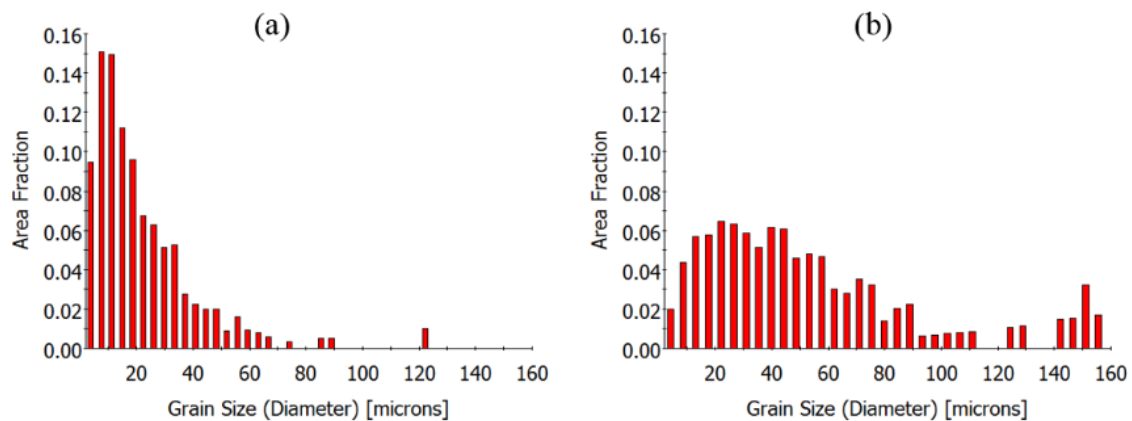


Figure IV-6 : tailles de grains mesurés sur le cuivre I, (a) état déformé et (b) état recuit.

La distribution des angles de désorientation associée aux trois états (initial, déformé et déformé-recuit in-situ) extraite des cartographies EBSD, *Figure IV-7(a)* change peu.

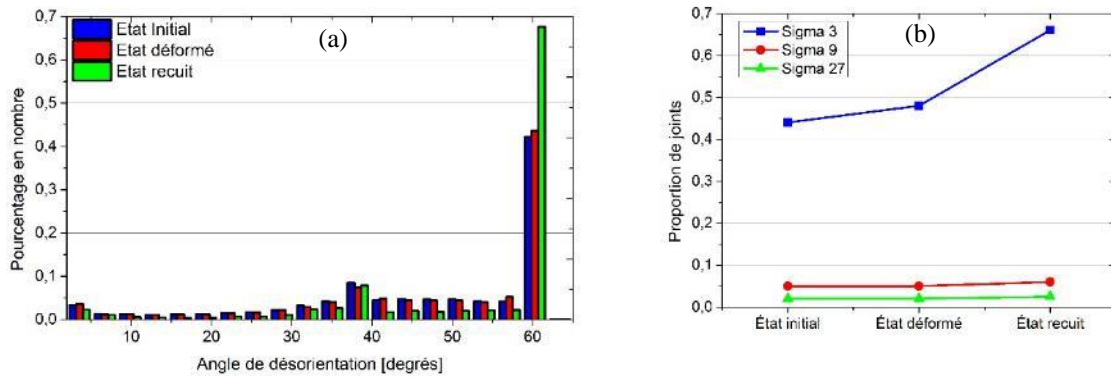


Figure IV-7 : (a) histogramme de distribution des angles de désorientation du cuivre I et (b) évolution des proportions de joint de grains de type $\Sigma 3^n$.

Après recuit in-situ, on observe surtout une augmentation de la proportion de joints spéciaux : les proportions de joints $\Sigma 9$ ($38^\circ \langle 110 \rangle$) et $\Sigma 27a$ ($31.6^\circ \langle 110 \rangle$) augmentent cependant très peu alors que celle, déjà largement dominante, des joints de type $\Sigma 3$ ($60^\circ \langle 111 \rangle$) augmente de 20%, *Figure IV-7(b)*. On confirme ainsi que le matériau a recristallisé par germination et croissance (de nouveaux grains et de nouvelles macles). Les figures de pôle inverse d'axe $[0\ 0\ 1]$ de l'état initial et déformée sont identiques. Une évolution notable apparaît entre l'état déformé et recuit, *Figure IV-8*, avec une orientation préférentielle évoluant de $[001]$ à $[112]$. Il y a peu d'évolution de texture entre l'état initial et l'état déformé, *Figure IV-4(c)* et *Figure IV-9(a)*. Par contre, après le recuit in-situ, les composantes de textures S et SM sont beaucoup plus prononcées, *Figure IV-9(b)*. Afin d'avoir une comparaison plus quantitative, nous avons calculé, comme au chapitre III, les fractions volumiques des composantes de textures avant et après recuit in-situ. Comme la direction de laminage (DL) est parallèle à la direction de traction qui correspond à la direction A2 lors de la mesure EBSD, nous avons, avant de procéder à ce calcul, fait tourner les orientations mesurées par EBSD de 90° autour de DN. Nous avons ensuite fait le calcul en considérant les options « partagée » ou « non partagée » ; la 1^{ère} option peut surestimer la fraction des orientations issues de maillage (cf. *chapitre III*).

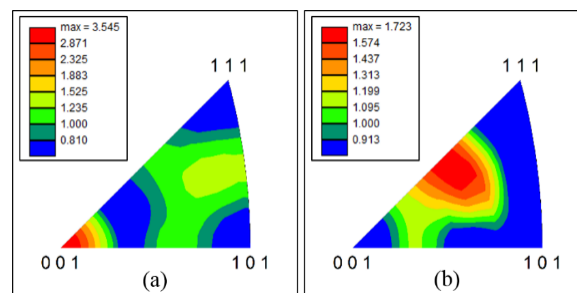


Figure IV-8 : Figure de pôle inverse (DN) du cuivre I (a) état déformé ; (b) état recuit.

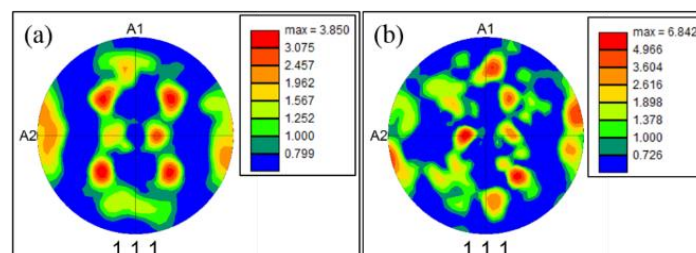


Figure IV-9 : Figure de pôles $\{111\}$ du cuivre I, (a) état déformé ; (b) état recuit.

Les résultats de ces deux calculs sont présentés sur les *Figure IV-10(a)* et *(b)* respectivement. Nous pouvons voir que dans les deux cas, l'évolution de texture entre l'état initial et l'état déformé de quelques pourcents est bien quasi nulle, alors qu'après recuit, on observe une légère décroissance de l'orientation Cube, et une augmentation nette des orientations S et SM. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par [Gerber et al., 2003] qui avaient permis de montrer que dans une texture de laminage classique, la germination et la croissance (de germes d'orientations S et SM) étaient souvent favorisées dans la composante S, en raison notamment de la forte énergie stockée dans cette orientation.

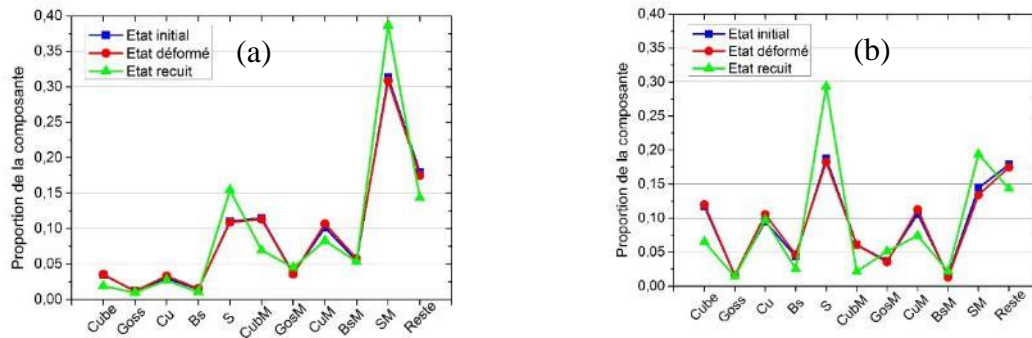


Figure IV-10 : Évolution des pourcentages des principales composantes de texture pour les 3 états du Cuivre I, (a) Option Partagée et (b) Option Non Partagée avec l'angle de dispersion = 15°.

La recristallisation se manifeste également sur l'image AFM dérivée par la disparition de certains joints de grains et l'apparition d'autres, *Figure IV-11*. On peut aussi distinguer l'effacement des lignes de glissement et la gravure de certains joints de grains.

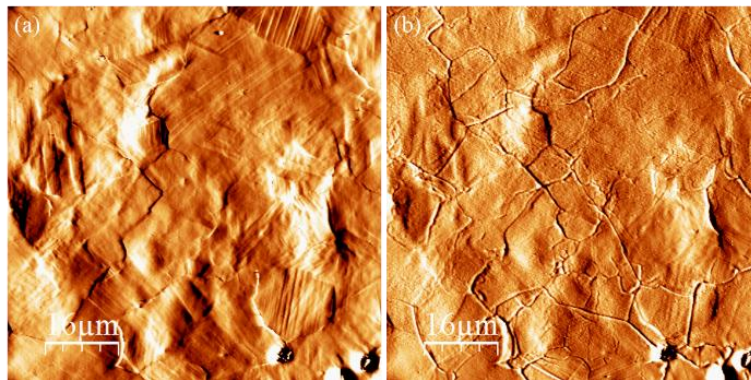


Figure IV-11 : Image AFM dérivée pour le cuivre I, (a) état déformé ; (b) après recuit.

L'évolution de la microstructure par recristallisation primaire plutôt que par migration seule (SIBM) est surprenante dans les conditions imposées (taux d'écroutissage limité, température de recuit relativement basse). Afin de déterminer si cela pourrait être dû à un phénomène de surface (comme un écroutissage superficiel par exemple), nous avons calculé les désorientations locales et extrait des données EBSD, une cartographie du facteur KAM qui représente la désorientation moyenne calculée en chaque point. Comme nous le verrons plus bas, elle peut être liée à une densité de dislocations (de type GND) et donc à un niveau d'écroutissage. Afin de pouvoir comparer cette désorientation à celle obtenue après recuit à 300°C pendant 1 heure, un recuit à partir duquel nous avons observé le mécanisme de SIBM au chapitre précédent. Nous avons calculé la désorientation locale à partir des 3 premiers voisins pour la cartographie obtenue après recuit à 300°C (le pas de mesure était alors de 1 μm), alors que nous l'avons

calculé à partir des 2 premiers voisins seulement pour la cartographie obtenue après recuit à 400°C (le pas de mesure était alors de 1.5 μm).

La confrontation de ces deux états est illustrée sur la *Figure IV-12*.

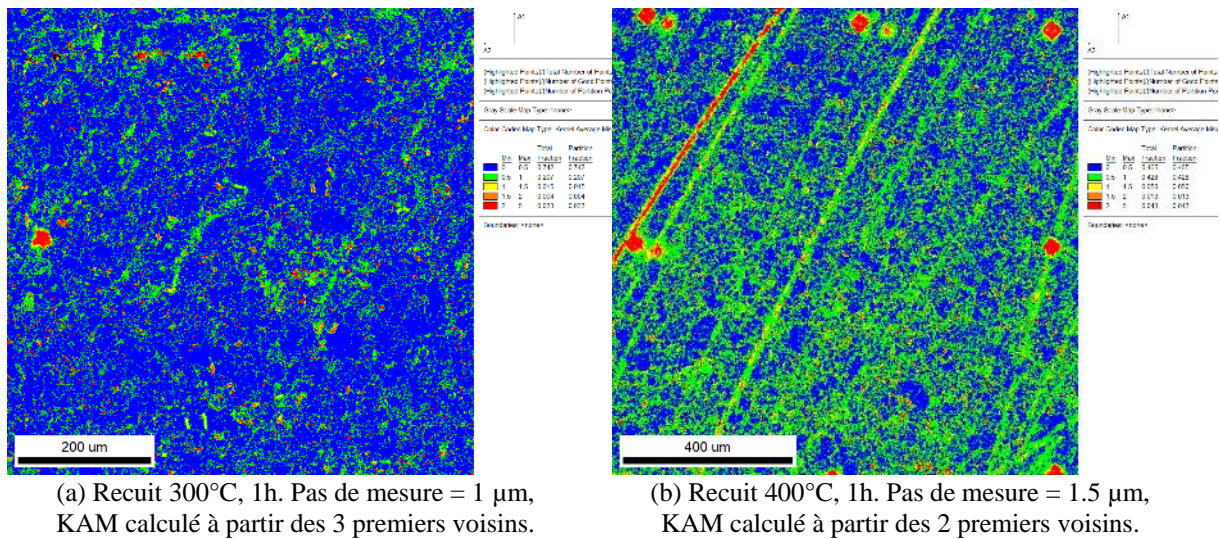


Figure IV-12 : Cartographies EBSD représentant les variations locales de la désorientation moyenne (KAM), (a) après recuit à 300°C pendant 1 heure et (b) après recuit à 400°C pendant 1 heure.

Bien que les deux recuits soient associés à des microstructures, des textures et des réponses mécaniques globales très proches, on constate un écouissage de surface plus prononcé pour le recuit à 400°C, avec la présence de quelques rayures non effacées par le polissage final ; ces rayures ont pu servir de sites de germination lors du recuit in-situ. La valeur moyenne du facteur KAM évalué en surface est de 0.56° pour le recuit à 300°C contre 0.74° pour le recuit à 400°C. Néanmoins, comme nous avons remarqué que les quelques zones à grains plus grossiers après recuit initial ne semblaient pas avoir recristallisé lors du recuit in-situ, nous avons étudié ces zones de façon plus détaillée. Nous avons ainsi agrandi les zones 1, 2, 3 et 4 entourées par les cercles noirs sur les cartographies EBSD avant et après recuit, *Figure IV-5* afin d'observer plus précisément les modifications de la structure de grains. Dans chaque zone de taille 100 $\mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$, nous avons superposé les contours des grains à l'état déformé (en vert) sur la cartographie des orientations obtenue après recuit. Les quatre zones sont présentées dans le *Tableau IV-2*. En comparant les cartographies de chaque zone avant recuit et après recuit et la superposition des contours de grains, on constate que :

- On a migration de joints de grains qui sont apparus lors du recuit, par germination de nouvelles orientations ; c'est clairement le cas dans les zones 2 à 4 .
- Une exception semble être observée dans la zone 1, dans laquelle les grains indexés $g1$ et $g2$ s'étendent vers les grains voisins par migration ; la macle $g3$ n'accompagne pas $g1$ et $g2$ dans cette migration.
- Dans la zone 3, le grain $g1$ qui contient des macles non traversantes $g2$ se réduit jusqu'à ce que la macle $g2$ occupe une position transversante.
- Dans la zone 2, on observe que les parties qui migrent

Force est de conclure que ce premier traitement, en conduisant à une recristallisation primaire dans les premières minutes du recuit in-situ non anticipée par les travaux préliminaires, n'a pas non plus donné lieu, durant les 5 heures de recuit appliqués, à une recristallisation secondaire qui aurait pu nous permettre d'étudier quelques cas de migration. Nous avons donc procédé à d'autres traitements thermiques.

Tableau IV-2 : Cartographies IPF représentant l'évolution de la microstructure des grains déformés (de 3.5%) lors du recuit in-situ pour les quatre zones de migration identifiées dans le cuivre I.

Migration	Etat déformé (3.5%)	Etat recuit (500°C, 5h)	Superposition des deux états
Zone 1			
Zone 2			
Zone 3			
Zone 4			

IV.1.2 Deuxième étude expérimentale (700°C, 3h – 3.5% déformation – Recuit 500°C, 5h)

Pour cette deuxième étude, nous reprenons le premier protocole en changeant les conditions de recuit initial qui deviennent 700°C pour 3 heures, *Figure IV-13*. Le but est de partir d'un état de recristallisation primaire total, et d'éviter au maximum la recristallisation secondaire avant déformation. Les conditions du recuit in-situ sont conservées inchangées.

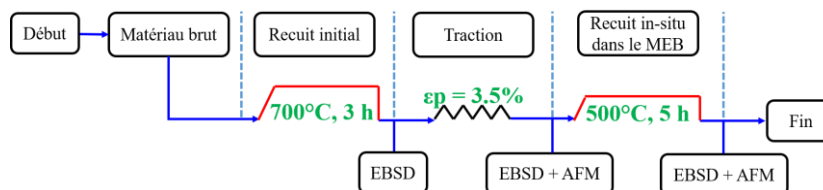


Figure IV-13 : Protocole expérimental 2 pour l'étude de migration des JdGs dans le cuivre I.

La cartographie EBSD obtenue après le recuit initial est donnée *Figure IV-14(a)*. Nous pouvons remarquer que la microstructure est très différente de celle obtenue à 300°C ou 400°C ; notamment la taille de grain moyenne est désormais d'environ 30 μm (contre 10 μm auparavant). Les joints de grains sont bien identifiés et ont une courbure beaucoup moins

prononcée qu'à l'état brut. L'orientation préférentielle est proche de $[213]$, *Figure IV-14(b)*. La courbe de traction, *Figure IV-15* donne une limite élastique vers 20 MPa avec une transition élastoplastique graduelle dès 16 MPa , et une déformation plastique atteinte proche de 3.5% à 55 MPa .

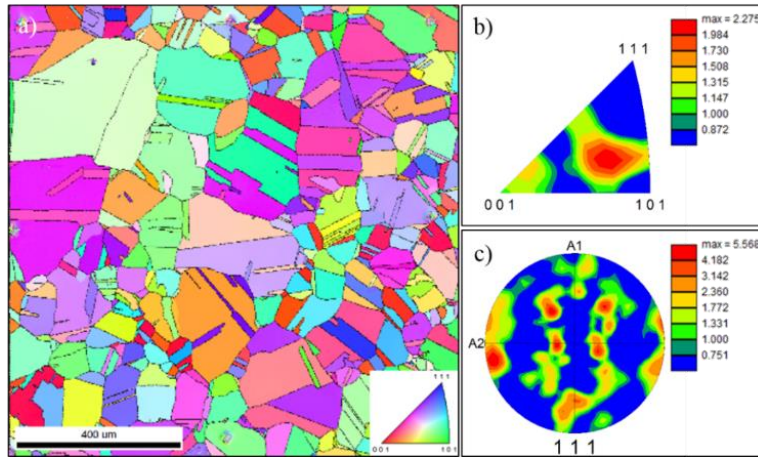


Figure IV-14 : Cuivre I recuit à 700°C pendant 3 heures, (a) cartographie IPF (le code couleur correspond à la direction DN), (b) figure de pôle inverse $[001]$ et (c) figure de pôles $\{111\}$. DL = A2.

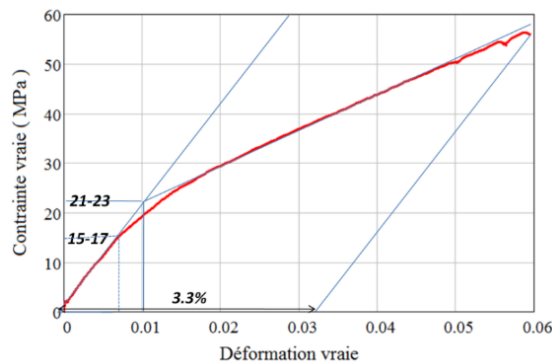


Figure IV-15 : Courbe contrainte – déformation du cuivre I après un recuit 3 heures à 700°C .

Les cartographies IPF obtenues avant et après recuit, *Figure IV-16(a)* et *(b)* montrent qu'il n'y a pas recristallisation primaire. La structure de grain s'avère particulièrement stable. On peut néanmoins répertorier de nombreux cas de faible migration de JdGs comme celles identifiées par des cercles sur les *Figure IV-16(a)* et *(b)*.

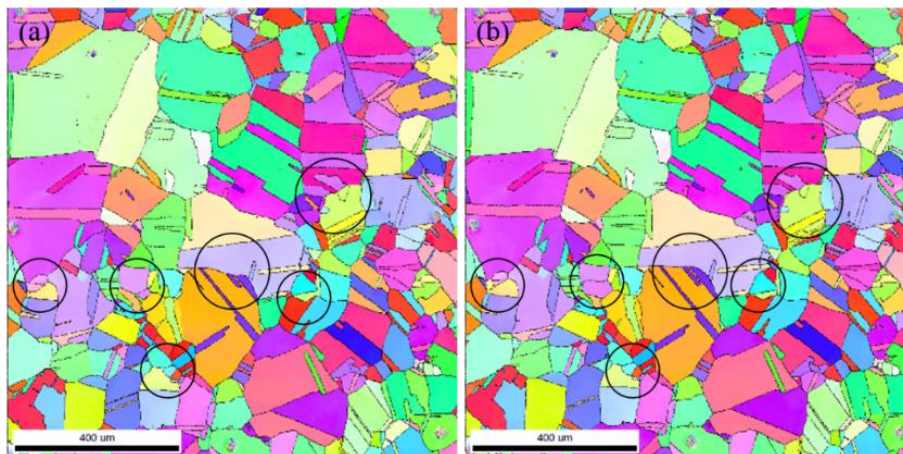


Figure IV-16 : Cartographie IPF du Cuivre I, protocole 2 : (a) état déformé ; (b) état recuit.

Les cartographies AFM confirment et précisent les migrations observées. Les *Figure IV-17(a)* et *Figure IV-18(a)* montrent sur une zone de $800\ \mu\text{m} \times 800\ \mu\text{m}$ la superposition des contours de grains et des scans AFM pour l'état déformé avant recuit (*Figure IV-17(a)*) et pour l'état après recuit (*Figure IV-18(a)*). La *Figure IV-17(b)* et *(c)* donne les scans EBSD et AFM de la

zone numérotée 50 avant recuit. La *Figure IV-18(b)* montre la superposition des scans EBSD avant et après recuit de la zone n°50 et enfin la *Figure IV-18(c)* présente le scan AFM de cette même zone après recuit.

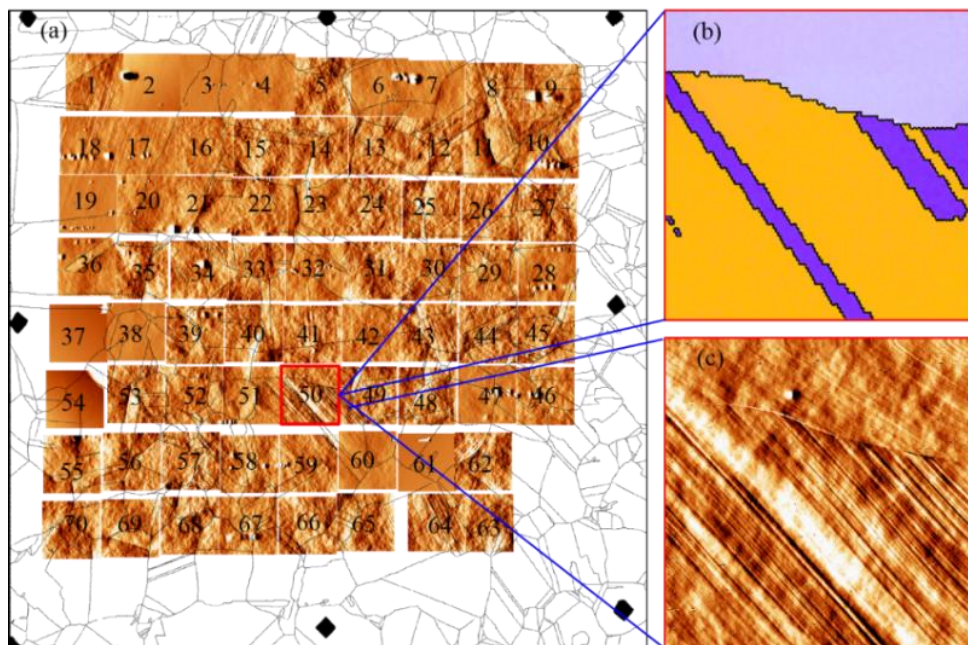


Figure IV-17 : Cartographie EBSD et AFM du cuivre I. État déformé avant recuit : (a) superposition des contours de grains (en noir) avec les scans AFM zone de $800\ \mu\text{m} \times 800\ \mu\text{m}$. (b) et (c) zone n°50 de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ (b) EBSD et (c) AFM.

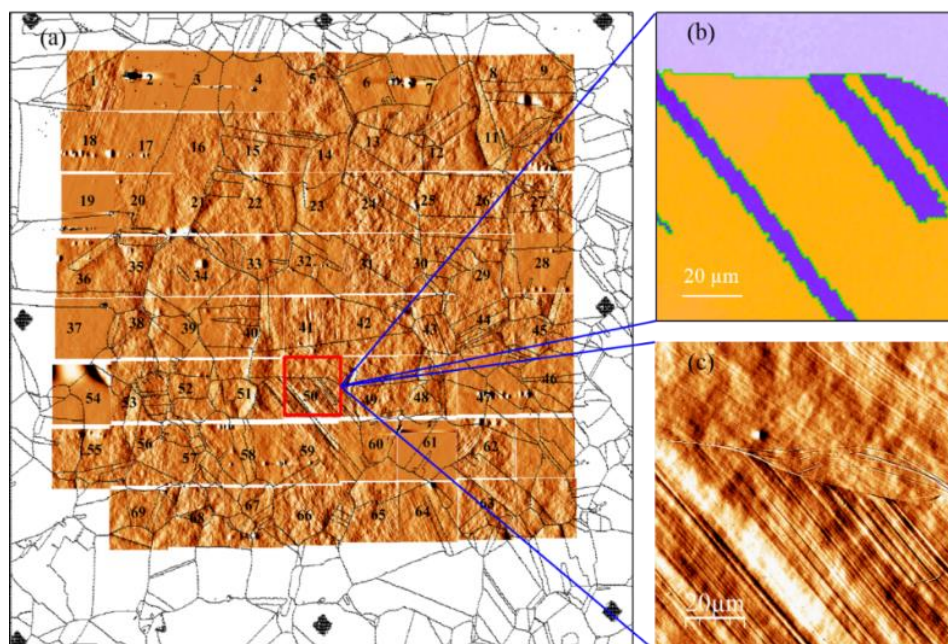


Figure IV-18 : Cartographie EBSD et AFM du cuivre I. État après recuit : (a) superposition des contours de grains (en noir) avec les scans AFM zone de $800\ \mu\text{m} \times 800\ \mu\text{m}$. (b) et (c) zone n°50 de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ (b) superposition EBSD avant et après recuit et (c) AFM.

On constate que deux macles présentes dans le joint qui migre accompagnent le déplacement du joint sans changer d'épaisseur. La courbure du joint diminue au cours du recuit, ce qui réduit peut-être la force motrice associée. Les observations AFM (2D et 3D) sont souvent déconcertantes difficiles à interpréter car les changements de relief de la surface ne restituent pas les avancées de macles aussi nettement que les clichés EBSD le font. Sur les images 2D de

la *Figure IV-18*, on voit que dans la zone d'avancée du joint (gravures thermiques) il subsiste les traces de glissement du grain qui a été consommé. Sur les images 3D correspondantes (*Figure IV-19*), on voit que le relief a néanmoins changé sans que l'on y devine la moindre présence des deux macles qui ont pourtant avancé. On observe *Figure IV-17(c)* que le glissement principal dans le grain maclé est parallèle à la macle et que les marches de macles ont des pentes opposées aux marches de glissement. Par ailleurs ce glissement est intense dans les deux macles qui migrent ce qui réduit le contraste topographique de ces macles qui ne sont pas visibles sur le scan AFM.

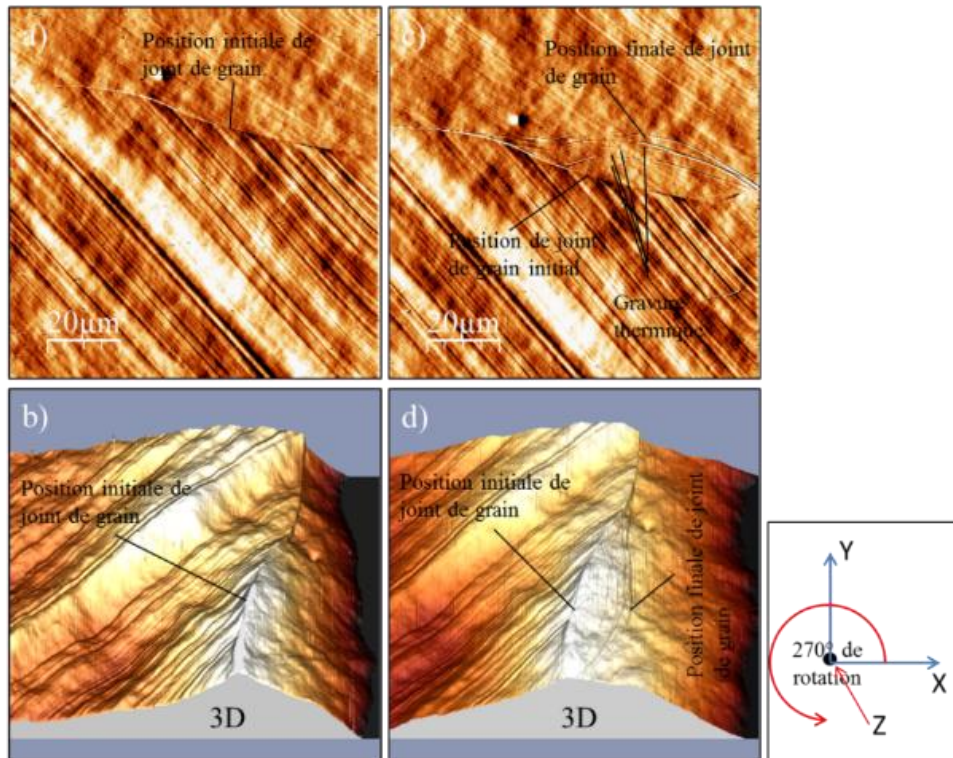


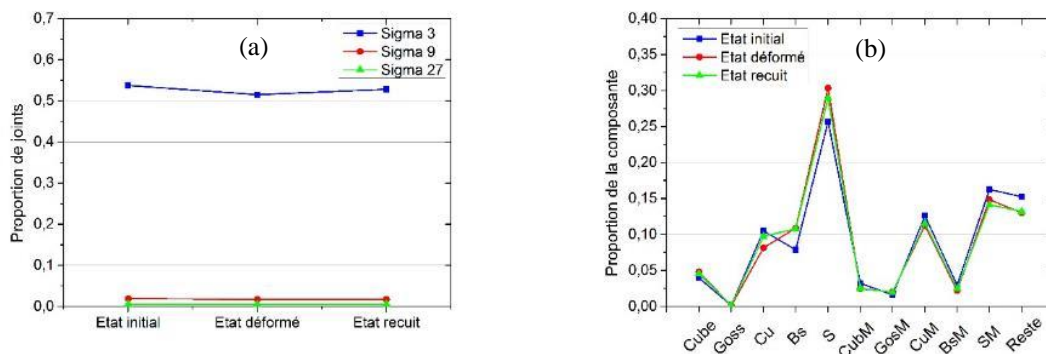
Figure IV-19 : Scans AFM de taille $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ dans le cuivre I, a) image dérivée mesurée après déformation, b) image topographique 3D de l'état déformé (tournée de 270° autour de Z par rapport à l'image dérivée), c) image dérivée mesurée après recuit in-situ et d) image topographique en 3D après recuit (tournée de 270° autour de Z par rapport à l'image dérivée).

Nous avons isolé toutes les zones de migration et superposé les contours de grains de la cartographie « finale » IPF (en vert), sur la cartographie EBSD « initiale » (après déformation plastique et avant recuit). Nous donnons 16 exemples de petites cartographies EBSD correspondant à 45 JdGs qui migrent, *Figure IV-20*. Les migrations observées s'effectuent sur de très petites distances, contrairement à ce qui a pu être observé dans l'aluminium [Beucia et al., 2019]. De ce fait, il n'a pas été possible de suivre leur déplacement au cours du temps et de mesurer la vitesse de migration des joints. On peut noter de surcroît que les déplacements les plus importants semblent être liés au déplacement d'un point triple (voir par exemple les deux figures centrales de la 3^{ème} ligne).



Figure IV-20 : Cartographies EBSD de taille $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ obtenues par superposition des contours de grains des cartographies EBSD obtenues après recuit sur les cartographies EBSD obtenues avant recuit.

La *Figure IV-21(a)* montre qu'il n'y a pas d'évolution des proportions de joints $\Sigma 3^n$, lors du recuit in-situ. Le calcul des proportions des composantes de textures pour les trois états (initial, déformé, recuit in-situ) montre que ces proportions n'évoluent pratiquement pas au cours des étapes de déformation et de recuit, ce qui est cohérent avec les faibles déplacements observés (*Figure IV-21(b)*, option « non partagée » et *Figure IV-21(c)*, option « partagée »).



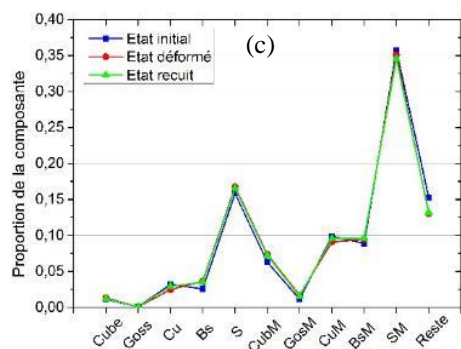


Figure IV-21 : (a) Proportions de joints de grains de type de $\Sigma 3^n$ pour la deuxième étude de migration des joints de grains sur le cuivre I. (b) et (c) évolutions de composantes de textures (b) option non partagée et (c) option partagée.

Afin de voir si la migration d'un joint donné est liée aux orientations de part et d'autres, nous avons extrait des fichiers EBSD toutes les orientations proches des zones de migration. Nous avons ainsi identifié 161 orientations, à partir desquelles nous avons calculé une ODF (en considérant des gaussiennes autour de chaque orientation, avec une dispersion de 10°) et comparé ensuite la figure de pôles $\{111\}$ obtenue à partir de cette ODF, *Figure IV-22(a)*, à celle obtenue à partir de la cartographie toute entière, *Figure IV-22(b)*. Nous pouvons constater que les deux figures de pôles sont qualitativement semblables, ce qui nous permet de conclure que l'on n'a pas identifié d'orientation particulièrement favorable à la migration.

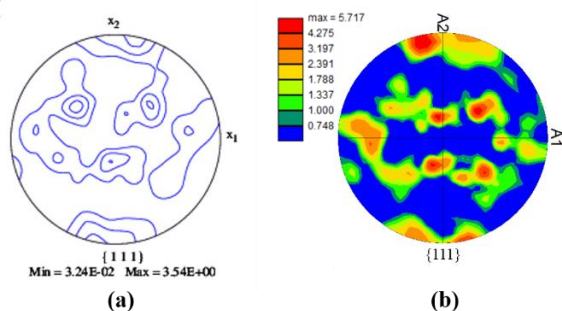


Figure IV-22 : Figures de pôles $\{111\}$ obtenues à partir des 161 orientations représentatives des zones de migration (a) ou à partir de toutes les orientations de la cartographie EBSD (b).

Nous présentons *Figure IV-23(a)* la répartition des angles de désorientations associés aux interfaces qui se déplacent et sur la *Figure IV-23(b)* la distribution de toutes les désorientations présentes dans l'échantillon.

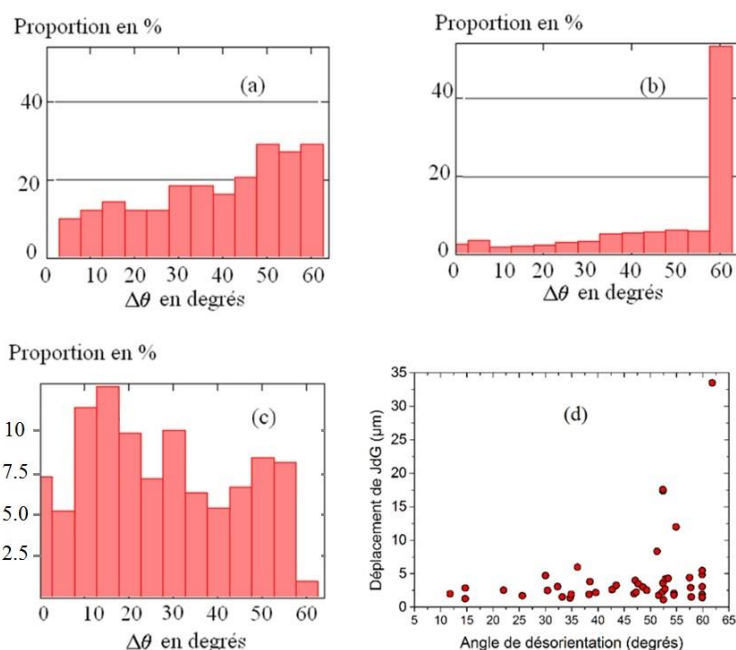


Figure IV-23 : Histogramme des désorientations pour les seuls joints de grains mobiles (a), pour tous les joints de grains de la cartographie (b), pour le rapport des deux (c) et tracé du déplacement mesuré en fonction de l'angle de désorientation pour les 45 cas de migration (d).

La *Figure IV-23(a)* représente donc $\frac{N_m(\Delta\theta)}{NT_m}$ en fonction de $\Delta\theta$ où NT_m est le nombre total de joints qui migrent et $N_m(\Delta\theta)$ le nombre de joints de désorientation $\Delta\theta$ qui migrent. La *Figure IV-23(b)* représente en fonction de $\Delta\theta$ le quotient $\frac{N(\Delta\theta)}{NT}$ où $N(\Delta\theta)$ est le nombre de joint de désorientation $\Delta\theta$ et NT est le nombre total de joints. La *Figure IV-23(c)* est ensuite obtenue en divisant chaque valeur de l’histogramme (a) par la valeur correspondante de l’histogramme (b). Pour chaque intervalle de l’angle de désorientation $\Delta\theta$, on trouve ainsi le rapport $\frac{N_m(\Delta\theta)}{NT_m} \times \frac{NT}{N(\Delta\theta)}$ qui est proportionnel au nombre de joints de grains qui migrent pour une désorientation $\Delta\theta$ divisé par le nombre total de joints de désorientation $\Delta\theta$. La *Figure IV-23(c)* donne ainsi une idée de la mobilité comparée des joints. En rappelant que la stistique reste faible, la figure semblerait présenter trois maximums associés à des valeurs de désorientation autour de 15° , 30° et 55° . On remarque aussi une mobilité quasiment nul à 60° . La *Figure IV-23(d)* donne le déplacement mesuré des joints en fonction de l’angle de désorientation pour tous les cas de migration obtenus. On voit que le déplacement de l’interface est maximal et égal à environ $17 \mu\text{m}$ pour une désorientation proche de 50° .

Nous retiendrons de ce second protocole appliqué au cuivre I qu’en limitant la possibilité d’une recristallisation primaire grace à un recuit initial à 700°C pendant 3 heures, nous avons pu observer une cinquantaine de cas de migration. Le nombre de cas semble suffisant pour fournir des indications qualitatives sur la mobilité à travers la *Figure IV-23*. Ces données seront utilisées pour analyser la migration de façon quantitative (à partir du chapitre *IV.1.4*). Nous proposons un troisième protocole avec l’objectif d’accentuer la migration avec des déplacements plus important des joints et un nombre de cas de migration plus élevé. Dans ce but, nous avons augmenté la déformation plastique à 5% en gardant les mêmes paramètres pour le recuit initial afin d’éviter la recristallisation primaire.

IV.1.3 Troisième étude expérimentale (700°C , 3h – 5% déformation – Recuit 500°C , 5h)

Afin d’augmenter les capacités de migration, nous avons augmenté (modérément) la déformation plastique. Les paramètres de ce troisième traitement sont donc identiques à ceux du deuxième protocole à l’exception de la déformation plastique qui est ciblée à 5%, *Figure IV-24*. Les conditions du recuit in-situ restent inchangées.

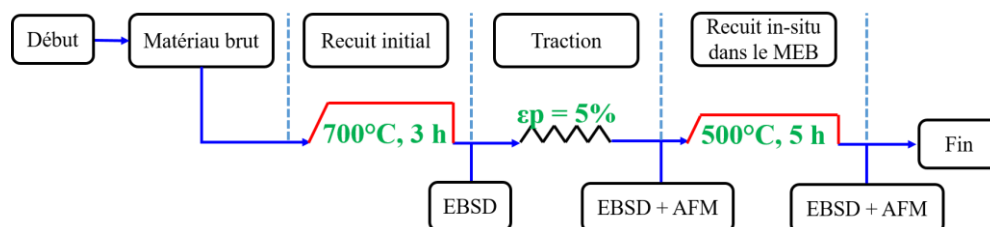


Figure IV-24 : Protocole expérimental 3 de l’étude de migration des JdGs dans le cuivre I.

La courbe contrainte vraie – déformation vraie, *Figure IV-25*, indique une limite élastique d’environ 25 MPa , proche du cas précédent et une déformation plastique totale légèrement supérieure à **5%**.

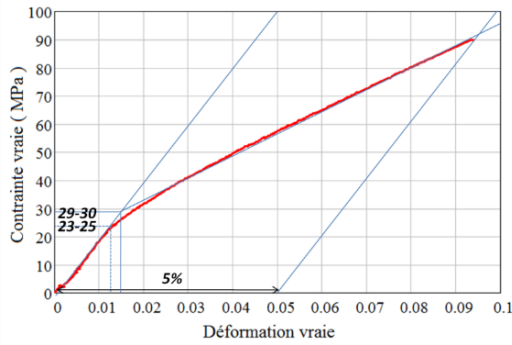


Figure IV-25 : Courbe contrainte – déformation du cuivre I après un recuit 3 heures à 700°C.

Les deux cartographies EBSD avant et après recuit, *Figure IV-26(a)* et *Figure IV-26(b)* indiquent qu’il n’y a pas de recristallisation primaire pendant le recuit in-situ, comme dans le cas précédent. Par contre, on a pu identifier 139 JdGs qui migrent dans cette troisième étude, soit trois fois plus qu’avec une déformation de 3.5%. La microstructure initiale de ce protocole 3 (après le recuit de 3h à 700°C) est analogue à celle du protocole 2 au même stade.

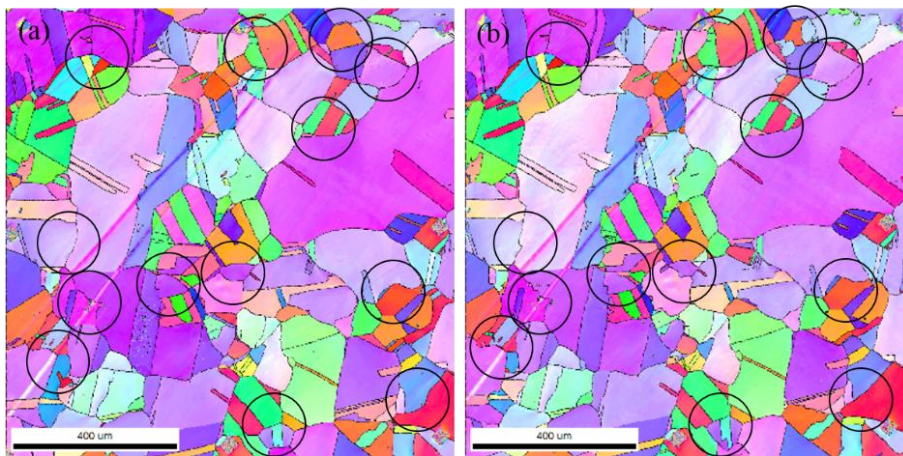
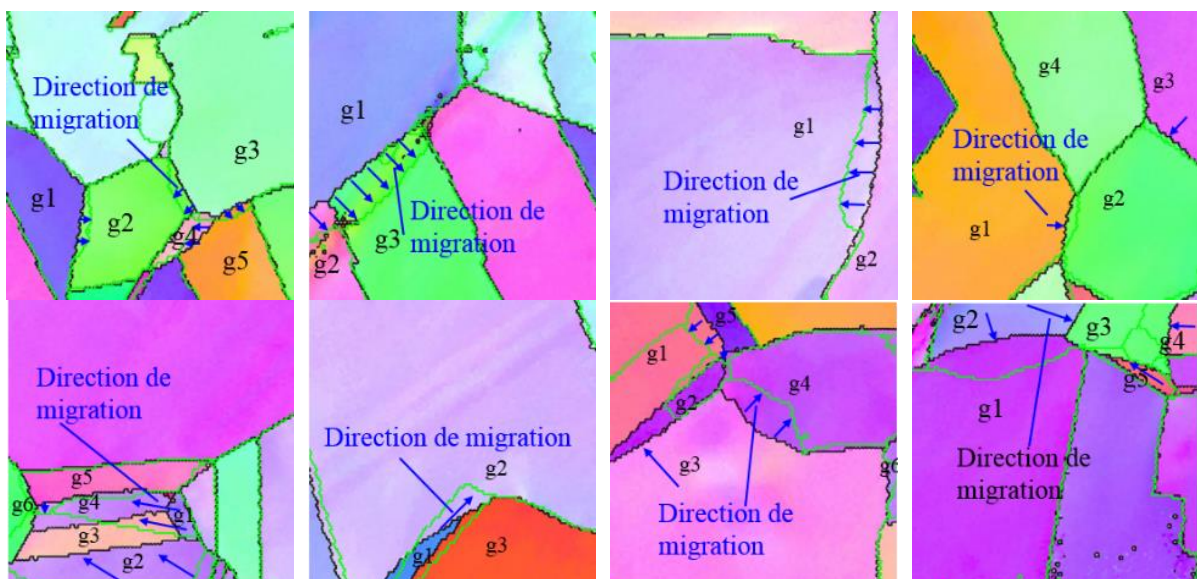


Figure IV-26 : Cartographie IPF du cuivre I, (a) après environ 5% de déformation plastique et (b) après recuit in-situ dans le MEB (500°C, 5h).

La *Figure IV-27* rassemble 32 exemples pour la troisième étude de migration de JdGs de cuivre I (zones de 100 $\mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$). Comme dans le cas précédent, on retrouve dans de nombreux cas, le déplacement d’au moins un joint triple, accompagnant le déplacement du joint de grains. En général, les parties maclées évoluent peu en épaisseur (les joints cohérents de type $\Sigma 3$ sont très peu mobiles) ; un contre – exemple est visible sur la 4^{ème} figure de la 5^{ème} ligne, où l’on peut constater la migration d’un joint de type $\Sigma 3$.



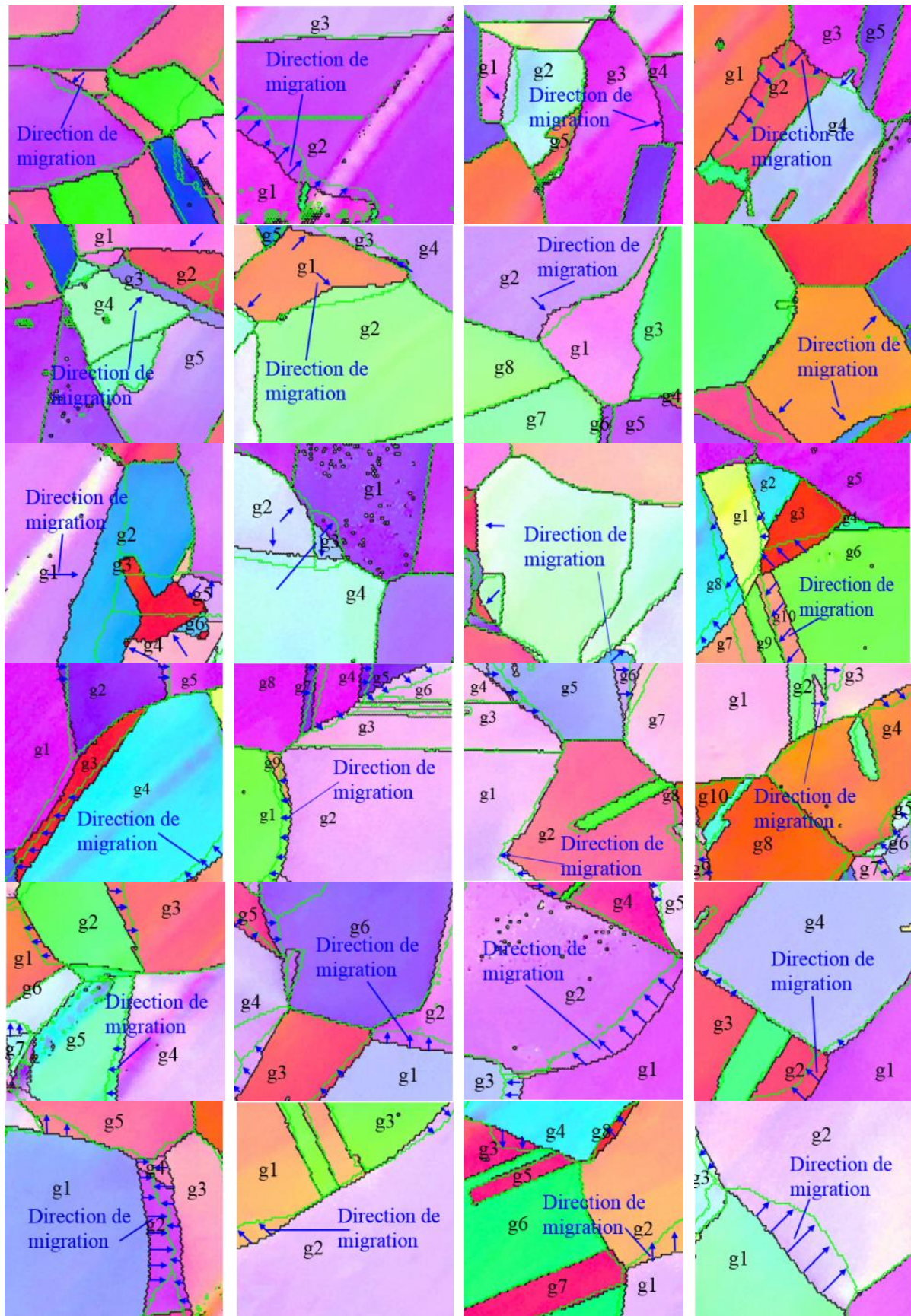


Figure IV-27 : Cartographies EBSD de taille $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ obtenues par la superposition des contours des grains identifiés après recuit (contours verts) sur la cartographie EBSD obtenue avant recuit (après 5% de déformation plastique).

En l'absence de recristallisation primaire les proportions de joints $\Sigma 3^n$ restent stationnaires, *Figure IV-28(a)* ainsi que celle des composantes de texture, *Figure IV-28(b)* et *Figure IV-28(c)*. On peut observer une très légère croissance de la composante CubM pour l'option partagée.

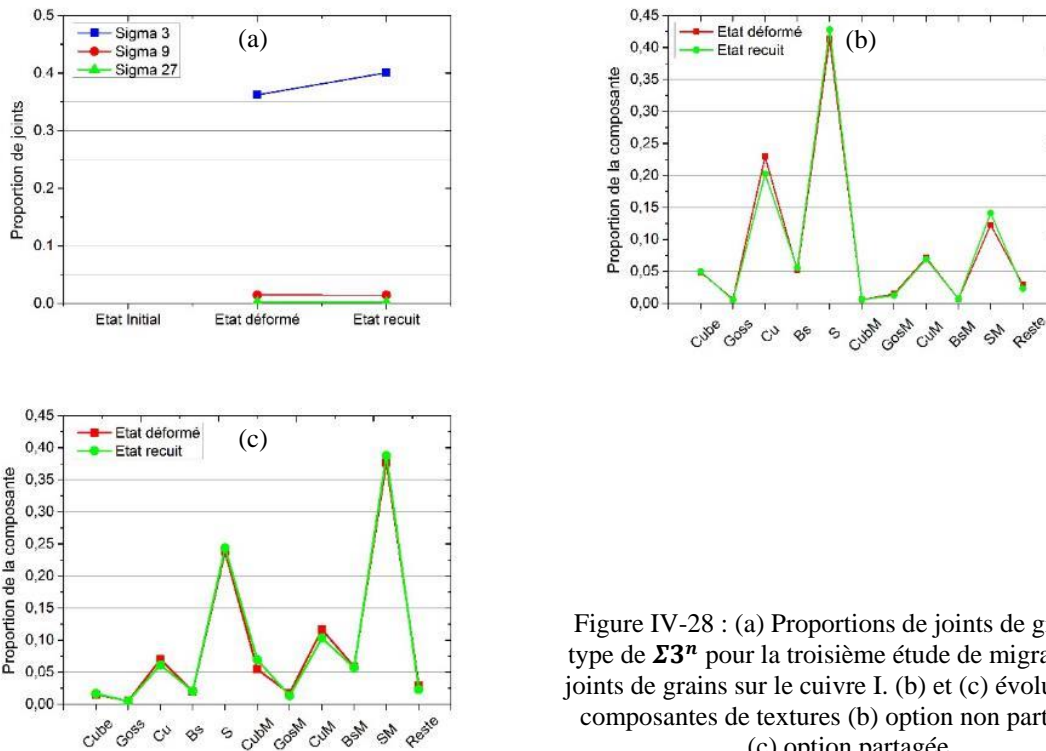


Figure IV-28 : (a) Proportions de joints de grains de type de $\Sigma 3^n$ pour la troisième étude de migration des joints de grains sur le cuivre I. (b) et (c) évolutions de composantes de textures (b) option non partagée et (c) option partagée.

Nous avons de nouveau extrait des cartographies EBSD, les orientations proches des joints de grains mobiles et comparé leur distribution à la distribution de toutes les orientations présentes dans l'échantillon. La figure de pôles $\{111\}$, *Figure IV-29(a)* représentative des zones de migration a été obtenue à partir de 260 orientations. On constate à nouveau que la figure de pôles associée est qualitativement semblable à celle mesurée pour tout le polycristal.

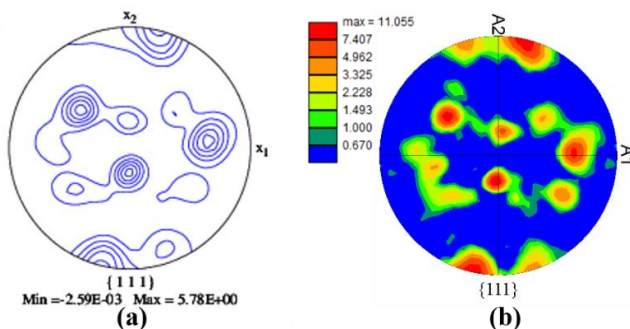


Figure IV-29 : Figure de pôles $\{111\}$ obtenues à partir des 260 orientations représentatives des zones de migration (a) ou à partir de toutes les orientations de la cartographie EBSD (b).

La *Figure IV-30(a)* donne la distribution des désorientations associées aux joints qui migrent, la *Figure IV-30(b)* donne la distributions des désorientations dans l'ensemble du polycristal et la *Figure IV-30(c)* représente le rapport des pourcentages de joints « mobiles / tous » associés à la désorientation $\Delta\theta$. On constate *Figure IV-30(c)* une mobilité sensiblement constante avec deux maximum au voisinage de 20° et 50° . Sur le diagramme présentant le déplacement du joint de grains en fonction de l'angle de désorientation pour les 139 cas de migration étudiés, *Figure IV-30(d)*, nous constatons un déplacement plus grand pour des angles de désorientation proches de 10° , 25° , 40° et 50° . Ces résultats ne sont pas identiques au cas précédent (protocole 2) mise à part la forte mobilité à 50° et la mobilité minimale à 60° .

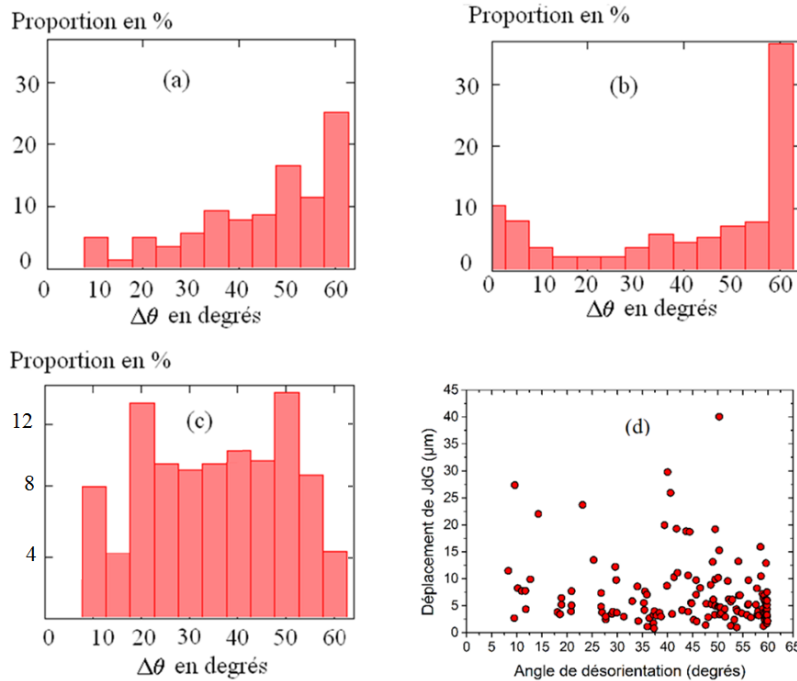


Figure IV-30 : Histogramme des désorientations pour les seuls joints de grains mobiles (a), pour tous les joints de grains de la cartographie (b), pour le rapport des deux (c) et tracé du déplacement mesuré en fonction de l'angle de désorientation pour les 139 cas de migration (d).

Nous proposons de faire une analyse de la migration des joints dans le cuivre I en termes de forces motrices. Nous n'évaluerons ces forces motrices que pour la population de joints qui migrent. Deux forces motrices seront considérées, la première liée à la courbure du joint, la seconde à la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint et c'est la combinaison de ces deux forces qui importe pour la migration. Afin d'évaluer cette différence d'énergie stockée, nous avons utilisé trois méthodes différentes :

- La première méthode est qualitative. On considère que l'accumulation de dislocations est plus importante d'un côté du joint, lorsqu'un des grains possède un facteur de Schmid plus élevé que l'autre. La migration sera favorisée du grain de plus petit facteur de Schmid vers celui de plus grand facteur de Schmid (cf. *Annexe IV-1*).
- La deuxième méthode évalue la densité des dislocations géométriquement nécessaires (GND) à partir de la désorientation locale mesurée par EBSD au voisinage du joint.
- La troisième méthode utilise le modèle de Taylor (relâché) pour calculer les densités de dislocation dans les grains obtenues après 3.5 ou 5% de déformation plastique.

IV.1.4 Calcul des forces motrices

La force motrice due à la courbure se calcule à partir de l'énergie du joint à l'aide de la relation suivante :

$$E_c = \frac{2\gamma}{R} \quad \text{Eq. IV-1}$$

Où γ est l'énergie de joint de grains ($mJ.m^{-2}$) et R est le rayon de courbure (m). L'énergie d'interface des joints de grains associés à des grandes désorientations (HAGB, désorientation supérieure à 15°) est généralement classée en 3 groupes (cf. *Tableau IV-3*).

Tableau IV-3 : Énergie des joint de grains de fortes désorientations [Humphreys and Hatherly, 2004b] (Murr, 1975).

Énergie d'interface γ	Type de joint de grains
$\gamma_1 = 625 \text{ mJ.m}^{-2}$	Joint général (de type HAGB)
$\gamma_2 = 24 \text{ mJ.m}^{-2}$	Joint de macle cohérent
$\gamma_3 = 498 \text{ mJ.m}^{-2}$	Joint de macle incohérent

Pour des joints de grains associés à des désorientations plus faibles ($\theta < \theta_m = 15^\circ$), on utilise généralement le modèle de Read et Schockley (Chapitre I) et l'énergie d'interface s'écrit alors

$$\frac{\gamma(\theta)}{\gamma_m} = \frac{\theta}{\theta_m} \left[1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta_m}\right) \right] \quad \text{Eq. IV-2}$$

Avec γ_m la valeur associée aux joints de grains généraux de fortes désorientations. La force motrice $E_{\Delta\rho}$ due à la différence d'énergie stockée se calcule en fonction de la différence de densité de dislocation de part et d'autre du joint de grains à l'aide de la relation suivante [Gottstein and Shvindlerman, 2010] :

$$E_{\Delta\rho} = \alpha\mu b^2\Delta\rho \quad \text{Eq. IV-3}$$

$E_{\Delta\rho}$ est exprimée en (J/m^3), $\alpha = 0.5$ est une constante dont la valeur exacte est difficile à préciser, $\mu = 42 \text{ GPa}$ est le module de cisaillement, $b = 2.56 \times 10^{-10} \text{ m}$ est le module du vecteur de Burger et $\Delta\rho$ est la différence de densité de dislocation de part et d'autre du joint exprimée en m^{-2} .

IV.1.5 Mesure de la courbure des joints

Nous avons utilisé le logiciel AUTOCAD afin de mesurer le rayon de courbure du joint de grains et les angles caractérisant les points triples sur les petites cartographies EBSD avant et après recuit. Nous avons vérifié sur quelques exemples que les valeurs des angles ainsi mesurées étaient identiques aux valeurs extraites des grandes cartographies EBSD exploitées plus bas. Les contours de grains sont extraits de la cartographie EBSD à l'aide du logiciel OIM. Un exemple de mesure est donnée *Figure IV-31*. La taille des trois cartographies est de $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$.

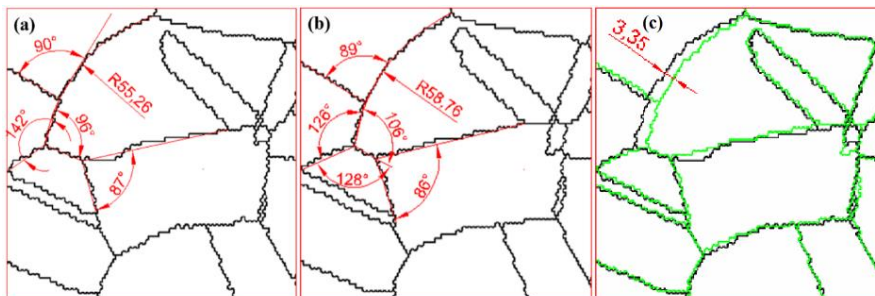


Figure IV-31 : Contours de grains extraits des mesures EBSD, (a) état déformé, (b) après recuit in-situ (c) la superposition de (b) sur (a).

IV.1.6 Analyse de la migration à partir des forces motrices

IV.1.6.1 Mesures de la densité de dislocations par la méthode du KAM

Le facteur KAM (Kernel Average Misorientation) est un paramètre intégré dans le logiciel OIM qui nous permet d'étudier la distribution de la désorientation locale dans la cartographie EBSD [Brewer et al., 2009]. Le paramètre KAM peut se calculer selon deux options : i) avec l'option « perimeter only », la désorientation moyenne se calcule entre un pixel choisi et les pixels situés à une distance donnée *Figure IV-32(a)*. ii) avec l'option « all points in kernel » la désorientation moyenne se calcule entre un pixel choisi et tous les autres pixels restés à l'intérieur d'un voisinage donné, *Figure IV-32(b)*.

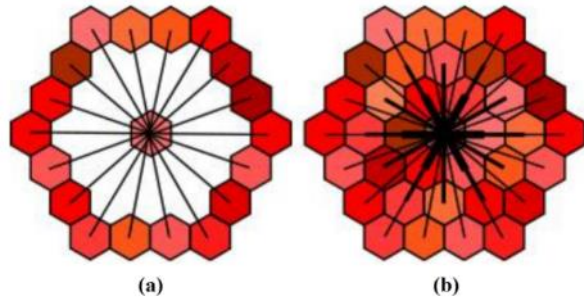


Figure IV-32 : Deux options pour calculer le KAM, (a) « perimeter only » et (b) « all points in kernel ».

Le voisinage est défini par une connexité hexagonale comme le montre la *Figure IV-33(a)*. La distance au pixel central est lié au nombre de couches hexagonales qui l'entourent. Les désorientations supérieures à 5° sont exclues du calcul du KAM, *Figure IV-33(b)*.

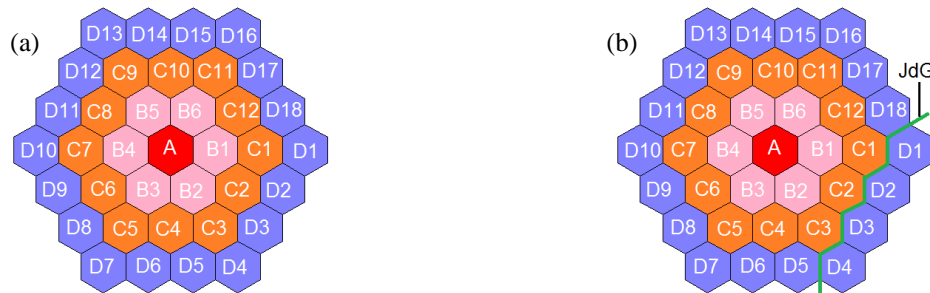


Figure IV-33 : (a) Schéma représentant les différentes couches de voisins utilisés pour calculer le KAM. (b) la désorientation maximale utilisée pour le calcul du KAM est fixée à 5°. L'interface avec une désorientation supérieure à 5° est déterminée par une ligne verte. Les pixels D1, D2, D3 et D4 de la troisième couche ne sont pas pris en compte dans le calcul du KAM.

Kubin propose d'évaluer, la densité de dislocation géométriquement nécessaire ρ_{GND} à partir de la désorientation locale θ évaluée sur une longueur Δx [Kubin and Mortensen, 2003; Moussa et al., 2015] à l'aide de la relation suivante qui ressemble à la relation de Read et Schockley pour les sous joints :

$$\rho_{GND} = \frac{k \cdot \langle \theta \rangle}{b \cdot \Delta x} \quad \text{Eq. IV-4}$$

ρ_{GND} est exprimée en ($1/m^2$), k est un facteur qui dépend du type de dislocation ($k = 2$ pour le joint de flexion et $k = 4$ pour le joint de torsion [Moussa et al., 2015]). $\Delta x = n \cdot x$ où n est le nombre de couches et x le pas de scan, $\langle \theta \rangle$ est la désorientation moyenne (KAM). Nous avons choisi le nombre de couches $n = 3$ et une valeur $k = 3$. La désorientation maximale est égale à 5°. Nous calculerons ρ_{GND} au voisinage des joints de grains mobiles. Les densités de dislocations ρ_{GND} obtenues après 3.5% et 5% de déformation sont données respectivement sur

la Figure IV-34(a) et Figure IV-34(b). La valeur de densité de dislocation est située dans l'intervalle de $[1.10^{13}, 4.10^{13}m^{-2}]$ pour 3.5% et $[2.10^{13}, 16.10^{13}m^{-2}]$ pour 5%.

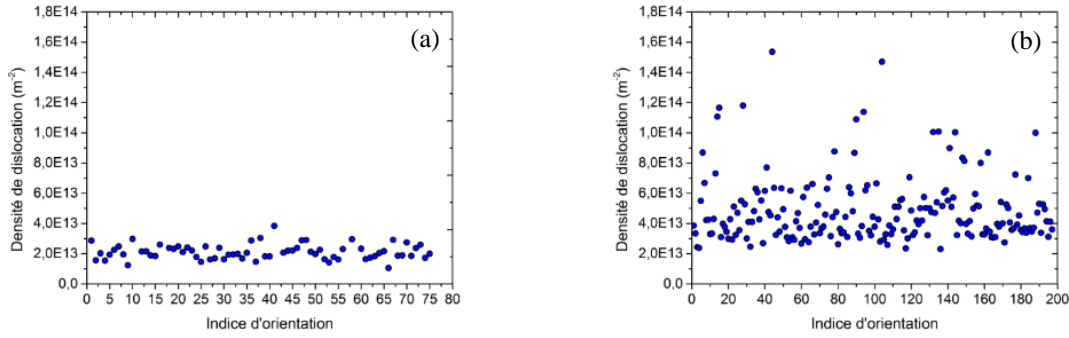


Figure IV-34 : Densité de dislocation estimée à partir du facteur KAM pour 75 orientations extraites de l'analyse EBSD après 3.5% de déformation (a) et pour 197 orientations extraites de l'analyse EBSD après 5% de déformation (b).

IV.1.6.2 Calcul de la densité de dislocation à l'aide du modèle de Taylor

Nous utilisons le modèle de Taylor dans un mode « Taylor relâché », mieux adapté aux petites déformations. Les conditions imposées à chaque grain sont :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^g = \begin{pmatrix} \dot{\varepsilon}_{11} & ? & ? \\ ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\sigma}^g = \begin{pmatrix} ? & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{Eq. IV-5}$$

Ce qui veut dire que l'on impose à la fois un tenseur des contraintes uniaxiaux à chaque grain et une vitesse de déformation selon l'axe de traction égale à la vitesse de déformation macroscopique. Les autres composantes du tenseur des vitesses de déformation varient d'un grain à l'autre en fonction de leur orientation. Les orientations des grains sont les données d'entrée du modèle. En supposant que le glissement se produit sur des systèmes spécifiques (en l'occurrence, les 12 systèmes $\{111\}\langle 110 \rangle$ des matériaux CFC), caractérisés par un indice s et deux vecteurs \vec{n}^s et \vec{b}^s définissant la normale au plan de glissement et la direction de glissement, nous adoptons une formulation viscoplastique pour la loi de comportement du monocristal qui relie les deux tenseurs $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^g$ et \boldsymbol{S}^g comme suit :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^g = \sum_s \dot{\gamma}^s R_{ij}^s = \sum_s \dot{\gamma}_0^s \left(\frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right)^{1/m} R_{ij}^s = \sum_s \dot{\gamma}_0^s \left(\frac{S_{kl}^g R_{kl}^s}{\tau_c^s} \right)^{1/m} R_{ij}^s \quad \text{Eq. IV-6}$$

L'exposant m représente la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation et l'on prend ici $1/m = 31$ pour simuler la déformation à froid. Le paramètre $\dot{\gamma}_0^s$ est une vitesse de référence et τ_c^s la cission critique du système s , qui évolue avec la déformation lorsque l'on considère une loi d'écrouissage. Les composantes du tenseur d'orientation R^s s'écrivent :

$$R_{ij}^s = \frac{1}{2} (n_i^s b_j^s + b_i^s n_j^s) \quad \text{Eq. IV-7}$$

La loi d'écrouissage, qui permet de calculer l'évolution des cissions critiques pour tous les systèmes, s'exprime en fonction de la densité de dislocations selon la formule largement acceptée [Franciosi et al., 1980] :

$$\tau_c^s = \mu b \sqrt{\sum_l a^{sl} \rho^l} \quad \text{Eq. IV-8}$$

Pour l'évolution des densités de dislocations, nous adoptons en premier lieu la formulation suivante [Tabourot et al., 1997] :

$$\frac{d\rho^s}{dt} = \frac{1}{b} \cdot \left\{ \frac{\sqrt{\sum a^{sl} \rho^l}}{K} - 2\gamma_c \rho^s \right\} \cdot |\dot{\gamma}^s| \quad \text{Eq. IV-9}$$

Le premier terme décrit le stockage de dislocations et le second la restauration. ρ^s et $\dot{\gamma}^s$ sont respectivement la densité de dislocation et la vitesse de glissement sur le système s . De même ρ^l désigne la densité de dislocation du système l [Franciosi, 1985; Kubin et al., 2008]. Les coefficients a^{sl} sont les coefficients d'interactions entre les dislocations des systèmes s et l , et γ_c représente le coefficient de restauration, K est un paramètre directement relié au libre parcours moyen des dislocations [Kubin et al., 2008; Tabourot et al., 1997].

Les paramètres $a^{sl}, \gamma_c, K, \tau_0^s$ et ρ_0^s sont identifiés à partir des courbes macroscopiques présentées plus haut, en ne considérant que la partie plastique de ces courbes. La confrontation obtenue après ajustement est représentée dans la *Figure IV-35*. Les paramètres de la loi d'érouissage utilisée dans ce modèle sont regroupés dans le *Tableau IV-4*.

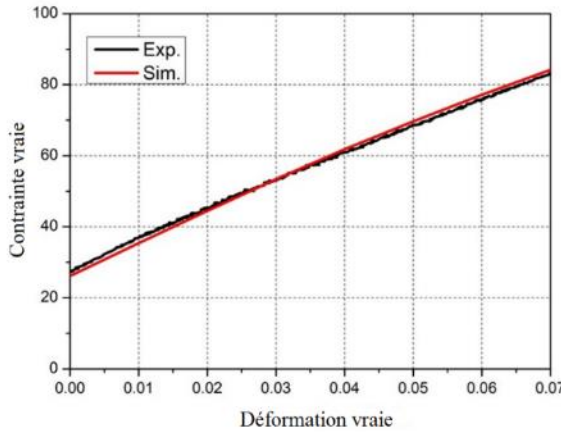


Figure IV-35 : Comparaison des courbes expérimentale et simulée pour le Cuivre I après recuit à 700°C pendant 3 heures.

Nous avons également utilisé une forme modifiée pour l'évolution de la densité de dislocation, en proposant de nouveaux coefficients permettant de reproduire la restauration anisotrope observée dans certaines orientations dans le cuivre [Bacroix et al., 2018a] ;

$$\frac{d\rho^s}{dt} = \frac{1}{b} \cdot \left\{ \frac{\sqrt{\sum a^{sl} \rho^l}}{K} - 2 \left(\frac{\sum b^{sl} \rho^l}{\rho^s} \right) \rho^s \right\} \cdot |\dot{\gamma}^s| \quad \text{Eq. IV-10}$$

Avec cette formulation, les interactions entre dislocations mobiles sur un système s et les dislocations immobiles précédemment stockées sur les autres systèmes contribuent classiquement à l'érouissage du système s mais également à l'adoucissement de ce même système par l'intermédiaire des coefficients d'interaction b^{sl} , au travers de ce que l'on appelle un mécanisme d'annihilation indirecte. Nous n'avons considéré ici que deux termes non nuls, caractérisant l'influence des dislocations mobiles et immobiles sur un même système (le terme b^{ss}) et les interactions entre systèmes orthogonaux, importantes notamment dans l'orientation

Cube [Bacroix et al., 2018a]. Les paramètres identifiés pour cette loi sont également présentés dans le tableau ci-dessous. Nous avons conservé la même valeur des paramètres ρ_0 et K .

Tableau IV-4 : Description des paramètres de la loi d'écroissage de monocristal.

			Écroissage anisotrope	Restauration isotrope	Restauration anisotrope		
Paramètre	μ (GPa)	b (m)	a^{sl}	γ_c	b^{sl}	ρ_0 (m ⁻²)	K
Valeur	42	$2.56 \cdot 10^{-10}$	$a_{coli} = 0.625^{(*)}$, $a_{copl} = 0.122$ $a_{ortho} = 0.007$, $a_{other} = 0.122$	1.25	$b^{self} = 1.5$ $b^{ortho} = 1.0$	$8 \cdot 10^{11}$	8
Origine	Littérature [Tabourot et al., 1997]		DDD [Kubin et al., 2008]	Ajustement sur la courbe macroscopique			

(*) coli = collinear, copl = coplanar, ortho = orthogonal

Les valeurs de densités de dislocation sont situées dans l'intervalle $[6 \cdot 10^{13}, 1 \cdot 10^{14} m^{-2}]$ après 3.5% de déformation. On note peu de différences entre les deux calculs, mais les quelques cas différents vont quand même affecter l'évaluation des différences d'énergie stockée.

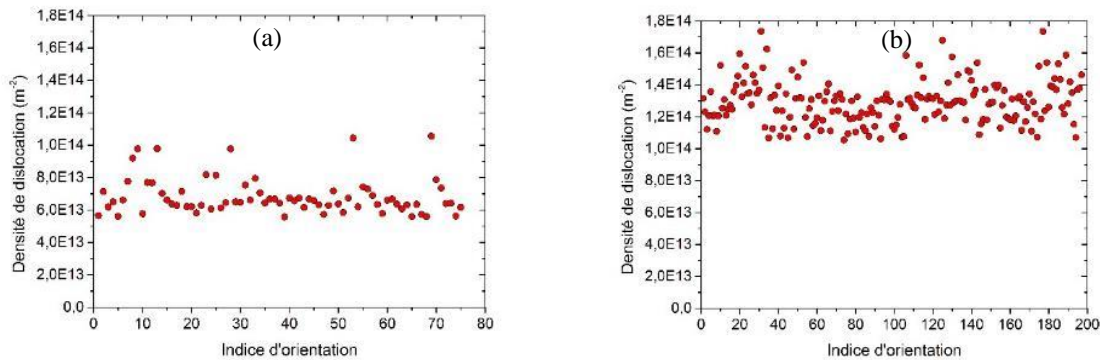


Figure IV-36 : Densité de dislocation obtenue par simulation pour 75 orientations extraites de l'analyse EBSD après 3.5% de déformation (a) et pour 197 orientations extraites de l'analyse EBSD après 5% de déformation (b). Restauration isotrope.

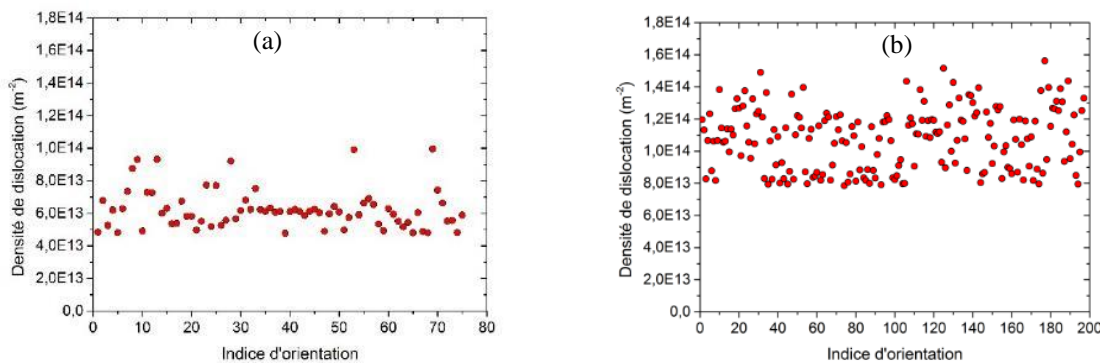


Figure IV-37 : Densité de dislocation obtenue par simulation pour 75 orientations extraites de l'analyse EBSD après 3.5% de déformation (a) et pour 197 orientations extraites de l'analyse EBSD après 5% de déformation (b). Restauration anisotrope.

IV.1.6.3 Comparaison des densités de dislocations et de différences d'énergie stockée obtenues par la méthode KAM et la modélisation.

La Figure IV-38(a) permet de comparer les densités de dislocations calculées par la méthode du KAM et par le modèle de Taylor (avec restauration isotrope) pour 3.5% de déformation plastique. On peut constater que le modèle de Taylor donne une densité de dislocations deux

fois plus grande que le KAM. Cette différence peut s'expliquer par la nature des dislocations évaluées par ces deux méthodes. Le KAM évalue la densité des seules dislocations géométriquement nécessaires, c'est-à-dire une sous-population de l'ensemble des dislocations qui forme une structure polarisée. La densité de dislocations évaluée par le modèle de Taylor est la densité totale, qui contient également la densité de dislocations statistiquement distribuées à l'intérieur des cellules de dislocations. Ce deuxième type de dislocation est tout aussi important aux faibles déformations, alors que la microstructure de dislocation est encore en pleine évolution. La *Figure IV-38(b)*, regroupe toutes les valeurs calculées de différences d'énergie stockée à 3.5% de déformation, à l'aide de la méthode KAM et de la simulation.

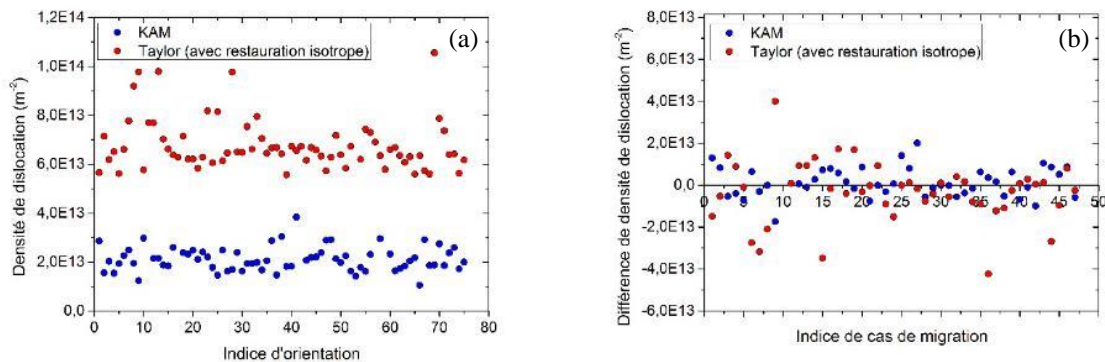


Figure IV-38 : (a) Comparaison des densités de dislocations estimées par la méthode KAM et par la simulation Taylor (avec restauration isotrope) dans le cas de 3.5% de déformation. (b) Comparaison de la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains estimée par la méthode KAM et par la simulation pour les 47 cas de migration identifiés dans le cas de 3.5% de déformation.

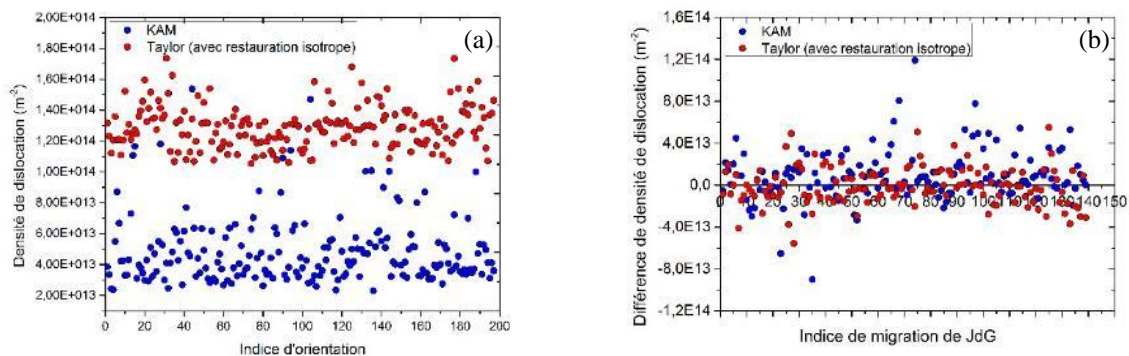


Figure IV-39 : (a) Comparaison des densités de dislocations estimées par la méthode KAM et par la simulation Taylor (avec restauration isotrope) dans le cas de 5% de déformation. (b) Comparaison de la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains estimée par la méthode KAM et par la simulation pour les 139 cas de migration identifiés dans le cas de 5% de déformation.

La comparaison de ces deux méthodes pour l'hypothèse de restauration anisotrope donne des résultats qualitativement semblables ; l'analyse statistique plus détaillée présentée plus bas permettra de mieux identifier les différences potentielles entre les deux calculs.

IV.1.7 Diagramme de migration des joint de grains

Les deux forces motrices présentées plus haut agissent simultanément sur la migration des joints de grains ; le calcul de la somme de ces deux forces devrait permettre de voir si l'estimation de ces forces est correcte et si la migration a bien lieu dans le sens de la force globale. Nous avons

vu cependant que l'estimation de ces deux forces repose sur l'utilisation de formules et/ou d'approches relativement simples, avec des paramètres fixés parfois arbitrairement. Il n'est donc pas sûr que l'on puisse les comparer et les ajouter directement sans analyse préalable. Pour ce faire, nous choisissons donc de les représenter dans un diagramme de migration [Béucia, 2016; Beucia et al., 2019], avec l'énergie de courbure E_c en abscisse et la différence d'énergie stockée $E_{\Delta\rho}$ en ordonnée. Nous avons tracé ce diagramme pour les deux échantillons étudiés (déformés de 3.5 et 5% respectivement) et pour les 3 calculs différents de l'énergie stockée (KAM, Taylor avec restauration isotrope et Taylor avec restauration anisotrope). Les résultats de ces calculs sont présentés sur les *Figure IV-40*, *Figure IV-41*, *Figure IV-42* (47 cas de migration pour 3.5%) et *Figure IV-43*, *Figure IV-44* et *Figure IV-45* (139 cas de migration pour 5%). La taille des points est proportionnelle à la distance de migration. Ces diagrammes sont divisés en quatre quadrants.

- Dans le premier quadrant, $E_{\Delta\rho}$ et E_c sont tous les deux positifs. Cela signifie que la migration s'effectue du grain de plus faible énergie stockée vers le grain de plus forte énergie stockée et que la courbure diminue lors de la migration. Les deux forces agissent dans le même sens, et dans le sens attendu.
- Dans le deuxième quadrant, $E_{\Delta\rho} > 0$ et $E_c < 0$, ce qui correspond à une situation où la migration s'effectue du grain de plus faible énergie stockée vers le grain de plus forte énergie stockée, mais où la courbure augmente. La différence d'énergie stockée prédomine dans ce cas.
- Dans le troisième quadrant, $E_{\Delta\rho}$ et E_c sont tous les deux négatifs. Dans ce cas la migration s'effectue du grain de plus forte énergie stockée vers le grain de plus faible énergie stockée et la courbure augmente. Si le bilan des forces motrices et nos estimations étaient parfaitement réalistes, aucun point ne se trouverait dans cette zone.
- Dans le quatrième quadrant, $E_{\Delta\rho} < 0$ et $E_c > 0$. La migration s'effectue du grain de plus faible énergie stockée vers le grain de plus forte énergie stockée et la courbure diminue. C'est l'énergie de courbure qui prédomine donc dans ce cas.

Nous pouvons tracer une droite de pente -1 qui passe par l'origine et qui délimite le domaine dans lequel la somme des deux forces est positive (la migration se fait dans le sens des forces) du domaine dans lequel la somme des deux forces est négative (la migration se fait dans le sens opposé aux forces estimées).

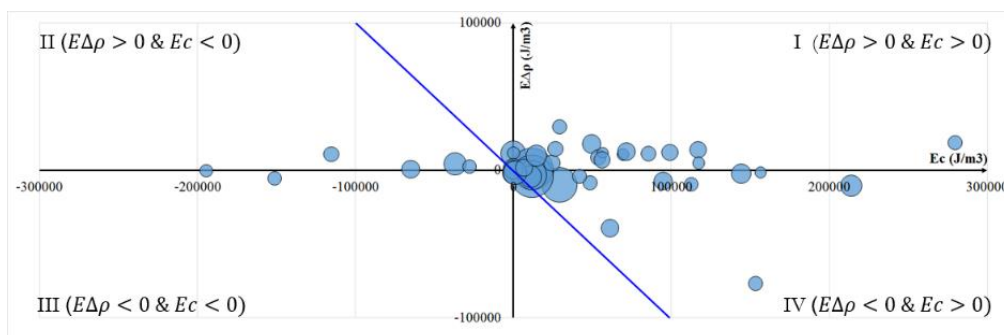


Figure IV-40 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (2^{ème} étude, 3.5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la méthode KAM.

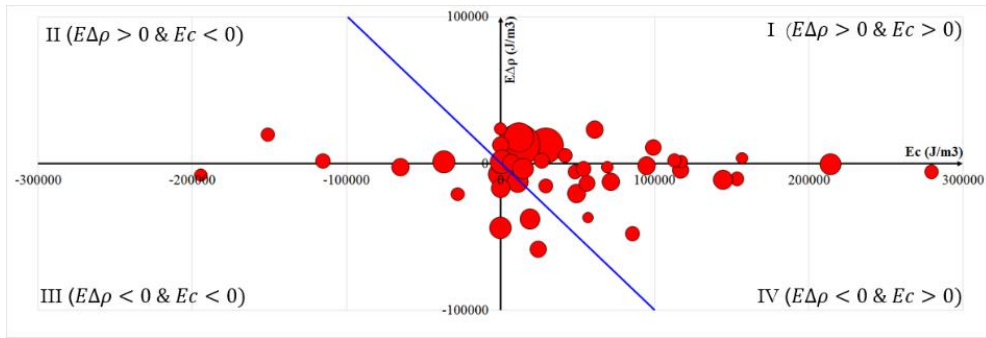


Figure IV-41 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (2^{ème} étude, 3.5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la simulation à l'aide du modèle de Taylor relâché avec restauration isotrope.

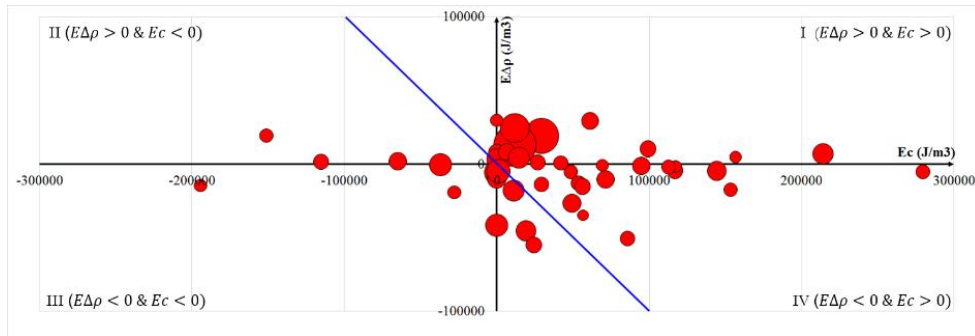


Figure IV-42 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (2^{ème} étude, 3.5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la simulation à l'aide du modèle de Taylor relâché avec restauration anisotrope.

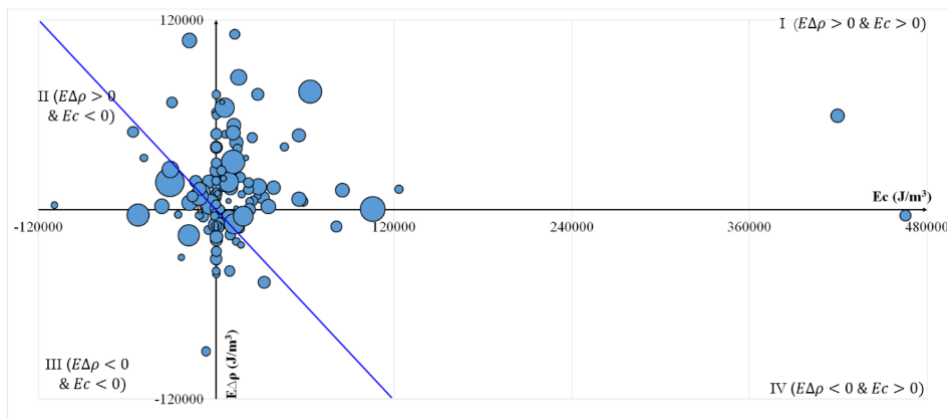


Figure IV-43 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (3^{ème} étude, 5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la méthode KAM.

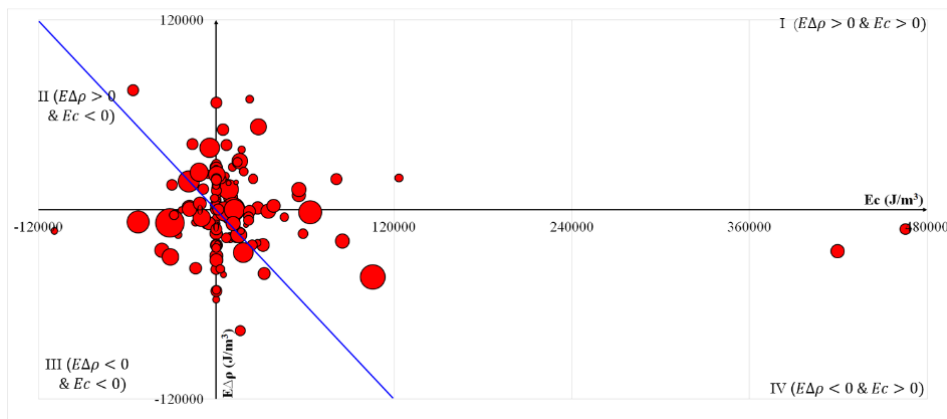


Figure IV-44 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (3^{ème} étude, 5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la simulation à l'aide du modèle de Taylor relâché avec restauration isotrope.

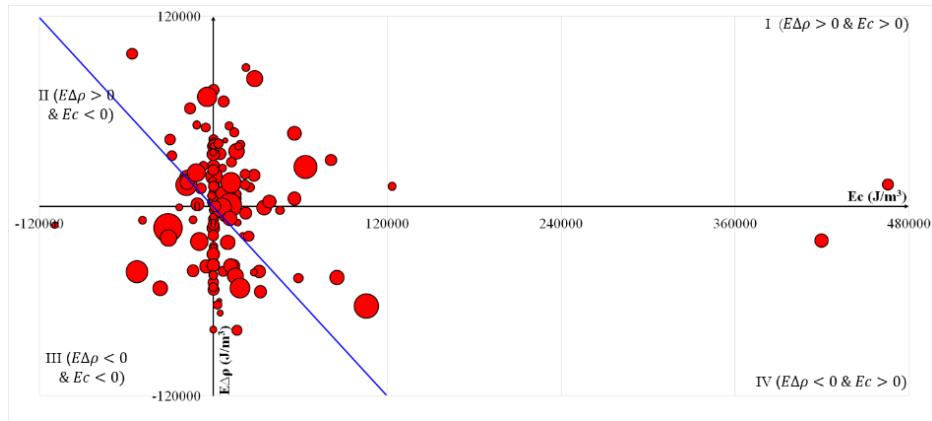


Figure IV-45 : Diagramme de migration de joint de grains du cuivre I (3^{ème} étude, 5% de déformation). La différence d'énergie stockée est obtenue par la simulation à l'aide du modèle de Taylor relâché avec restauration anisotrope.

On remarque tout d'abord que la force liée à la courbure l'emporte après 3.5% de déformation, alors que les deux forces sont du même ordre de grandeur après 5% de déformation. Nous pouvons ensuite compter le nombre de cas de migration dans chaque quadrant. Les résultats sont présentés dans le *Tableau IV-5*.

Tableau IV-5 : Nombres de cas de migration dans chaque quadrant du diagramme de migration, pour les deux états étudiés et les trois méthodes de calcul.

	Méthode de calcul pour $E_{\Delta\rho}$	Quadrant 1	Quadrant 2	Quadrant 3	Quadrant 4
		$E_{\Delta\rho} > 0 \ \& \ E_c > 0$	$E_{\Delta\rho} > 0 \ \& \ E_c < 0$	$E_{\Delta\rho} < 0 \ \& \ E_c < 0$	$E_{\Delta\rho} < 0 \ \& \ E_c > 0$
3.5%	KAM	15	7	3	13
	Taylor – Restauration isotrope	13	3	3	19
	Taylor – Restauration anisotrope	12	3	3	20
5%	KAM	49	20	11	19
	Taylor – Restauration isotrope	28	14	18	39
	Taylor – Restauration anisotrope	38	16	15	30

L'examen des figures et de ce tableau amène les remarques suivantes :

- (i) Le nombre de cas associés à deux forces motrices négatives n'est pas négligeable, mais reste minoritaire (6.4% des cas après 3.5% de déformation et 13% après 5% de déformation).
- (ii) La force motrice liée à la courbure semble jouer un rôle majeur après 3.5% de déformation, (plus de points dans le quadrant 4), alors que les deux forces semblent jouer un rôle plus équilibré après 5 % de déformation (nombres de points comparables dans les quadrants 2 et 4).
- (iii) La prise en compte d'une restauration anisotrope améliore les résultats de façon très limitée ; ceci peut s'expliquer par le fait que cette restauration anisotrope est principalement active dans l'orientation cube, peu présente dans les zones proches des joints mobiles (cf. figures de pôles *Figure IV-22* et *Figure IV-29*).
- (iv) Le nombre de cas de migration dans le quadrant interdit est beaucoup plus élevé que dans le cas de l'aluminium pur à gros grains [Beucia et al., 2019].
- (v) La distance de migration n'apparaît pas corrélée à la force motrice globale.

Concernant des deux derniers points, on peut tracer à nouveau la différence d'énergie stockée, mais en fonction de la désorientation intergranulaire cette fois-ci. Pour ce faire, nous avons retenu le calcul réalisé avec le modèle de Taylor (avec restauration isotrope), et les résultats

sont présentés sur la *Figure IV-46*. On peut voir des maxima (en valeur absolue) sur ces courbes, quasiment identiques en position à ceux observés sur les figures représentant le déplacement en fonction de la désorientation (cf. *Figure IV-23* et *Figure IV-30*) ; cette force motrice semble donc avoir un impact important sur le déplacement, même si l'on n'explique pas le fait qu'un fort déplacement puisse être lié à une force motrice liée aux dislocations importante mais dans le mauvais sens.

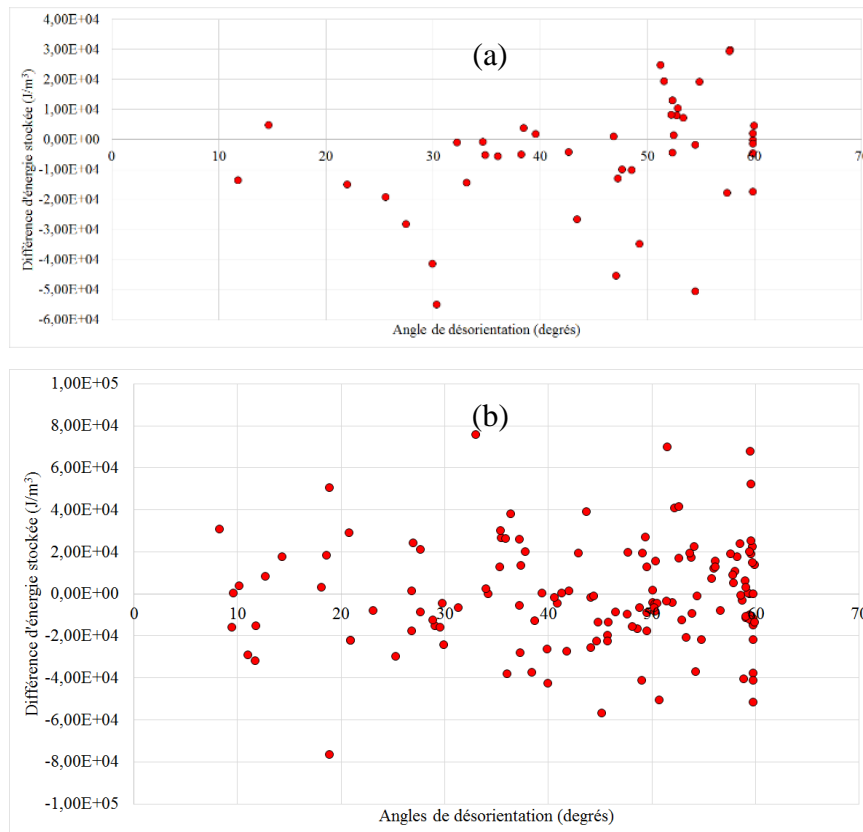


Figure IV-46 : Calcul de la différence d'énergie stockée en fonction de la désorientation pour tous les cas de migration étudiés (a) après 3.5% de déformation et (b) après 5% de déformation.

Nous pouvons également quantifier le nombre de cas pour lesquels la somme des deux forces est négative ; les résultats sont présentés dans le *Tableau IV-6*. On y voit que, selon la méthode de calcul utilisée, la proportion de cas « interdits » peut atteindre 42%, ce qui est très grand. Cela signifie que nos estimations des forces motrices sont peut-être trop simplifiées pour reproduire les observations. Une autre source d'erreur pourrait venir du fait que nous n'avons pas considéré toutes les composantes possibles dans l'estimation de la force motrice globale.

Tableau IV-6 : Nombres de cas de migration dans chacun des deux domaines du diagramme de migration, pour les deux états étudiés et les trois méthodes de calcul.

ε_p	Méthode de calcul pour $E_{\Delta\rho}$	Nombre de cas pour lesquels $E_{\Delta\rho} + E_c > 0$	Nombre de cas pour lesquels $E_{\Delta\rho} + E_c < 0$
3.5%	KAM	33 / 47	12 / 47
	Taylor – Restauration isotrope	31 / 47	14 / 47
	Taylor – Restauration anisotrope	31 / 47	14 / 47
5%	KAM	91 / 139	48 / 139
	Taylor – Restauration isotrope	82 / 139	57 / 139
	Taylor – Restauration anisotrope	81 / 139	58 / 139

IV.1.8 Analyse des Joints Triples

Le rôle (moteur ou ralentisseur) joué par les Joints Triples dans la mobilité des JdGs est une problématique à part entière que les multiples études menées sont encore loin d'avoir clarifié (voir par exemple [Gottstein et al., 2000] et [Gottstein et al., 2010]). On peut souligner que la mobilité d'un joint de grains dont les deux extrémités (JTs) sont immobiles sera de nature différente de celle de JdGs dont l'une ou les deux JTs sont mobiles également. Dans le premier cas, c'est la courbure du joint entre ses JTs qui va devoir évoluer tandis que près d'un JT mobile, un déplacement de JdG plus libre (par exemple parallèle à lui-même) peut avoir lieu. Soulignons aussi avant d'entrer dans l'analyse que les 3 JdGs qui se lient à un JT peuvent soit être de même type (3HAGB ou 3LAGB) ou bien associer une paire de même type avec un 3^{ème} JdG de type contraire, ce qui donne une première typologie à 4 familles de JTs. Enfin, il importe de garder à l'esprit qu'un JT qui « porte » un joint de macle (HAGB très spécial) parmi ses 3 JdGs est un JT très spécial de sa famille. Si l'on regarde de plus près les cas de migration présentés plus haut, on constate que les JdGs mobiles sont très souvent encadrés par des Joints Triples qui sont eux-mêmes mobiles, ce qui conduit à des déplacements très diversifiés et complexes de ces JdGs associant variations de courbures et translations. De surcroît, dans les cas d'évolution de courbure, si la force motrice liée à la courbure et l'énergie du joint varie continûment le long du joint, les estimations réalisées à partir d'évaluations locales des variations peuvent s'avérer très imprécises. Quand les 2 JTs du joint sont mobiles avec lui, une alternative est d'extraire des informations concernant la mobilité des joints triples des données EBSD, pour estimer leur possible rôle de force motrice sur la mobilité des joints qu'ils bornent où qu'ils lient.

Pour ce faire, nous réduisons notre analyse à celle des cartographies en 2D : dans ce cas, nous pouvons parler de points triples encadrant un joint de grains linéaire. Nous reprenons le diagramme présenté par K. Piekos dans sa thèse [Piekos, 2006], *Figure IV-47(a)*, qui représente schématiquement la somme des forces agissant sur un point triple ; cette somme peut s'écrire, pour un point triple d'indice i , comme :

$$\vec{f}_i = - \sum_j \gamma_{ij} \frac{\vec{r}_{ij}}{\|\vec{r}_{ij}\|} + \sum_j E_{\Delta\rho_{ij}} \vec{n}_{ij} \quad \text{Eq. IV-11}$$

Le premier terme reprend l'ensemble des forces associées aux énergies d'interface (qui dépendent simplement de l'angle de désorientation, *Eq. IV-2*) et le second terme, les forces liées aux différences d'énergie stockée. Les cartographies EBSD peuvent nous permettre de calculer le premier terme. Il est en effet possible d'extraire des cartographies EBSD l'ensemble des points triples présents dans une cartographie ; ces points triples sont caractérisés par leur position (x, y) dans la cartographie, mais également par les trois angles de désorientation associés aux 3 joints de grains, et par les 3 angles séparant les joints de grains 2 à 2 (α , β et δ sur la *Figure IV-47(b)*). Le logiciel permet également d'extraire le nombre de CSL associés à chaque point triple, et notamment les joints de macles $\Sigma 3$. Il est donc possible d'extraire de l'analyse EBSD, toutes les données permettant d'évaluer le premier terme, exprimé dans un repère lié au point triple considéré et d'en estimer la norme. Plus la norme sera élevée, plus le point triple sera hors équilibre, et donc soumis à une force qui va influencer sur le mouvement des joints de grains associés lors de recuits.

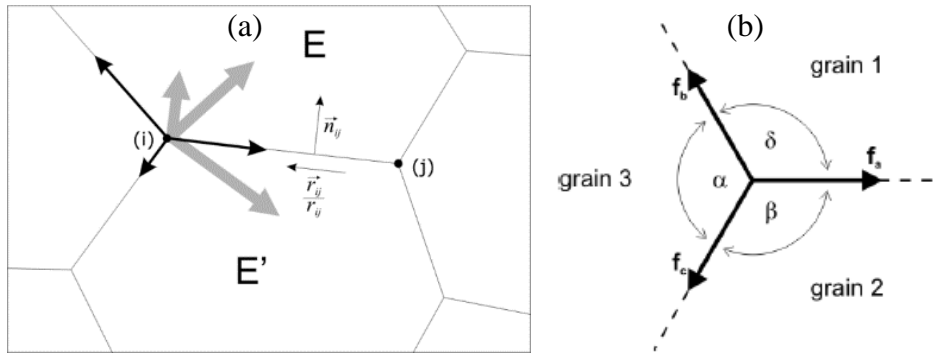


Figure IV-47 : (a) Bilan des forces agissant sur un point triple [Piekos, 2006] : en noir, les forces liées à la tension de ligne et l'énergie des joints de grains (force de surface) et en gris les forces liées aux variations d'énergie stockée (forces de volume) ; (b) définition des trois angles que l'on peut extraire des données EBSD.

Il est possible également de représenter la distribution des angles entre joints de grains à partir des fichiers de points triples ; ceci a été fait pour tous les états étudiés. Pour les états initiaux (Figure IV-48(a)), on peut noter tout d'abord une grande proportion d'angles au-delà de 150°, qui sont pour la plupart associés à la présence de macles butant sur un joint droit. Ces joints de grains sont hors équilibre (du point de vue angulaire) mais pourraient éventuellement migrer difficilement, car « épinglés » par les macles.

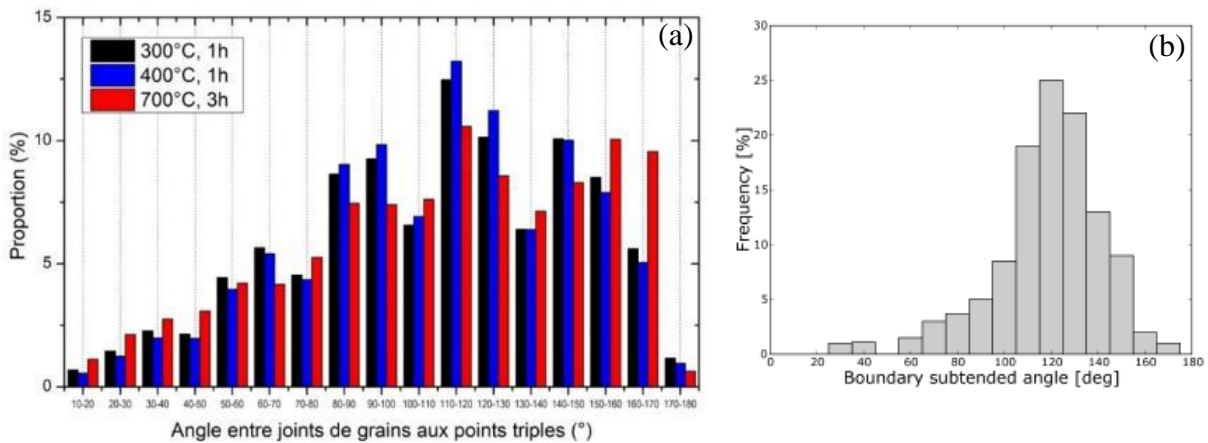


Figure IV-48 : (a) Distribution des angles entre joints de grains associés aux points triples pour les trois états initiaux étudiés et (b) Distribution des angles de désorientation associés aux joints de grains mesurée dans du laiton recristallisé [Humphreys and Hatherly, 2004b].

Cette distribution s'écarte de ce fait de celle que l'on peut mesurer sur des matériaux recristallisés, pour lesquels, le maximum est en général situé autour de 120° (valeur théorique d'équilibre si l'énergie d'interface dépend peu de la désorientation, cf. Figure IV-48(b)) obtenue pour du laiton recristallisé [Humphreys and Hatherly, 2004b]. Les distributions mesurées sur nos états initiaux diffèrent également de celles obtenues sur deux autres matériaux mesurées pour l'occasion, à savoir un échantillon d'aluminium totalement recristallisé et un échantillon de nickel partiellement recristallisé (mais contenant déjà une proportion significative de macles de recuit). Sur Figure IV-49, on peut noter que les distributions obtenues pour le cuivre et le nickel sont relativement proches, malgré le fait que la recristallisation ne soit pas complète dans le nickel (les deux distributions contiennent des points triples associés à des macles), alors que celle obtenue dans l'aluminium recristallisé contient de nombreux joints de grains hors équilibre du point de vue angulaire.

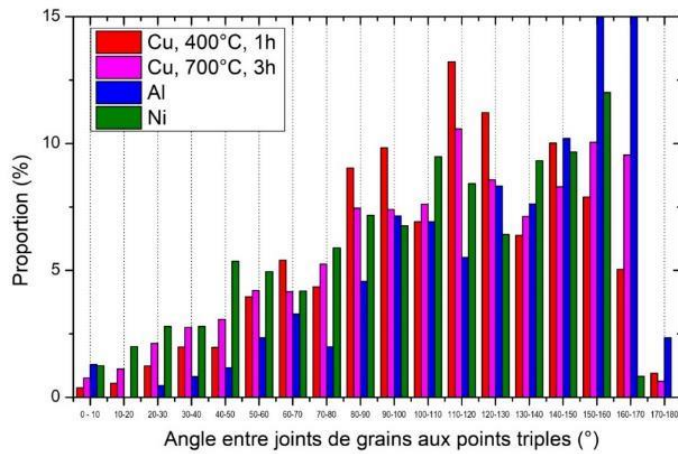


Figure IV-49 : Distribution des angles entre joints de grains associés aux points triples pour 2 de 3 états initiaux (le cas 300°C étant très proche du cas 400°C) pour le cuivre comparée à celle obtenue dans un échantillon d'aluminium recristallisé et un échantillon de nickel partiellement recristallisé.

Pour les états obtenus dans le cuivre après déformation et recuit in-situ, les distributions sont présentées sur la *Figure IV-50*.

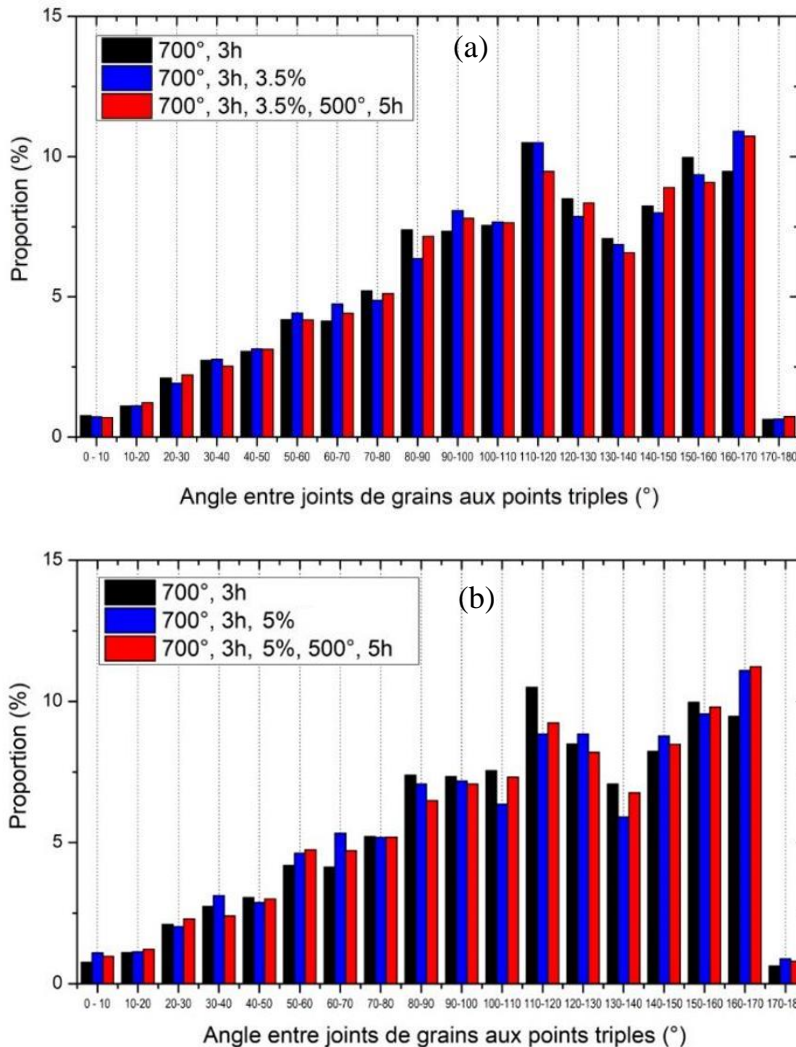


Figure IV-50 : Distribution des angles entre joints de grains associés aux points triples pour les états déformés (a) et recuits in-situ (b).

On peut voir sur ces figures que les profils évoluent peu ; on distingue une baisse du pic à 120° après 5% de déformation, qui ne remonte que très légèrement après recuit in-situ. Ces histogrammes confirment que les mécanismes de migration observés sont trop peu nombreux, ou trop locaux pour avoir une influence significative sur la microstructure globale.

On a tracé également les histogrammes de la norme de la force globale liée aux tensions de ligne agissant sur les points triples (*Figure IV-50, Figure IV-51 et Figure IV-52*). Cette norme est prise égale à $\|f\| = \sqrt{f_1^2 + f_2^2} / \gamma_{max}$, avec f_1 et f_2 les 2 composantes de la force évaluées dans un repère 2D lié au point triple étudié, et prend des valeurs entre 0 et 3.6 au maximum. On a évalué le degré de stabilité en considérant la proportion de joints pour lesquelles cette norme était inférieure au ¼ du maximum. Les résultats sont indiqués dans le *Tableau IV-7*, avec des statistiques concernant aussi les pourcentages de joints spéciaux, pour lesquels l'énergie associée est prise arbitrairement égale à $\gamma_{max}/10$. On note sur ce tableau que le pourcentage de JGs proches de l'équilibre est beaucoup plus élevé dans le cas de tous nos échantillons que dans le cas de deux échantillons d'aluminium et de nickel. On en conclue que la mobilité réduite des points triples mesurée ainsi dans le cuivre peut réduire les possibilités de migration des joints de grains.

Tableau IV-7 : Analyse statistique des pourcentages de points triples, CSL, $\Sigma 3$ et de la norme de la force d'équilibre à partir des cartographies EBSD.

	Nb points triples	% CSL	% $\Sigma 3$	$\ F\ _{max}$	% JG $\ F\ < \ F\ _{max}/4$
300°C, 1h	18 369	52.33	31.24	2.78	62.45
400°C, 1h	24 644	46.10	26.42	3.23	59.07
700°C, 3h	1 280	45.44	30.00	2.96	58.59
700°C, 3h, 3.5%	1 265	43.56	29.51	3.24	56.84
700°C, 3h, 3.5%, recuit	1 293	42.74	28.95	3.08	57.62
700°C, 3h, 5%	956	39.85	26.78	3.29	55.02
700°C, 3h, 5%, recuit	975	39.69	26.29	3.17	55.79
Aluminium recristallisé	345	40.0	0	3.17	15.06
Nickel partiellement recristallisé	901	47.17	29.15	3.21	43.59

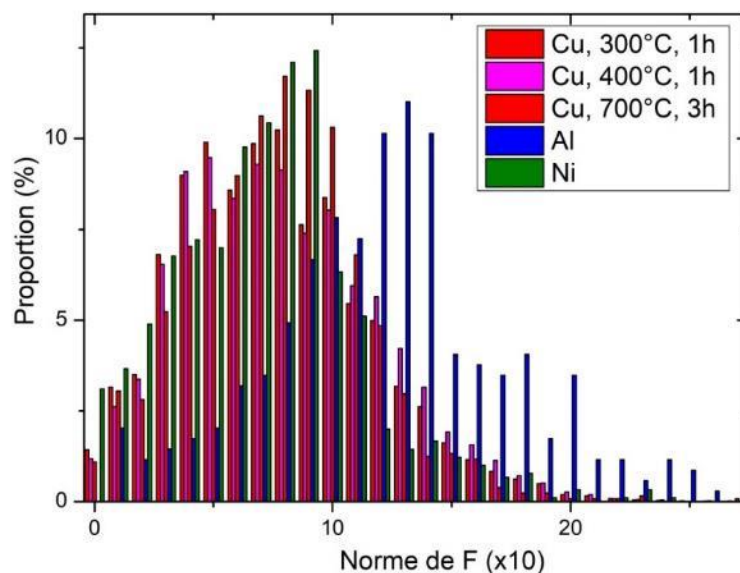


Figure IV-51 : Histogrammes de la norme de la force globale liée aux tensions de ligne agissant sur les points triples après les recuit à 300°C, 400°C et 700°C pendant 1 heure pour le Cuivre I ; comparaison avec les histogrammes obtenus pour l'aluminium recristallisé et le nickel partiellement recristallisé.

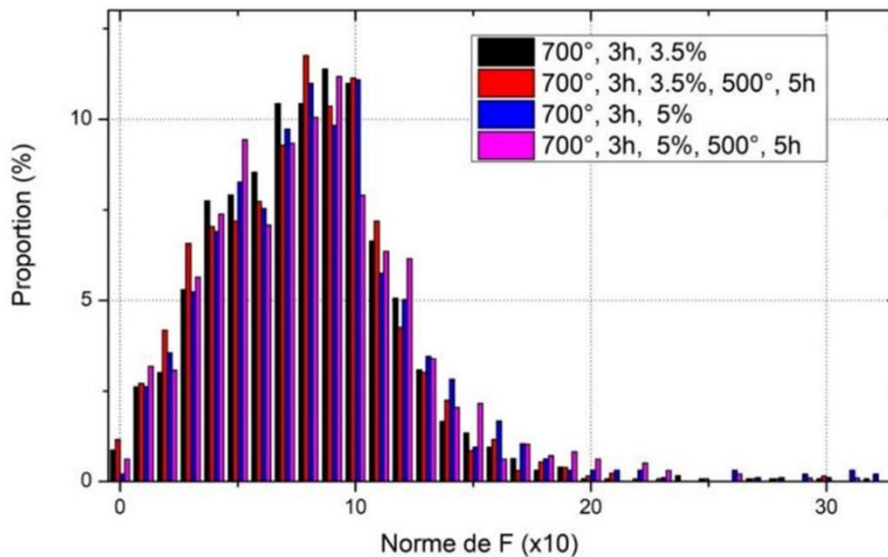


Figure IV-52 : Histogrammes de la norme de la force globale liée aux tensions de ligne agissant sur les points triples pour les états déformés et recuits in-situ pour la deuxième et la troisième étude de migration de cuivre I.

On peut donc conclure, que contrairement à l'aluminium, la prise en compte des forces motrices sur les points triples semble nécessaire pour bien évaluer les forces motrices sur les joints de grains mobiles. Cette remarque ne doit cependant pas faire oublier que nous n'avons pas pris en compte les forces liées à la densité de dislocations dans le calcul lié aux points triples d'une part, et que si l'on sait évaluer la force globale agissant sur les points triples, on ne sait pas estimer leur mobilité intrinsèque, en comparaison avec celle des joints de grains beaucoup plus documentée dans la littérature. Gottstein propose d'analyser les deux en considérant un paramètre sans dimension

$$\Lambda = \frac{m_{TJ}}{m_{GB}} \cdot a \quad \text{Eq. IV-12}$$

On remarque ainsi que les mobilités des joints triples et des joints de grains ne s'expriment pas dans la même unité. On doit considérer un paramètre de taille de grains, car la courbure intervient dans la vitesse de migration des joints de grains, mais pas dans celle des joints triples. Gottstein montre ensuite que quand ce paramètre tend vers 0, c'est la mobilité des joints triples qui prévaut (c'est le cas par exemple dans les matériaux à très faible taille de grains), alors que lorsqu'il tend vers ∞ , c'est la mobilité des joints de grains qui gouverne le système (c'est le cas dans l'aluminium à gros grains étudié par B. Beucia et al. 2019). Dans le cas du cuivre, il propose une valeur de ce paramètre égal à 1 pour les basses températures et 3 pour les températures élevées, ce qui entraîne que la mobilité des joints triples doit jouer un rôle dans notre étude. L'analyse complète de toutes les forces agissant sur tous les points triples présents dans nos échantillons ainsi que sur tous les joints de grains s'avère à ce stade impossible à faire dans ce cadre de cette thèse car l'extraction et l'analyse de toutes les données nécessaires des cartographies EBSD nécessite cependant des efforts supplémentaires de traitement qui seront entrepris dans la suite de ce travail. Nous pouvons cependant faire l'analyse de quelques cas issus des mesures faites après 3.5% de déformation (*Figure IV-20*), afin de voir si l'on peut ainsi confirmer l'influence des points triples sur la mobilité observée des joints de grains.

	<p>Le 1^{er} exemple concerne la migration d'un JG perpendiculaire à plusieurs joints de type $\Sigma 3$. Pour le JG, les forces motrices liées aux densités de dislocations sont faibles ou négatives, alors que celles liées à la courbure sont nulles ou très élevées. Le calcul des forces motrices aux PT prévoit que les PT liés aux macles (P_1 à P_3) sont également mobiles (dans le bon sens de déplacement), alors que le PT P_4, qui ne bouge pas est associé à une force très faible. On peut donc dire que les forces liées aux JG et aux PT agissent ici dans le même sens.</p>
	<p>Dans ce 2^{ème} cas, l'analyse prévoit que 2 des 3 PT liés aux $\Sigma 3$ (P_1 et P_3) sont immobiles ; l'analyse des forces nous permet de conclure que ces PTs sont entraînés à la fois par le JG et par le PT P_2 prévu mobile (dans le bon sens). Par contre, l'analyse montre que la force liée au PT P_4 agit dans le sens négatif le long du JG, que le PT P_5 est totalement immobile comme la portion de JG (LAGB) entre P_4 et P_5. On peut dire que dans ce cas, les PT P_4 et P_5 sont retenus par les 2 joints de type $\Sigma 3$ ainsi que par le joint de type LAGB entre les deux.</p>
	<p>Dans ce 3^{ème} exemple, le JG migre dans la mauvaise direction si l'on ne considère que la somme des deux forces liées à la différence de densité de dislocation (très faible) et à la courbure (négative). La force liée aux tensions de ligne agissant sur le point triple P_1 agit quant à elle dans le sens du déplacement. On peut donc dire dans ce cas que le JG semble être tiré par le PT.</p>

Figure IV-53 : Analyse complète de toutes les forces agissant sur tous les points triples.

Cette première analyse de quelques cas semble montrer qu'il est important dans le cas du cuivre traité ici de considérer les forces globales agissant sur les points triples afin de mieux quantifier la migration des interfaces. Le fait notamment que le matériau contient de nombreux joints spéciaux a manifestement un impact sur la mobilité des interfaces et des joints triples, même en ne considérant que les forces liées aux tensions de lignes. Par ailleurs, il apparaît des quelques observations AFM présentées plus tôt que la présence de macles semble également relaxer la déformation plastique avant l'étape de recuit, ce qui peut modifier également la contribution liées aux densités de dislocation.

IV.2 Étude de la migration des joints de grains pour le cuivre II

Le cuivre II est partiellement recristallisé. Au chapitre III, nous avons établi que la taille de grains diminuait lors des traitements thermiques en raison de la recristallisation primaire. Nous avons conclu que le cuivre II n'était pas un candidat indiqué pour l'étude de la migration des joints, sauf lors d'une étape de recristallisation secondaire qui devrait se faire à plus haute température que celles qui nous étaient accessible pour analyse in-situ. Compte tenu des difficultés rencontrées lors de l'étude de SIBM dans le cuivre I, nous avons utilisé un protocole expérimental différent pour l'étude de migration dans le cuivre II.

Comme pour le cuivre I, nous commençons par un recuit de restauration sur une éprouvette de traction polie au micromètre. L'éprouvette est déformée à 10% puis subit un recuit à 500°C pendant 3 heures et demie, *Figure IV-54*. Ceci constitue un prétraitement qui doit conduire à une recristallisation totale du cuivre II. L'éprouvette est polie électrolytiquement avant la déformation de 10% et le recuit noté R0 est réalisé sous MEB. Après le recuit R0, nous déformons l'éprouvette de 3% et nous la soumettons à deux recuits interrompus dans le MEB, le recuit R1 à 500°C pendant 1 heure, puis le recuit R2 à 500°C pendant 1 heure. À chaque étape de recuit et de traction, nous avons effectué un scan EBSD ou/et AFM.

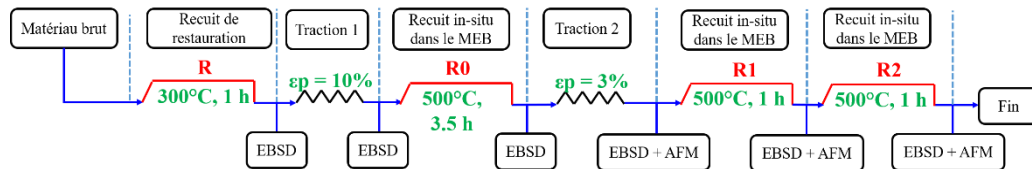


Figure IV-54 : Protocole expérimental pour l'étude de la migration des joints de grains dans le cuivre II.

Les courbes de traction qui correspondent respectivement aux étapes de déformation de 10% et de 3% sont données *Figure IV-55* et *Figure IV-56*. La limite élastique est d'environ 200 MPa dans le premier cas et 40MPa pour le deuxième. Le matériau n'est donc pas totalement recristallisé après le recuit de restauration R mais semble l'être après le recuit R0.

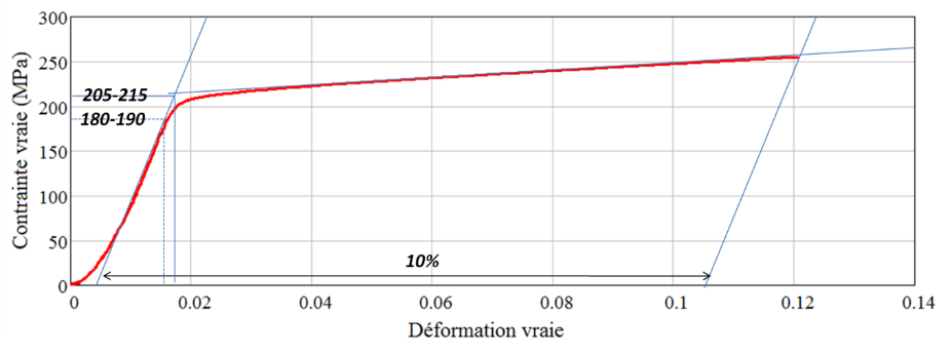


Figure IV-55 : Courbe contrainte vraie-déformation vraie du cuivre II après un recuit à 300°C pendant 1 heure (recuit R).

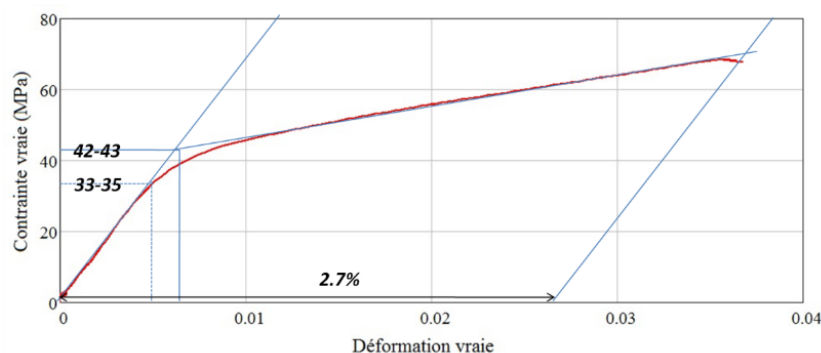


Figure IV-56 : Courbe contrainte vraie-déformation vraie du cuivre II après un recuit à 500°C pendant 3.5 heures (recuit R0).

La taille des grains diminue de 24 μm à 16 μm lors du recuit R0 et reste constante lors des recuits R1 et R2, *Tableau IV-8*. Lors du recuit R0, la microstructure et la texture sont modifiées par la recristallisation primaire. Nous n'observons ensuite que de la migration de joints pendant les recuits R1 et R2.

Tableau IV-8 : Évolution de la microstructure et de la texture du cuivre II pendant l'étude de migration des joints de grains : cartographie IPF, figure de pôles {111} et figure de pôle inverse [001].

Étape	Cartographie IPF	Figure de pôle {111}	Figure de pôle inverse [001]
<p>Recuit R 300°C, 1 h</p> <p>Restauration pas tout à fait complète</p>			
<p>Traction 1 10%</p> <p>La texture est pratiquement stable en traction</p>			
<p>Recuit R0 500°C, 3.5 h</p> <p>recristallisation primaire</p>			
<p>Traction 2 3%</p> <p>Peu d'évolution</p>			
<p>Recuit R1 500°C, 1 h</p> <p>Pas de recristallisation</p>			
<p>Recuit R2 500°C, 1 h</p> <p>Pas de recristallisation</p>			

Nous nous intéressons plus précisément à ce qui se passe au niveau des joints de grains après le recuit R0. Donc, il nous faut superposer les contours de grains des cartographies EBSD. Dans un premier temps, nous superposons les contours de grains de la cartographie obtenue après traction 2 sur la cartographie obtenue après le recuit R1. Puis nous superposons les contours de grains de l'état R1 sur la cartographie de l'état R2.

Exemple 1 :

Les *Figure IV-57(a), (b), (c) (d)* présentent des petites cartographies EBSD de taille de $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ obtenues respectivement pour l'état de recuit R0, l'état de traction 2, l'état de recuit R1 et l'état de recuit R2. Ensuite nous avons superposé les contours de grains de l'état de traction 2 (contour blanc) sur la cartographie EBSD après le recuit R1, *Figure IV-57 (e)*. Dans cette petite cartographie, on voit que le grain marqué g6 migre vers les grains g2 et g5, et que le grain g3 migre vers le grain g2. Puis nous avons superposé les contours de grains après le recuit R1 (contour blanc) sur la cartographie EBSD après le recuit R2, *Figure IV-57 (f)*. Entre les recuits R1 et R2, on voit seulement que le grain g8 migre vers le grain g1.

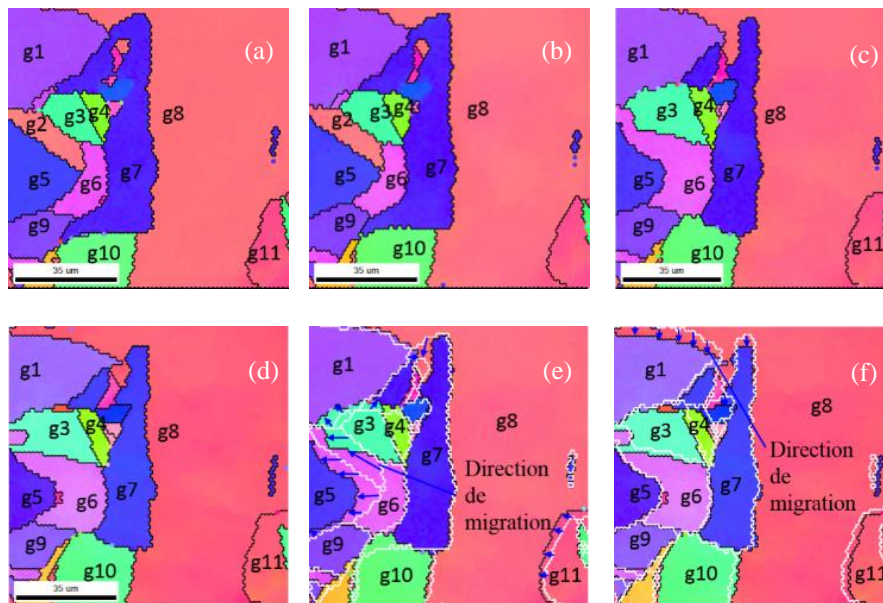


Figure IV-57 : Cartographie IPF du cuivre II sur la section, (a) recuit R0, (b) traction 2 (c) recuit R1, (d) recuit R2, (e) superposition des contours de grains après traction 2 sur la cartographie EBSD de l'état recuit R1 et (f) superposition des contours de grains après le recuit R1 sur la cartographie EBSD de l'état recuit R2.

Exemple 2 :

Les *Figure IV-58(a), (b), (c) (d)* présentent des petites cartographies EBSD de taille de $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ obtenues respectivement pour l'état recuit R0, l'état de traction 2, l'état de recuit R1 et l'état de recuit R2. Pour arriver à mieux comprendre la migration des JdGs, nous avons superposé les contours de grains après traction 2 (contour blanc) sur la cartographie après le recuit R1, *Figure IV-58(e)*. Entre l'état déformé et l'état recuit R1, on voit que les deux macles marqués g1 et g2 croissent vers le grain g3, et que le grain g4 migre vers le grain g3. Nous avons superposé les contours de grains après le recuit R1 (contour blanc) sur la cartographie après le recuit R2, *Figure IV-58(f)*. Entre les recuits R1 et R2, on voit seulement que le grain g8 migre vers le grain g1.

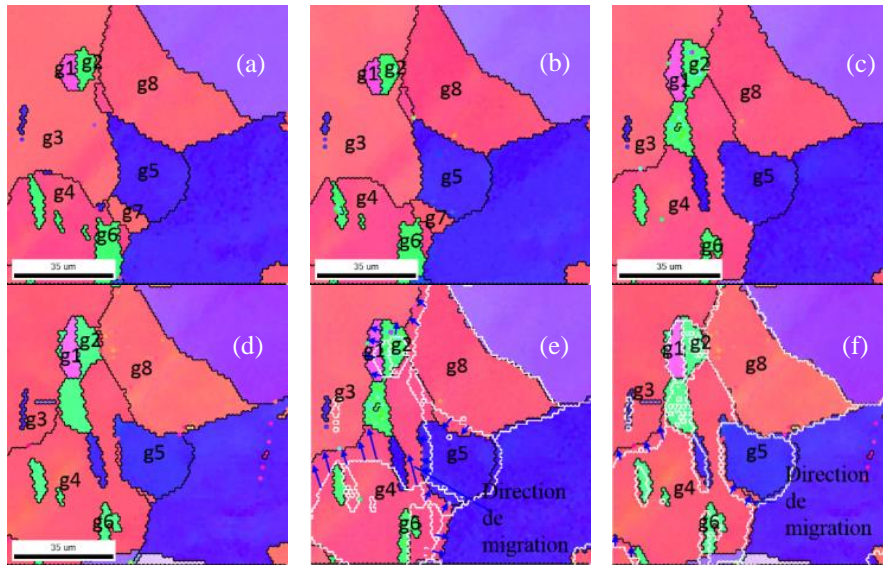


Figure IV-58 : Cartographie IPF de cuivre II sur la section, (a) recuit R0, (b) traction 2, (c) recuit R1, (d) recuit R2, (e) superposition des contours de grains après traction 2 sur la cartographie EBSD d'état de recuit R1 et (f) superposition des contours de grains après de recuit R1 sur la cartographie EBSD d'état de recuit R2.

La Figure IV-59 présente les 12 cartographies EBSD de taille de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ obtenant par la superposition des contours de grains après traction 2 (blancs) sur la cartographie après le recuit R1 (noirs). Dans cette étude, il y a 44 cartographies qui correspondent aux 163 joints de grains de migration (Les autres cartographies superposées de taille de de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ se présentent dans l'Annexe IV-2).

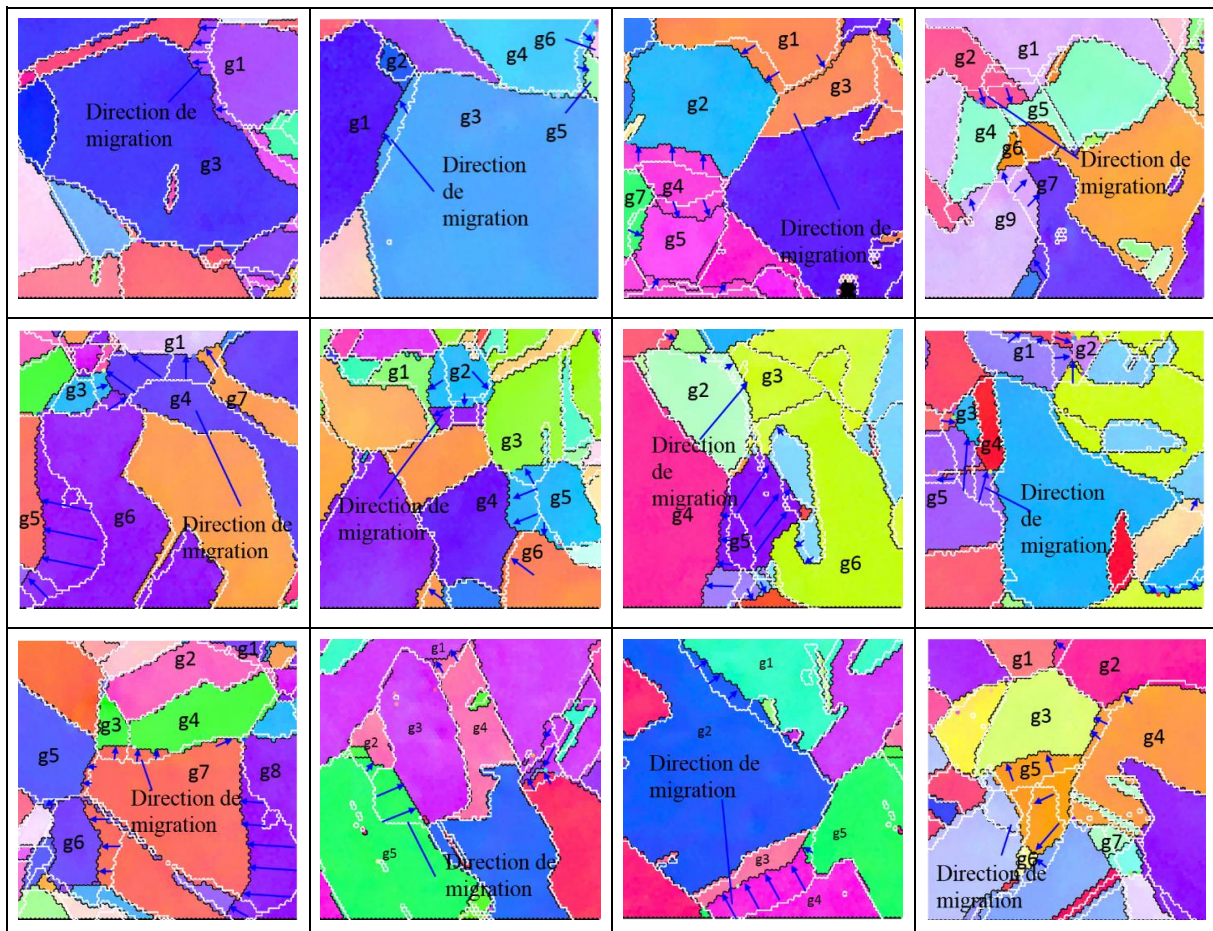


Figure IV-59 : Cartographies EBSD de taille $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ obtenues par la superposition des contours de grains de cartographie EBSD après la traction 2 (contour blanc) sur la cartographie EBSD d'état recuit R1 (contour noir).

La *Figure IV-60* représente l'évolution des proportions de joint de type $\Sigma 3^n$ qui évoluent pendant l'étape de déformation et le recuit. La fraction de joints $\Sigma 3$ diminue après 10% de déformation (Traction 1). Mais après le recuit R0, la proportion de ces joints passe de 20% à 57%. Il y a très peu d'augmentation des pourcentages des joints des joints $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$. On voit ici l'influence de la texture initiale sur la disparition des joints spéciaux lors de la traction, et leur ré-apparition par recristallisation primaire (R0). L'analyse de l'évolution de la fraction surfacique des composantes de fibre $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ de cuivre II sur la section à partir de données EBSD montre que il y a la diminution des deux composantes de textures entre l'état recuit R (de restauration, cf. *Figure IV-54*) et l'état recuit R0. Cette diminution des deux composantes est due à la recristallisation (germination et croissance). À partir du recuit R0, il n'y a pas de changement de la fraction de ces composantes, *Figure IV-61*. Ceci est normal, car le matériau n'est déformé que de 3% en traction, et les deux recuits R1 et R2 n'entraînent pas de recristallisation, mais seulement quelques phénomènes isolés de migration.

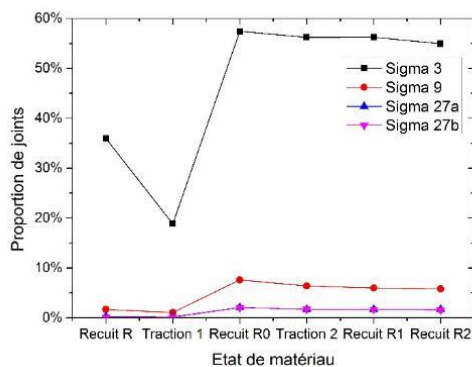


Figure IV-60 : Évolution de la proportion de joints de type $\Sigma 3^n$ dans le cuivre II sur la section.

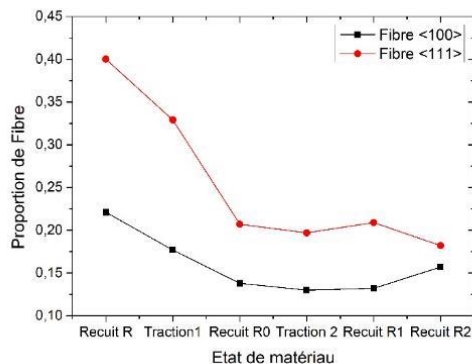


Figure IV-61 : Évolution des fractions surfaciques des fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans le cuivre II sur la section.

Le déplacement de joints de grains de chaque cas de migration est mesuré à l'aide du logiciel AutoCad et la désorientation avec OIM, afin de tracer un diagramme de déplacement de joints de grains en fonction d'angle de désorientation *Figure IV-62*. Sur ce diagramme, nous retrouvons quelques valeurs isolées de forts déplacements ; la majorité des cas de migration est observée pour des joints à fort angle de désorientation (HAGB).

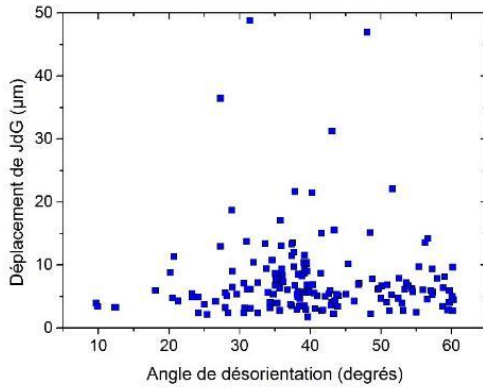


Figure IV-62 : Quantité de déplacement des joint de grains en fonction de l'angle de désorientation pour les 163 cas de migration de joints de grains après de recuit R1.

Parmi les 163 cas de migration examinés, on trouve qu'il y a 47 cas de migration où les désorientations de joint de grains sont des joints spéciaux (CSL), cf. *Figure IV-63*.

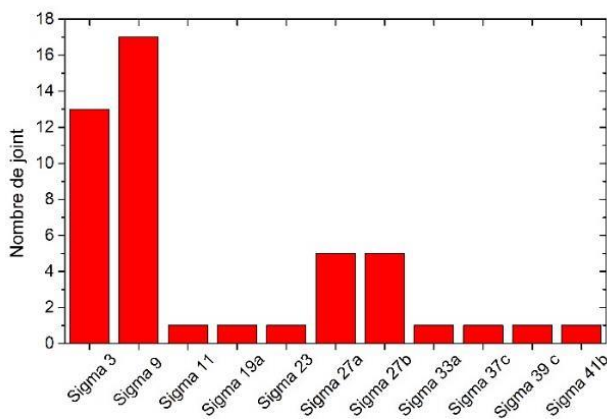


Figure IV-63 : Histogramme de distribution des 47 joints spéciaux qui migrent parmi les 163 cas.

De façon plus générale, les résultats obtenus sur le cuivre II sont assez similaires à ceux obtenus sur le Cuivre I. On n'observe que des phénomènes de migration isolés, sur des petites portions de joints de grains. L'analyse quantitative plus poussée de ces données ne fait pas apparaitre de tendance nouvelle.

IV.2.1 Cinétique de la migration d'interface après recristallisation primaire du cuivre II

À partir des clichés obtenus tous les cinq minutes lors du recuit R0 in-situ, nous avons sélectionné sept zones numérotées de 1 à 7 où on peut observer une croissance de grains après germination. La surface recristallisée pour chaque image a été mesurée. Un exemple est donné *Figure IV-64 a* pour la zone 2. Nous allons modéliser la cinétique de recristallisation afin d'estimer la vitesse de migration des interfaces. On définit le taux d'avancement $\chi(t)$ de la recristallisation au temps t comme le quotient du volume recristallisé à l'instant t par le volume recristallisé maximum obtenu après un temps « infini ». On montre que le quotient des surfaces sur un plan de coupe est égal au quotient des volumes. L'évolution de $\chi(t)$ pour la zone 2 est donnée *Figure IV-64(b)*.

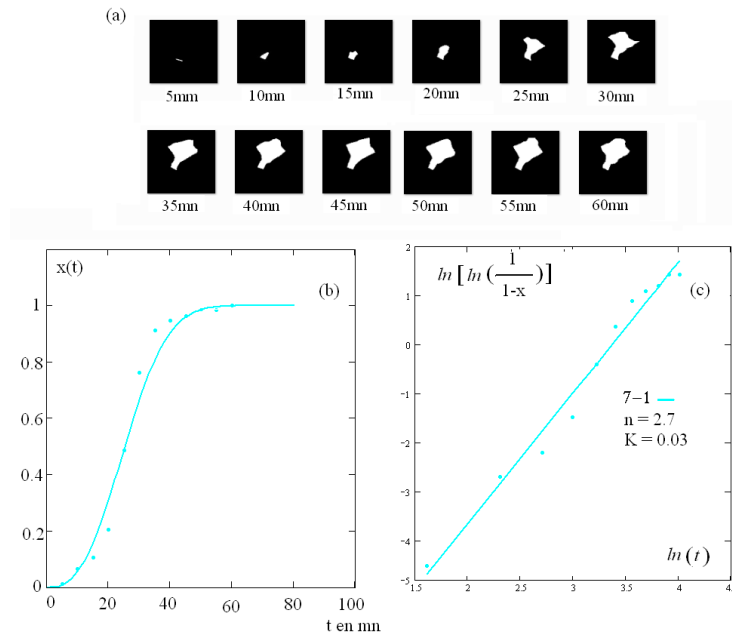


Figure IV-64 : (a) Extraction des surfaces recristallisées au cours du temps. (b) tracé du taux de recristallisation au cours du temps. (c) Détermination des paramètres du modèle KJMA.

On utilise le modèle KJMA pour modéliser l'avancement de la recristallisation. Ce modèle s'exprime de la façon suivante :

$$x(t) = 1 - \exp[-(k(t - \theta))^n] \quad \text{Eq. IV-13}$$

Où k est donné par une loi d'Arrhenius en fonction de l'énergie d'activation de la recristallisation, n est le coefficient d'Avrami qui dépend du mode de germination croissance et θ est le temps de latence de la germination. À partir des valeurs de $x(t)$ mesurées on optimise la valeur de θ afin que $\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-x}\right)\right]$ varie linéairement en fonction de $\ln(t)$ avec un écart quadratique minimal entre les points de mesure et ceux donnés par le modèle de KJMA. On détermine ainsi n et k , *Figure IV-64(c)*. Pour les sept zones analysées nous obtenons les évolutions modélisées *Figure IV-65(a)* et les paramètres optimisés *Figure IV-65(b)*.

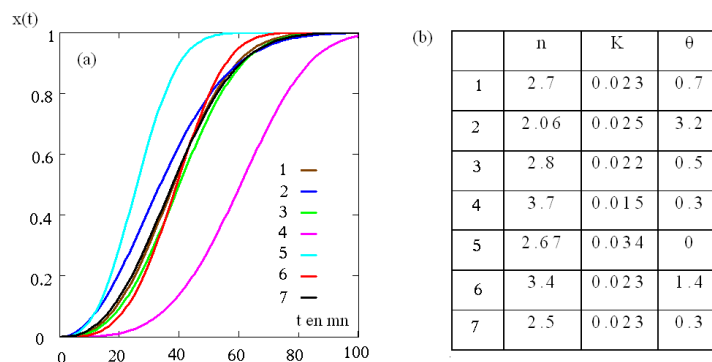


Figure IV-65 : (a) Modélisation KJMA de la recristallisation et (b) Valeur des paramètres KJMA.

À partir du modèle KJMA et de la surface maximale recristallisée, nous pouvons tracer pour chacune des 7 zones de l'évolution de la surface recristallisée au cours du temps, *Figure IV-66(a)*. En considérant que les surfaces recristallisées sont des disques qui croissent de façon homothétique, on peut donner l'évolution de leur diamètre ϕ , *Figure IV-66(b)* en fonction du temps.

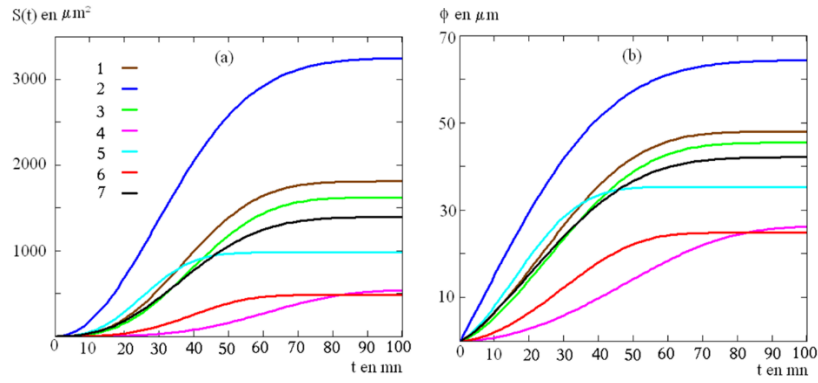


Figure IV-66 : (a) Évolution de surfaces recristallisées et (b) Évolution des diamètres des zones recristallisées. À partir de l'évolution des diamètres en fonction du temps, on peut évaluer les vitesses de migration des interfaces *Figure IV-67*.

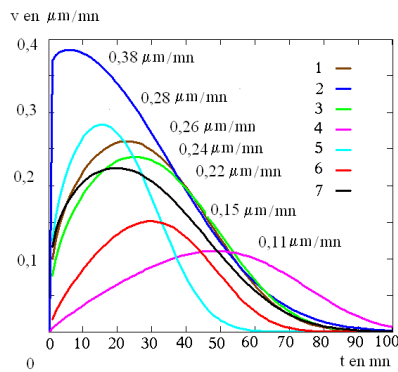


Figure IV-67 : Évolution des vitesses des interfaces après la germination.

On obtient ainsi que la vitesse maximale de migration des interfaces de cuivre lors de la recristallisation primaire varie entre 0.1 et $0.4 \mu\text{m}/\text{mn}$.

[Lauridsen et al., 2000] ont étudié la cinétique de la recristallisation de tôle d'aluminium (AA1055). Le matériau était laminé à 90% et un recuit in-situ a été effectué à 270°C pendant 162 minutes. Dans cette étude, les auteurs ont observé la vitesse de la croissance de 6 germes différents afin de calculer le volume de recristallisation et la vitesse de germination et croissance par la simulation du modèle de KJMA. Pour ces 6 germes, la vitesse de la croissance maximale a été estimée à $0.0061 \mu\text{m}/\text{seconde}$ (égale à $0.366 \mu\text{m}/\text{minute}$). Cette vitesse maximale est presque identique dans le cas de notre étude sur le cuivre.

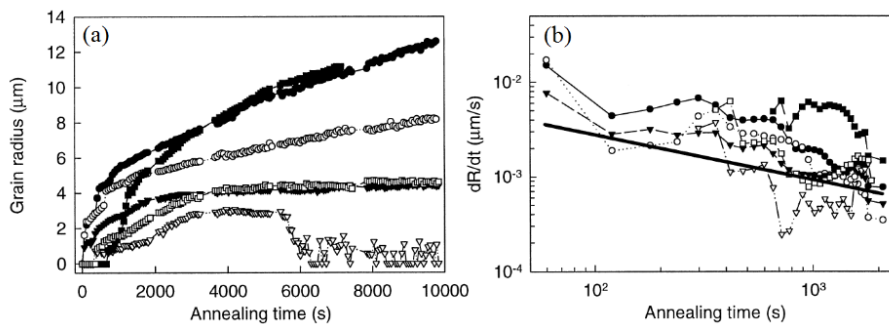


Figure IV-68 : Étude de la cinétique de la recristallisation de l'Al (AA 1055), (a) L'évolution de taille des 6 grains : #1 (●), #2 (○), #3 (▼), #4 (▽), #5 (■), and #6 (□) et (b) la vitesse de la croissance [Lauridsen et al., 2000].

Si l'on compare de la *Figure IV-66(b)* et *Figure IV-68(a)*, on voit que la croissance de germe dans Cu n'évolue plus après le recuit d'une heure alors que dans le cas d'Al, certains grains poursuivent leur croissance.

IV.3 Conclusion

Malgré les études préliminaires réalisées sur plusieurs traitements thermomécaniques afin d'isoler les conditions optimales pour observer la migration des joints de grains dans le cuivre et évaluer les forces motrices nécessaires à cette migration, il s'est avéré très difficile de l'observer dans de bonnes conditions in-situ. Nous n'avons pu observer que des mécanismes isolés, à une petite échelle ; les déplacements associés sont relativement faibles, la courbure locale délicate à évaluer. Il ressort cependant de cette étude que si, comme pour l'aluminium, la combinaison des deux forces motrices $E_{\Delta\rho}$ et E_c permet d'expliquer les migrations observées dans de nombreux cas, compte tenu de la taille de grain relativement faible en raison d'un maillage important, on observe également que les joints de grains se déplacent en même temps qu'un ou deux points triples voisins. Ceci est observé pour les deux matériaux Cuivre I et Cuivre II, malgré les états initiaux et traitements subis différents. Les forces motrices doivent donc être évaluées également en ces points triples pour permettre un calcul plus précis le long de l'interface toute entière. L'extraction de toutes les données nécessaires des cartographies EBSD nécessite cependant des efforts supplémentaires qui seront entrepris dans la suite de ce travail. Par ailleurs, le calcul des forces motrices liées aux densités de dislocation devra également être entrepris aux points triples tout comme la prise en compte d'une éventuelle relaxation liée à la présence de macles.

L'étude sur le cuivre II pour lequel un traitement de recristallisation a été volontairement réalisé in-situ a permis de plus de quantifier les vitesses de migration des interfaces ; on retrouve des valeurs cohérentes avec la littérature.

IV.4 Récapitulatif des états analysés

Les deux tableaux suivants résument l'ensemble de traitement thermique et déformation plastique appliquée pour l'étude de migration de JdGs de cuivre I (*Tableau IV-9*) et de cuivre II (*Tableau IV-10*).

Tableau IV-9 : Résumé de traitement thermique et déformation plastique appliquée pour l'étude de migration de JdGs dans le cuivre I.

Étude de la migration de JdGs dans le cuivre I			
	Protocole I	Protocole II	Protocole III
Recuit préalable	400°C, 1 heure	700°C, 3 heures	700°C, 3 heures
Caractérisation de l'état initial	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)	-
$\langle d \rangle$	7.71 µm ± 6.22	31.60 µm ± 32.55	-
%Σ3, Nb Points triples	43%, 24443	55%, 1249	-
Déformation plastique	3.5%	3.5%	6.5%
Limite élastique	70 MPa	20 MPa	25 MPa
Caractérisation de l'état déformé	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)
$\langle d \rangle$	7.042 µm ± 5.96	31.17 µm ± 33.35	28.65 µm ± 39.12
%Σ3, Nb Points triples	45%, 28456	53%, 1214	39%, 854
Recuit in-situ	500°C, 5 heures	500°C, 5 heures	500°C, 5 heures
Caractérisation de l'état recuit	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)	EBSD (1100µm × 1100µm) + AFM (72 scans)
$\langle d \rangle$	12.47 µm ± 14.03	29.93 µm ± 32.96	31.61 µm ± 40.23
%Σ3, Nb Points triples	65%, 6086	54%, 1236	42%, 880

Nb de zones de migration analysées (100µm x100µm)	4 (0 JdG)	17 (47 JdGs)	44 (139 JdGs)
---	--------------	-----------------	------------------

Tableau IV-10 : Résumé de traitement thermique et déformation plastique appliquée pour l'étude de migration de JdGs dans le cuivre II.

Étude de la migration de JdG dans le cuivre II						
Étape	R	Traction T1	R0	Traction T2	R1	R2
	300°C, 1 heure	10%	500°C, 3.5 heures	3%	500°C, 1 heure	500°C, 1 heure
EBSD	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)	EBSD (1100µm × 1100µm)
AFM		72 scans	72 scans	72 scans	72 scans	72 scans
Taille de grain	23.64µm ± 67.80	18.60µm ± 22.66	14.74µm ± 16.89	15.36µm ± 17.22	15.630µm ± 17.58	14.68µm ± 16.72
%Σ3, PT	36 %, 1939	19 %, 1736	57 %, 4728	56 %, 4444	56 %, 4106	55 %, 4510
Fibre <100>	22.10%	17.70%	13.80%	13%	13.20%	15.70%
Fibre <111>	40%	32.90%	20.70%	19.70%	20.90%	18.20%
Limite élastique		200 MPa		40 MPa		
Nb de zones de migration analysées (100µm × 100µm)	45 scans (163 JdGs)					

Chapitre V : Conclusions générales et Perspectives

V Conclusions générales et Perspectives

V.1 Conclusions générales

Dans ce travail, nous avons étudié la migration des JdGs dans deux nuances de cuivre électrolytique afin de varier l'état initial, l'un élaboré sous forme de tôle laminée à froid et recuite et l'autre sous forme de cylindre partiellement recristallisé.

Des études préliminaires ont tout d'abord été réalisées sur plusieurs traitements thermomécaniques afin d'identifier les conditions optimales permettant d'observer la migration des joints de grains in-situ. Nous avons d'abord montré, que pour le cuivre I (tôle), un écrouissage critique entre 2% et 8% (réalisé par traction) permettait une croissance de grains importante lors d'un recuit à haute température (800°C). Des études complémentaires ont montré qu'une croissance de grains plus modérée pouvait également avoir lieu pour des températures plus basses (entre 500°C et 800°C). Par contre, compte tenu de l'état d'écrouissage résiduel présent dans le cuivre II (cylindre), la migration des JGs seule n'a pu être isolée dans ce matériau, dans lequel une recristallisation primaire puis un début de recristallisation secondaire ont été observés lors de recuits réalisés entre 500°C et 600°C.

Dans tous les cas, les évolutions de texture peuvent être décrites en ne prenant en compte que les orientations majeures des textures de laminage ou d'extrusion et les orientations de maillage associées. En d'autres termes, la migration de JGs seule comme la recristallisation ne provoque pas l'apparition de nouvelles orientations en dehors de celles issues d'un processus de maillage.

Les recuits réalisés ensuite in-situ dans le MEB sur le cuivre I n'ont mis en évidence que des mécanismes de migration isolés à une petite échelle ; de ce fait, les déplacements associés se sont révélés relativement faibles et la courbure locale délicate à évaluer. Nous avons cependant pu à partir de ces données, évaluer les forces motrices agissant sur le JG, liées d'une part à la différence d'énergie stockée de part et d'autre $E\Delta\rho$ et d'autre part à la courbure Ec . Si, comme pour l'aluminium, la combinaison des deux forces motrices permet d'expliquer les migrations observées dans de nombreux cas, nous avons pu observer que, en raison notamment d'une faible taille de grain, les joints de grains se déplaçaient le plus souvent en même temps qu'un ou deux points triples voisins. Ceci a été observé pour les deux matériaux Cuivre I et Cuivre II, malgré les états initiaux et traitements subis différents. Nous en avons conclu que les forces motrices agissant sur la migration de joints de grains devaient être évaluées également en ces points triples pour permettre un calcul plus précis le long de l'interface toute entière. L'extraction de toutes les données nécessaires des cartographies EBSD nécessite cependant des efforts supplémentaires qui n'ont pu être entrepris dans ce travail.

Par ailleurs les mesures complémentaires obtenues en AFM ont permis de valider les observations faites en EBSD (sens de migration par exemple), mais n'ont pas permis de mieux quantifier les forces motrices.

L'étude sur le cuivre II pour lequel un traitement de recristallisation a été volontairement réalisé in-situ a permis de plus d'extraire une valeur moyenne de migration des interfaces à partir d'une analyse fondée sur le modèle KJMA ; en dépit de la simplicité de l'analyse, les valeurs estimées sont cohérentes avec celles issues de la littérature pour le même matériau.

V.2 Perspectives

Si cette étude a permis d'apporter quelques éléments supplémentaires dans l'analyse des paramètres influant sur la migration de joints et a notamment mis en évidence une influence forte des points triples, elle n'a cependant pas permis de quantifier complètement celle-ci. Afin d'aller plus loin, plusieurs pistes pourraient être explorées et notamment :

1. Du point de vue expérimental, il est nécessaire de refaire des recuits in-situ permettant d'activer plus massivement la migration des joints. Pour ce faire, l'augmentation de la température de recuit est obligatoire, ce qui nécessitera le développement d'une procédure de protection du détecteur EBSD ; par ailleurs, il sera également nécessaire d'automatiser la détermination des rayons de courbure et de leur évolution lors des recuits ;
2. Afin de tirer des mesures AFM des données quantitatives sur le niveau d'écrouissage présent dans chaque grain à l'issue des essais de traction, il sera nécessaire de développer une procédure d'automatisation de mesure de la déformation plastique dans chaque grain ; ceci a été initié dans le cadre d'une thèse débutée en 2018 ;
3. D'autres conditions d'écrouissage critique pourraient également être explorées, afin de voir si elles pourraient être plus favorables à l'observation in-situ. On pense par exemple à l'application d'une déformation de traction selon une autre direction dans la tôle ou le cylindre ;
4. L'étude de JGs particuliers en termes de désorientation pourrait également être entreprise en extrayant de petites éprouvettes bicristallines de tôles texturées. Cette procédure permettrait notamment d'étudier la migration de JGs en dehors de la présence de points triples.
5. La quantification de l'énergie stockée à partir des données EBSD devrait également être améliorée ; cela passe notamment par des mesures réalisées avec un pas de scan plus fin, mais également par un suivi de son évolution lors du recuit.
6. Du point de vue de la modélisation, il serait également souhaitable de proposer un modèle d'évolution de la densité de dislocation en fonction du temps et de la température de recuit, pouvant être combiné avec un code de simulation de croissance de grain de type vertex ou Monte Carlo.

Enfin, toutes ces pistes pourraient bien être explorées sur le cuivre et d'autres matériaux de structure CFC afin d'explorer également l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur les mécanismes de migration. Le contrôle des microstructures de recristallisation est une question d'intérêt majeur dans de nombreux secteurs industriels, qui est encore loin d'être résolue. Des études à caractère fondamental sur des matériaux de structure de plus en plus complexes sont donc encore tout à fait nécessaires.

Références bibliographiques

- Aaronson, H.I., Furuhashi, T., Rigsbee, J.M., Reynolds, W.T., Howe, J.M., 1990. Crystallographic and mechanistic aspects of growth by shear and by diffusional processes. *Metallurgical Transactions A* 21, 2369-2409.
- Adda, Y., Dupouy, J.M., Philibert, J., Quéré, Y., 1979. *Elément de métallurgie physique* CEA.
- Anderson, W.A., Mehl, R.F., 1945. Recrystallization of Aluminum in Terms of the Rate of Nucleation and the Rate of Growth. *Trans. AIME*.
- Anongba, P.N.B., Bonneville, J., Martin, J.L., 1993. Hardening stages of [112] copper single crystals at intermediate and high temperatures—II. Slip systems and microstructures. *Acta Metallurgica et Materialia* 41, 2907-2922.
- Avrami, M., 1939. Kinetics of Phase Change. I General Theory. *The Journal of Chemical Physics* 7, 1103-1112.
- Bacroix, B., Jonas, J.J., 1988. The Influence of Non-Octahedral Slip on Texture Development in FCC Metals. *Textures and Microstructures* 8, 267-311.
- Bacroix, B., Queyreau, S., Chaubet, D., Siv, E., Chauveau, T., 2018a. The influence of the cube component on the mechanical behaviour of copper polycrystalline samples in tension. *Acta Materialia* 160, 121-136.
- Bacroix, B., Queyreau, S., Chaubet, D., Siv, E., Chauveau, T., 2018b. The influence of the Cube component on the mechanical behaviour of copper polycrystalline samples in tension. *Acta Materialia*.
- Baïlon, J.P., Dorlot, J.M., 2000. *Des matériaux*, Editions de l'école polytechnique de montréal.
- Bainbridge, D.W., Choh, H.L., Eugene, H.E., 1954. Recent observations on the motion of small angle dislocation boundaries. *Acta Metallurgica* 2, 322-333.
- Balluffi, R.W., Allen, S.M., 2005. *KINETICS OF MATERIALS A JOHN WILEY & SONS, INC., PUBLICATION* Canada.
- Barbier, D., 2010. *Analyse de microstructures par la technique EBSD*.
- Barrett, C.S., Massalski, T., 1980. *Structure of Metals*, 3rd edn. Pergamon Press, Oxford.
- Batdorf, S.B., Budiansky, B., 1949. *A Mathematical Theory of plasticity based on the Concept of Slip*. United States.
- Baudin, T., 2010. *Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations*. Techniques de l'ingénieur base documentaire : TIB343DUO.
- Beck, P.A., Sperry, P.R., 1950. Two types of grain boundary migration in high-purity aluminum. *JOM* 2, 468-468.
- Béucia, B., 2016. *Étude des liens entre écrouissage/restauration et croissance de grains dans les polycristaux métalliques thermomécaniquement transformés*.
- Beucia, B., Queyreau, S., Kahloun, C., Chaubet, D., Franciosi, P., Bacroix, B., 2019. Plastic strain-induced grain boundary migration (SIBM) in pure aluminum: SEM in-situ and AFM examinations. *International Journal of Plasticity* 115, 29-55.
- Bilby, B.A., 1955. Types of dislocation sources in Report on the conference on defects in crystalline solids. *The Physical Society, London* p. 123-133
- Blainé, F., Le Héry, J., 1972. Croissance, par recristallisation secondaire, de gros cristaux exempts de macles dans le cuivre purifié par fusion de zone. *Journal of Crystal Growth* 13-14, 834-842.
- Brandon, D.G., 1966. The structure of high-angle grain boundaries. *Acta Metallurgica* 14, 1479-1484.

- Brewer, L.N., Field, D.P., Merriman, C.C., 2009. Mapping and Assessing Plastic Deformation Using EBSD, in: Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L., Field, D.P. (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, Boston, MA, pp. 251-262.
- Burke, J.E., Turnbull, D., 1952. Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics* 3, 220-292.
- Cahn, J.W., Mishin, Y., Suzuki, A., 2006. Coupling grain boundary motion to shear deformation. *Acta Materialia* 54, 4953-4975.
- Cahn, J.W., Taylor, J.E., 2004. A unified approach to motion of grain boundaries, relative tangential translation along grain boundaries, and grain rotation. *Acta Materialia* 52, 4887-4898.
- Carpenter, H.C.H., Elam, C.F., 1921. The Production of Single Crystals of Aluminium and their Tensile Properties. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 100, 329-353.
- Carpenter, H.C.H., Tamura, S., 1926a. Experiments on the production of large copper crystals.
- Carpenter, H.C.H., Tamura, S., 1926b. Experiments on the Production of Large Copper Crystals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 113, 28-43.
- Cheval, F., Priester, L., 1989. Effect of strain rate on the dislocation substructure in deformed copper polycrystals. *Scripta Metallurgica* 23, 1871-1876.
- Chin, G.Y., Hosford, W.F., Mendorf, D.R., 1969. Accommodation of constrained deformation in f. c. c. metals by slip and twinning. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences* 309, 433.
- Christian, J.W., 1975. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*. PERGAMON, Netherlands.
- Coulomb, P., 1972. *les textures dans les métaux de réseau cubique*, 1ère édition ed. Dunod, Paris.
- Cox, H.L., Sopwith, D.G., 1937. The effect of orientation on stresses in single crystals and of random orientation on strength of polycrystalline aggregates. *Proceedings of the Physical Society* 49, 134.
- Dash, S., Brown, N., 1963. An investigation of the origin and growth of annealing twins. *Acta Metallurgica* 11, 1067-1075.
- Dillamore, I.L., Kato, H., 1974. The Mechanisms of Recrystallization in Cubic Metals with Particular Reference to Their Orientation-Dependence. *Metal Science* 8, 73-83.
- Dillamore, I.L., Roberts, W.T., 1965. Preferred orientation in wrought and annealed metals *Metallurgical Reviews* 10, 271-380.
- Duesbery, M.S., Basinski, Z.S., 1984. On non-glide stresses and their influence on the screw dislocation core in body-centred cubic metals I. The Peierls stress. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences* 392, 145-173.
- Duparc, O.H., Poulat, S., Larere, A., Thibault, J., Priester, L., 2000. High-resolution transmission electron microscopy observations and atomic simulations of the structures of exact and near $\Sigma = 11$, $\{332\}$ tilt grain boundaries in nickel. *Philosophical Magazine A* 80, 853-870.
- ESCIL, 1998. Document technique de machine de scie à fil verticale W3241.
- Field, D.P., Bradford, L.T., Nowell, M.M., Lillo, T.M., 2007. The role of annealing twins during recrystallization of Cu. *Acta Materialia* 55, 4233-4241.
- Field, D.P., True, B.W., Lillo, T.M., Flinn, J.E., 2004. Observation of twin boundary migration in copper during deformation. *Materials Science and Engineering: A* 372, 173-179.

- Fionova, L.K., 1994. Grain boundary ensembles in materials with f.c.c., b.c.c. and diamond structures. *Materials Chemistry and Physics* 37, 201-224.
- Fivel, M., Forest, S., 2004. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique base documentaire : TIB345DUO*.
- Franciosi, P., 1985. The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metallurgica* 33, 1601-1612.
- Franciosi, P., Berveiller, M., Zaoui, A., 1980. Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica* 28, 273-283.
- Frank, F.C., 1950. The resultant content of dislocations in an arbitrary intercrystalline boundary.
- Frank, F.C., Read, W.T., 1950. Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations. *Physical Review* 79, 722-723.
- Garbacz, A., Grabski, M.W., 1993. The relationship between texture and CSL boundaries distribution in polycrystalline materials—I. The grain boundary misorientation distribution in random polycrystal. *Acta Metallurgica et Materialia* 41, 469-473.
- Garstone, J., Honeycombe, R.W.K., Greetham, G., 1956. Easy glide of cubic metal crystals. *Acta Metallurgica* 4, 485-494.
- Gastaldi, J., Marzo, P., Jourdan, C., 1973. Sur l'origine des dislocations dans les cristaux obtenus par recristallisation. *Journal of Crystal Growth* 18, 77-85.
- Gatti, J.R., Bhattacharjee, P.P., 2015. Effect of Prior Recovery Treatment on the Evolution of Cube Texture During Annealing of Severely Warm-Rolled Al-2.5 wt pctMg Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* 46, 4966-4977.
- Gerber, P., 2002. Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages.
- Gerber, P., Tarasiuk, J., Chauveau, T., Bacroix, B., 2003. A quantitative analysis of the evolution of texture and stored energy during annealing of cold rolled copper. *Acta Materialia* 51, 6359-6371.
- Gleiter, H., 1969. The mechanism of grain boundary migration. *Acta Metallurgica* 17, 565-573.
- Gleiter, H., Chalmers, B., 1972. Grain-boundary migration. *Progress in Materials Science* 16, 127-178.
- Gottstein, G., 2004a. Mechanical properties, in: Gottstein, G. (Ed.), *Physical Foundations of Materials Science*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp. 197-288.
- Gottstein, G., 2004b. Recovery, Recrystallization, Grain Growth, in: Gottstein, G. (Ed.), *Physical Foundations of Materials Science*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp. 303-356.
- Gottstein, G., King, A.H., Shvindlerman, L.S., 2000. The effect of triple-junction drag on grain growth. *Acta Materialia* 48, 397-403.
- Gottstein, G., Shvindlerman, L.S., 2010. *Grain Boundary Migration in Metals*. Taylor and Francis Group, LLC, Boca Raton London New York.
- Gottstein, G., Shvindlerman, L.S., Zhao, B., 2010. Thermodynamics and kinetics of grain boundary triple junctions in metals: Recent developments. *Scripta Materialia* 62, 914-917.
- Gu, C.F., Toth, L.S., Zhang, Y.D., Hoffman, M., 2014. Unexpected brass-type texture in rolling of ultrafine-grained copper. *Scripta Materialia* 92, 51-54.
- Haasen, P., 1994. *Physikalische Metallkunde*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.
- Hall, E.O., 1951. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64, 747.

- Hibbard, W.R., 1950. Deformation texture of drawn face centered cubic metal wires. *Trans. AIME* 77, 581-585.
- Hill, R., 1965. A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13, 213-222.
- Hirsch, J., Lücke, K., 1988. Overview no. 76: Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals—I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys. *Acta Metallurgica* 36, 2863-2882.
- Hirth, J.P., 1994. Dislocations, steps and disconnections at interfaces. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 55, 985-989.
- Hirth, J.P., Lothe, J., 1982. *Theory of Dislocations*. John Wiley & Sons, Canada.
- Hu, H., Sperry, P.R., Beck, P.A., 1952. Rolling Textures in Face-Centered Cubic Metals. *JOM* 4, 76-81.
- Huang, Y., Humphreys, F.J., 2000. Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation $\{110\} \langle 001 \rangle$. *Acta Materialia* 48, 2017-2030.
- Hull, D., Bacon, D.J., 2011. *Movement of Dislocations, Introduction to Dislocation*. Elsevier Ltd., UK, pp. P43-61.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004a. Chapter 3 - Deformation Textures, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 67-89.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004b. Chapter 4 - The Structure and Energy of Grain Boundaries, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 91-119.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004c. Chapter 5 - The Mobility and Migration of Boundaries, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 121-167.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004d. Chapter 6 - Recovery After Deformation, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 169-213.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004e. Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 215-IV.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004f. Introduction, Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). Elsevier, Oxford, pp. 1-10.
- Institut-Européen-du-Cuivre, *Le cuivre*.
- Institut-Européen-du-Cuivre, 1985. 10. Evaluation des propriétés du cuivre et de ses alliages en fonction de la température.
- Jakani, S., 2004. Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé.
- Jakani, S., Baudin, T., de Novion, C.H., Mathon, M.H., 2007. Effect of impurities on the recrystallization texture in commercially pure copper-ETP wires. *Materials Science and Engineering: A* 456, 261-269.
- Jaoul, B., 1964. *Etude de la plasticité et application aux métaux*. Les presses-Mines ParisTech.
- Johnson, W.A., Mehl, R.F., 1939. *American Institute of Mining and Metallurgical Engineers (AIME)*. 416-458.
- Juul Jensen, D., 1995. Growth rates and misorientation relationships between growing nuclei/grains and the surrounding deformed matrix during recrystallization. *Acta Metallurgica et Materialia* 43, 4117-4129.
- Kern, R., 1961. Sur la formation des macles de croissance. *Bulletin de Minéralogie*, 292-311.

- King, W.E., Schwartz, A.J., 1998. Toward Optimization of the Grain Boundary Character Distribution in OFE Copper. *Scripta Materialia* 38, 449-455.
- Kolmogorov, A.N., 1937. Statistical theory of nucleation processes. *Izu. Akad. Nauk SSSR* 3, 355-366.
- Kronberg, M.L., Wilson, F.H., 1949. Secondary Recrystallization in Copper. *JOM* 1, 501-514.
- Kubin, L., Devincre, B., Hoc, T., 2008. Modeling dislocation storage rates and mean free paths in face-centered cubic crystals. *Acta Materialia* 56, 6040-6049.
- Kubin, L.P., Mortensen, A., 2003. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. *Scripta Materialia* 48, 119-125.
- Kuhlmann-Wilsdorf, D., 1985. Theory of workhardening 1934-1984. *Metallurgical Transactions A* 16, 2091-2108.
- Lauridsen, E.M., Juul Jensen, D., Poulsen, H.F., Lienert, U., 2000. Kinetics of Individual Grains During Recrystallization.
- Leffers, T., Ray, R.K., 2009. The brass-type texture and its deviation from the copper-type texture. *Progress in Materials Science* 54, 351-396.
- Lin, T.H., 1957. Analysis of elastic and plastic strains of a face-centred cubic crystal. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 5, 143-149.
- Liu, R., Zhang, Z.J., Li, L.L., An, X.H., Zhang, Z.F., 2015. Microscopic mechanisms contributing to the synchronous improvement of strength and plasticity (SISP) for TWIP copper alloys. *Scientific Reports* 5, 9550.
- Lodini, A., Baudin, T., 2013. Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux. EDP Sciences.
- Madeleine, D.C., 2003. La microstructure des aciers et des fontes, Paris.
- Mahajan, S., Pande, C.S., Imam, M.A., Rath, B.B., 1997. Formation of annealing twins in f.c.c. crystals. *Acta Materialia* 45, 2633-2638.
- Mecif, A., Bacroix, B., Franciosi, P., 1997. Temperature and orientation dependent plasticity features of Cu and Al single crystals under axial compression—I. Lattice rotation effects and true hardening stages. *Acta Materialia* 45, 371-381.
- Mercier, J.P., Zambelli, G., Kurz, W., 2002. Introduction à la science des matériaux, 3ème Edition ed. Les presses polytechnique et université nrmandes.
- Messerschidt, U., 2010. Dislocation Dynamics During Plastic Deformation. Springer, New York.
- Mills, K., 1985. ASM Handbook : Metallography and Microstructures. American Society for Metals.
- Mott, N.F., 1952. The Mechanism of Work-hardening of Metals. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* 166, 413-418.
- Moussa, C., Bernacki, M., Besnard, R., Bozzolo, N., 2015. About quantitative EBSD analysis of deformation and recovery substructures in pure Tantalum. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 89, 012038.
- Mughrabi, H., 1968. Electron microscope observations on the dislocation arrangement in deformed copper single crystals in the stress-applied state. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 18, 1211-1217.
- Mughrabi, H., 1988. Dislocation clustering and long-range internal stresses in monotonically and cyclically deformed metal crystals. *edp sciences* 23, 367-379.
- Nabarro, F.R.N., 1947. Dislocations in a simple cubic lattice. *Proceedings of the Physical Society* 59, 256-272.

- Olmsted, D.L., Hardikar, Y.K., Phillips, R., 2001. Lattice resistance and Peierls stress in finite size atomistic dislocation simulations. *Mater. Sci. Eng.* 9, 215.
- Orowan, E., 1934. Zur Kristallplastizität. II. *Zeitschrift für Physik* 89, 614-633.
- Peierls, R., 1940. The size of a dislocation. *Proceedings of the Physical Society* 52, 34.
- Petch, N.J., 1953. The Cleavage Strength of Polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute* 174, 25-28.
- Piekos, K., 2006. Modélisation de la recristallisation dans les métaux - Prédiction des cinétiques et des évolutions des texture et de microstructure. Université Paris 13.
- Pillet, M., 2001. Les plans d'expériences par la méthode Taguchi. Maurice Pillet.
- Priedeman, J.L., Olmsted, D.L., Homer, E.R., 2017. The role of crystallography and the mechanisms associated with migration of incoherent twin grain boundaries. *Acta Materialia*.
- Priester, L., 2006. Les joints de grains. . EDP Sciences,, France.
- Priester, L., 2011. Grain Boundary and Crystalline Plasticity ISTE Ltd and John Wiley & Sons, Inc, Great Britain and the United States.
- Priester, L., Thibault-Penisson, J., 2010. Joints de grains Théorie et expérimentation. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique base documentaire : TIB345DUO*.
- Protasova, S.G., Gottstein, G., Molodov, D.A., Sursaeva, V.G., Shvindlerman, L.S., 2001. Triple junction motion in aluminum tricrystals. *Acta Materialia* 49, 2519-2525.
- Rahaman, M., 2003. *Ceramic Processing and Sintering*. CRC Press, Boca Raton.
- Rajabzadeh, A., Mompou, F., Lartigue-Korinek, S., Combe, N., Legros, M., Molodov, D.A., 2014. The role of disconnections in deformation-coupled grain boundary migration. *Acta Materialia* 77, 223-235.
- Randle, V., 1996. The role of the coincidence site lattice in grain boundary engineering. Institute of Materials, London.
- Randle, V., Rios, P.R., Hu, Y., 2008. Grain growth and twinning in nickel. *Scripta Materialia* 58, 130-133.
- Read, W.T., Shockley, W., 1950. Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review* 78, 275-289.
- Reed-Hill, R.E., Hirth, J.P., Rogers, H.C., 1964. *Deformation twinning; proceedings*. Gordon and Breach Science, New York.
- Saada, G., 1960. Sur le durcissement dû à la recombinaison des dislocations. *Acta Metallurgica* 8, 841-847.
- Saada, G., 2005. From the single crystal to the nanocrystal. *Philosophical Magazine* 85, 3003-3018.
- Saai, A., 2007. Modèle physique de la plasticité d'un cristal métallique CFC soumis à des chargements alternés : Contribution à la définition d'une modélisation multiéchelles de la mise en forme des métaux. Université de Savoie, France.
- Sachs, G., 1929. Zur Ableitung einer Fließbedingung, *Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp. 94-97.
- Schmid, E., Boas, W., 1935. *KRISTALLPLASTIZITÄT*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin.
- Schober, T., Balluffi, R.W., 1969. Dislocation sub-boundary arrays in oriented thin-film bicrystals of gold. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 20, 511-518.
- Seeberger, H.B., 2009. Recristallisation de l'aluminium après écrouissage critique.

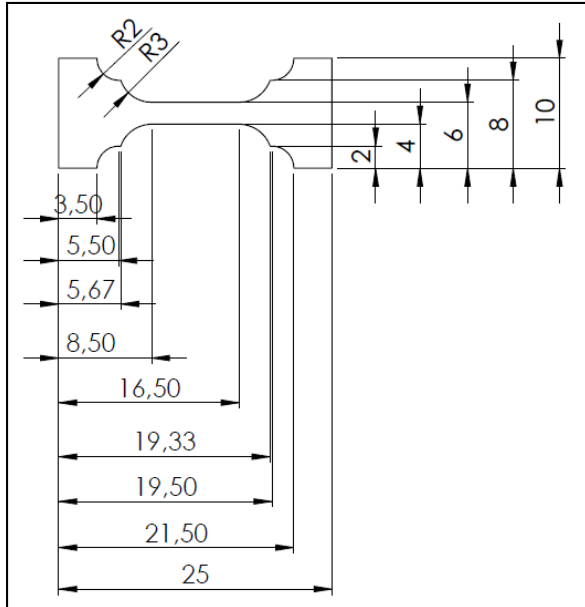
- Shiekhelsouk, M.N., 2017. Modélisation polycristalline et étude expérimentale du comportement mécanique d'aciers Fe-Mn à l'effet TWIP : prise en compte du traitement thermique d'élaboration sur le maillage et les contraintes internes.
- Siebörger, D., Knake, H., Glatzel, U., 2001. Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases. *Materials Science and Engineering: A* 298, 26-33.
- Smallman, R.E., 1985a. The structure of atoms and crystals, *Modern Physical Metallurgy*, 4ème Edition ed. Butterworth, pp. 1-115.
- Smallman, R.E., 1985b. Work hardening and annealing, *Modern Physical Metallurgy*, 4ème Edition ed. Butterworth, pp. 335-379.
- Staker, M.R., Holt, D.L., 1972. The dislocation cell size and dislocation density in copper deformed at temperatures between 25 and 700°C. *Acta Metallurgica* 20, 569-579.
- Sun, R.C., Bauer, C.L., 1970a. Measurement of grain boundary mobilities through magnification of capillary forces. *Acta Metallurgica* 18, 635-638.
- Sun, R.C., Bauer, C.L., 1970b. Tilt boundary migration in NaCl bicrystals. *Acta Metallurgica* 18, 639-647.
- Suwas, S., Ray, R.K., 2014. *Crystallographic Texture of Materials*. Springer London.
- Tabourot, L., Fivel, M., Rauch, E., 1997. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Materials Science and Engineering: A* 234-236, 639-642.
- Taylor, G.I., 1934a. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I.—Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A* 145, 362.
- Taylor, G.I., 1934b. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part II.—Comparison with observations. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A* 145, 388.
- Taylor, G.I., 1938. Plastic strain in metals. *Journale of the Institute of Metals*.
- Tisza, M., 2001. *Physical Metallurgy for Engineers*. ASM International.
- Upmanyu, M., Srolovitz, D.J., Shvindlerman, L.S., Gottstein, G., 1999. Misorientation dependence of intrinsic grain boundary mobility: simulation and experiment. *Acta Materialia* 47, 3901-3914.
- Viswanathan, R., Bauer, C.L., 1973. Kinetics of grain boundary migration in copper bicrystals with [001] rotation axes. *Acta Metallurgica* 21, 1099-1109.
- Wang, W., Brisset, F., Helbert, A.L., Solas, D., Drouelle, I., Mathon, M.H., Baudin, T., 2014. Influence of stored energy on twin formation during primary recrystallization. *Materials Science and Engineering: A* 589, 112-118.
- Winning, M., Gottstein, G., Shvindlerman, L.S., 2001. Stress Induced Grain Boundary Motion.
- Wobrock, M., 2017. *Microplasticity of idealized single crystalline Ag cantilevers characterized with methods of high resolution*. KIT Scientific Publishing.
- Yao, Z., Wagoner, R.H., 1993. Active slip in aluminum multicrystals. *Acta Metallurgica et Materialia* 41, 451-468.
- Zener, C., Smaith, C., 1948. Grains, Phases, and Interfaces—an Interpretation of Microstructure. *Transaction metallurgy Society of AIME*, 175, pp. 15–51.
- Zhang, H., Mendeleev, M.I., Srolovitz, D.J., 2004. Computer simulation of the elastically driven migration of a flat grain boundary. *Acta Materialia* 52, 2569-2576.

Annexe II-1 : Dimension de mini-éprouvette et les plans de mors

La dimension et le programme de découpe de mini-éprouvette de traction de 25 mm et 40 mm :

❖ Mini-éprouvette de traction 25 mm

Géométrie d'éprouvette

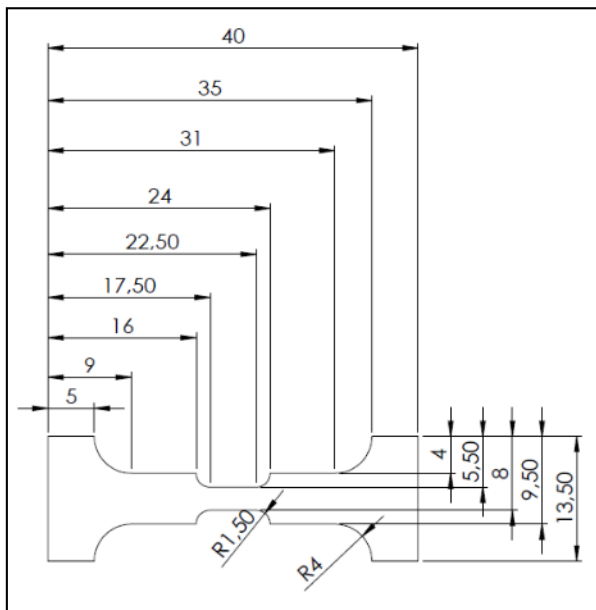


Programme de la découpe à l'aide de machine électroérosion

%
 N10G92XY
 N20G42D0
 N30G38
 N40G01X3500Y
 N50G02X5500Y2000I5500J
 N60G01X5670Y2000
 N70G02X17500Y5500I17500J4000
 N80G01X16500Y4000
 N90G02X19330Y2000I16500J1000
 N100G01X25000Y
 N110G01X25000Y9800
 N120G01X21500Y9800
 N130G02X19500Y7800I9500J9800
 N140G01X19330Y7800
 N150G02X16500Y5800I6500J8800
 N160G01X8500Y5800
 N170G02X5670Y7800I8500J8800
 N180G01X5500Y7800
 N190G02X3500Y9800I5500J9800
 N200G01XY9800
 N210G01XY
 N220G40G39
 N230M02

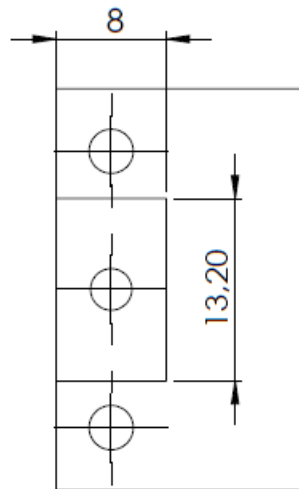
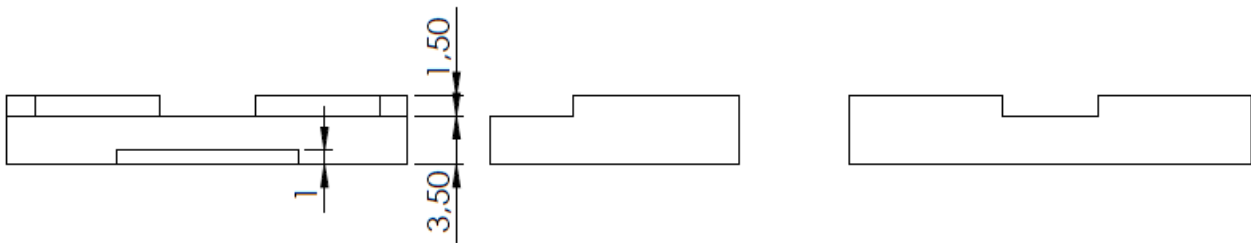
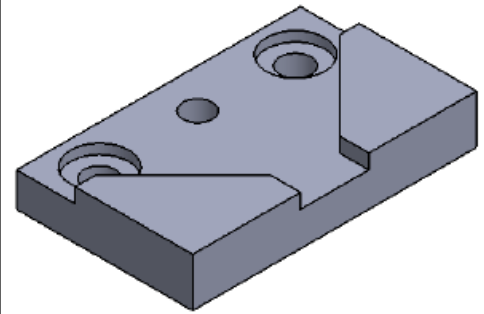
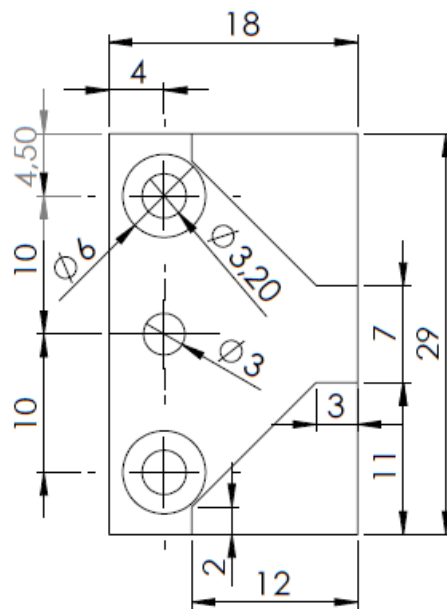
❖ Mini-éprouvette de traction 40 mm

Géométrie de l'éprouvette

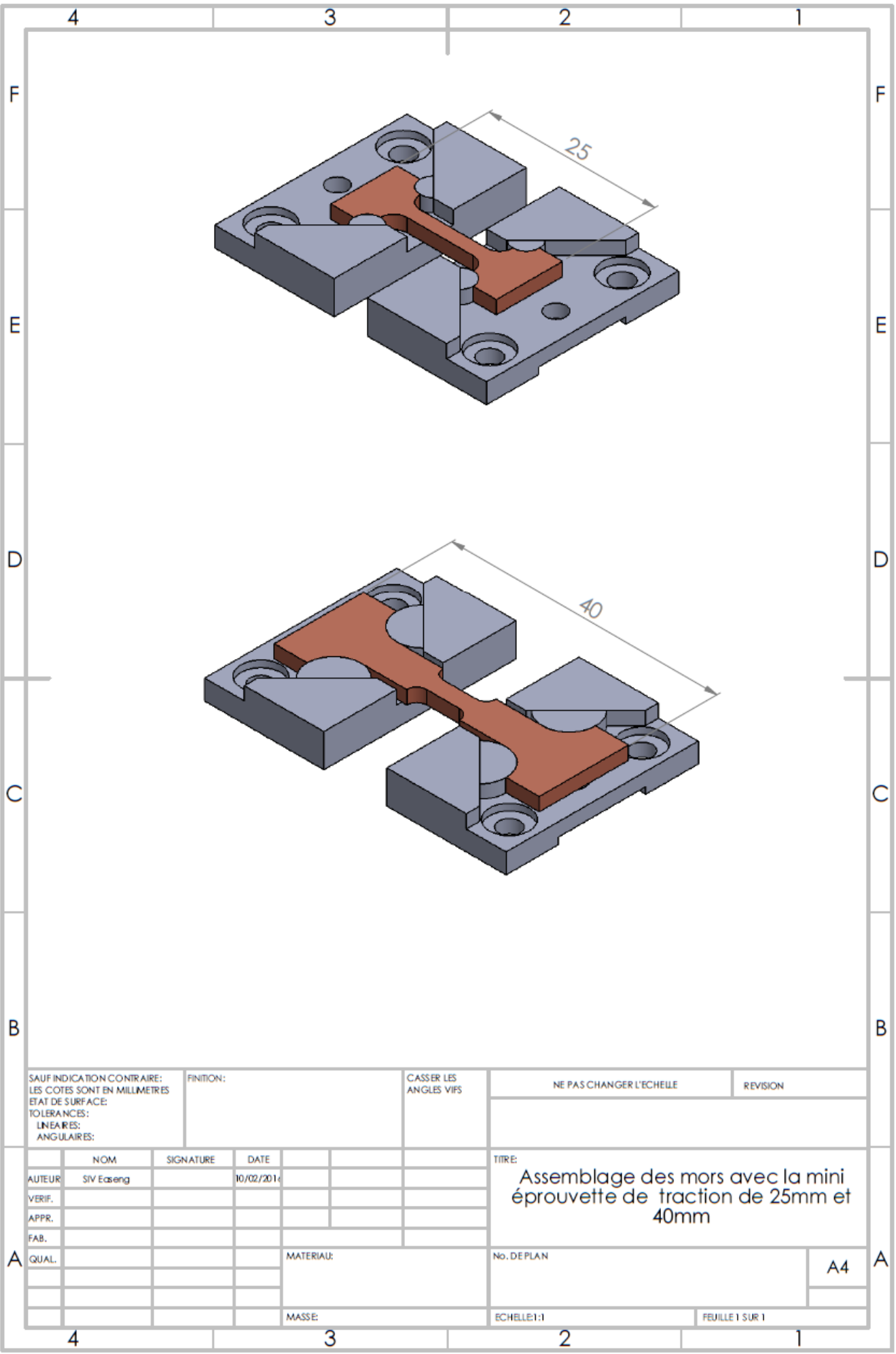


Programme de découpe à l'aide de machine électroérosion

%
 N10G92XY
 N20G42D0
 N30G38
 N40G01X5000Y
 N50G02X9000Y4000I9000J
 N60G01X16000Y4000
 N70G02X17500Y5500I17500J4000
 N80G01X22500Y5500
 N90G02X24000Y4000I22500J4000
 N100G01X31000Y4000
 N110G02X35000YI31000J
 N120G01X40000Y
 N130G01X40000Y13500
 N140G01X35000Y13500
 N150G02X31000Y9500I31000J13500
 N160G01X24000Y9500
 N170G02X22500Y8000I22500J9500
 N180G01X17500Y8000
 N190G02X16000Y9500I17500J9500
 N200G01X9000Y9500
 N210G02X5000Y13500I9000J13500
 N220G01XY13500
 N230G01XY
 N240G40G39
 N250M02



SAUF INDICATION CONTRAIRE: LES COTES SONT EN MILLIMETRES ETAT DE SURFACE: TOLERANCES: LINEAIRES: ANGULAIRES:		FINITION:	CASSER LES ANGLES VIFS	NE PAS CHANGER L'ECHELLE	REVISION
NOM	SIGNATURE	DATE		TITRE:	
AUTEUR	SIV Easeng	10/02/2016		Fabrication des mors pour la mini machine de traction, modèle Deben microtest capacité 1KN	
VERIF.				No. DE PLAN	
APPR.				A4	
FAB.			MATERIAU: Acier URANUS 45N	Echelle:2:1	
QUAL.			MASSE:	FEUILLE 1 SUR 1	



SAUF INDICATION CONTRAIRE:
 LES COTES SONT EN MILLIMETRES
 ETAT DE SURFACE:
 TOLERANCES:
 LINEAIRES:
 ANGULAIRES:

FINITION:

CASSER LES
 ANGLES VIFS

NE PAS CHANGER L'ECHELLE

REVISION

	NOM	SIGNATURE	DATE
AUTEUR	SIV Eseng		10/02/2014
VERIF.			
APPR.			
FAB.			
QUAL.			

TITRE:
 Assemblage des mors avec la mini
 éprouvette de traction de 25mm et
 40mm

No. DE PLAN

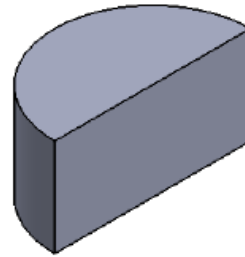
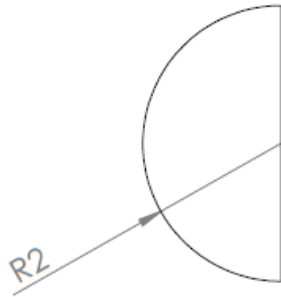
A4

MATERIAU:

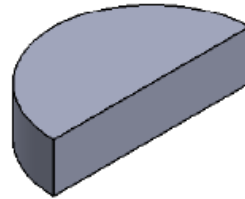
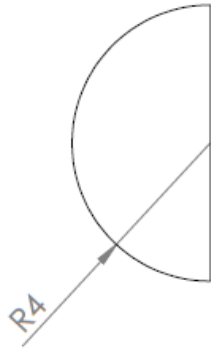
MASSE:

ECHELLE:1:1

FEUILLE 1 SUR 1



SAUF INDICATION CONTRAIRE: LES COTES SONT EN MILLIMETRES ETAT DE SURFACE: TOLERANCES: LINEAIRES: ANGULAIRES:		FINITION:		CASSER LES ANGLES VIFS		NE PAS CHANGER L'ECHELLE		REVISION	
NOM		SIGNATURE		DATE		TITRE:			
AUTEUR: SIV Easeng				10/02/2016		Les pions de diamètre 4mm			
VERIF.									
APPR.									
FAB.									
QUAL.				MATERIAU: URANUS 45N		No. DE PLAN		A4	
				MASSE:		ECHELLE: 10:1		FEUILLE 1 SUR 1	



SAUF INDICATION CONTRAIRE: LES COTES SONT EN MILLIMETRES ETAT DE SURFACE: TOLERANCES: LINEAIRES: ANGULAIRES:			FINITION:		CASSER LES ANGLES VIFS		NE PAS CHANGER L'ECHELLE		REVISION		
						TITRE:					
						Les pions de diamètres 8 mm					
AUTEUR		SIGNATURE		DATE		MATERIAU:		No. DE PLAN			
SIV Easeng				10/02/2016		URANUS 45N		A4			
VERIF.						MASSE:		ECHELLE: 1		FEUILLE 1 SUR 1	
APPR.											
FAB.											
QUAL.											

Annexe II-2 : 50 orientations de composantes de texture de laminage

Les 50 orientations de composantes de texture de laminage et de recuit pour le matériau CFC.

N°	φ_1	φ	φ_2	Composante de texture
1	0.0	0.0	0.0	Cube
2	0.0	45.0	0.0	Goss
3	90.00	35.26	45.00	Cu
4	39.23	65.90	26.56	
5	54.73	90.0	45.0	Bs
6	35.26	45.00	0.0	
7	52.86	74.49	33.69	S
8	58.98	36.70	63.43	
9	27.03	57.69	18.43	
10	121.02	36.70	26.56	
11	206.56505117707800	48.189685104221397	116.56505117707799	CubM
12	153.43494882292200	131.81031489577862	296.56505117707798	
13	26.565051177077990	48.189685104221397	116.56505117707799	
14	333.43494882292202	131.81031489577862	296.56505117707798	
15	270.00000000000000	19.471220634490674	45.000000000000014	GosM
16	160.52877936550931	90.000000000000000	315.000000000000000	
17	19.471220634490692	90.000000000000000	135.000000000000000	
18	270.000000000000000	160.52877936550934	225.000000000000000	
19	15.221224228974517	47.122858691562072	68.204370436094180	Cu1M
20	283.76368613998625	97.825499141991784	285.94645009169989	
21	140.77000026245355	65.902381213870967	153.43122397287141	
22	140.75783679830457	162.28175106139176	333.42377620980704	
23	344.76985219490427	47.117261415515273	21.803478638287842	Cu2M
24	219.22587589719515	65.910315061722514	296.57010194748864	
25	76.231942427519115	97.819891949856739	164.04775398404919	
26	219.24237629374829	162.28968460622929	116.58020836918288	
27	8.0438566582830493	76.366977774633582	14.036243467926475	Bs1M
28	254.20122063449068	45.000000000000000	270.000000000000000	
29	101.41614334171695	103.63302222536642	194.03624346792645	
30	215.25877936550930	135.000000000000000	90.000000000000014	
31	305.25999999999999	19.471220634490674	45.000000000000014	Bs2M
32	195.78877936550933	90.000000000000000	315.000000000000000	
33	54.731220634490683	90.000000000000000	135.000000000000000	
34	305.25999999999999	160.52877936550934	225.000000000000000	
35	2.8848700813099919	57.682859860039827	18.442728108982312	S1M
36	239.13940146812817	57.697048233237524	288.43614356764817	
37	93.981639794534161	100.25696176926077	174.79974640780466	
38	221.11382125380104	152.99134957218226	101.30620048405163	
39	357.10285178333874	57.686223676098457	71.562593083468144	S2M
40	266.00830238910436	100.26139365873837	275.19674835920807	
41	120.85097606202469	57.691440267095658	161.56420996229855	
42	138.87389872343061	152.98592435689002	348.69060449981720	
43	325.15732023528625	36.696259362137951	26.559489018339242	S3M
44	200.74609709591164	74.497574064295549	303.69455601917451	
45	58.975169270111508	95.114603820954770	153.43220009551163	
46	238.98887819526291	168.50602564307346	153.44868823887938	
47	34.839810962784597	36.696264863065394	63.433318533523099	S4M
48	301.01622004976798	95.110314995354656	296.56808193464235	
49	159.24459225699994	74.501116964075493	146.30796909426087	
50	121.00109896910155	168.51031439786468	296.54989636325854	

**Annexe II-3 : 90 orientations de composantes principales de textures
fibres et fibres maclés <100> et <111> pour le cuivre extrudé**

Les 90 orientations de composantes principales de textures fibres et fibres maclés <100> et <111> pour le cuivre extrudé :

N°	φ_1	φ	φ_2		Composante fibre
1	0.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		<100>
2	20.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
3	40.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
4	60.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
5	80.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
6	100.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
7	120.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
8	140.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
9	160.0000000000000000	0.0000000000000000	0.0000000000000000		
10	0.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		<111>
11	20.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
12	40.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
13	60.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
14	80.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
15	100.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
16	120.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
17	140.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
18	160.0000000000000000	54.7400000000000002	45.0000000000000000		
19	206.5651	48.1897	116.5651	1.0000	<100> Maclé
20	26.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
21	153.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
22	333.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
23	226.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
24	46.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
25	173.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
26	353.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
27	246.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
28	66.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
29	193.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
30	13.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
31	266.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
32	86.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
33	213.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
34	33.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
35	286.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
36	106.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
37	233.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
38	53.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
39	306.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
40	126.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
41	253.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
42	73.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
43	326.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
44	146.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
45	273.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
46	93.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
47	346.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
48	166.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
49	293.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
50	113.4349	131.8103	296.5651	1.0000	

51	6.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
52	186.5651	48.1897	116.5651	1.0000	
53	313.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
54	133.4349	131.8103	296.5651	1.0000	
55	300.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
56	46.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
57	193.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
58	120.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
59	320.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
60	66.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
61	213.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
62	140.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
63	340.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
64	86.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
65	233.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
66	160.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
67	0.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
68	106.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
69	253.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
70	180.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
71	20.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
72	126.1015	78.9072	168.6933	1.0000	(111) Maclé
73	273.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
74	200.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
75	40.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
76	146.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
77	293.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
78	220.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
79	60.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
80	166.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
81	313.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
82	240.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
83	80.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
84	186.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
85	333.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
86	260.0134	164.2046	45.0140	1.0000	
87	100.0027	54.7378	44.9953	1.0000	
88	206.1015	78.9072	168.6933	1.0000	
89	353.8981	78.8999	281.3089	1.0000	
90	280.0134	164.2046	45.0140	1.0000	

Annexe III-1 : Analyse de la variante de l'évolution des composantes de texture fibres

Nous noterons Y_{ijk} la variation de la proportion d'une composante par rapport à l'état R0 pour A au niveau i , B au niveau j et C au niveau k . L'ensemble des valeurs mesurées de Y_{ijk} pour les quatre fibres sont données dans le *Tableau 1*.

Tableau 1 : Évolution de composantes de fibres $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ maclée et $\langle 111 \rangle$ maclée pour l'étude de globale de recristallisation de cuivre II.

Échantillons	Fibres	R0 (ep = 0%)	R1	R2	R3
E1 : Recuit R1, R2 et R3 à 300°C	Fibre $\langle 100 \rangle$	16.41%	15.41%	16.12%	19.02%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	23.25%	24.10%	22.74%	25.10%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	23.74%	23.71%	25.63%	20.95%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	20.75%	21.73%	20.38%	20.41%
	Reste	15.85%	15.04%	15.14%	14.52%
E2 : Recuit R1, R2 et R3 à 400°C	Fibres	R0 (ep = 0%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	15.78%	15.93%	10.86%	10.11%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	21.76%	20.53%	19.54%	20.05%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	23.00%	23.93%	25.95%	26.34%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	23.37%	22.75%	22.05%	22.31%
Reste	16.10%	16.87%	21.59%	21.19%	
E3 : Recuit R1, R2 et R3 à 500°C	Fibres	R0 (ep = 0%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	18.37%	12.85%	12.86%	12.21%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	21.70%	15.65%	18.13%	16.78%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	21.89%	25.77%	25.27%	22.63%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	21.76%	24.02%	21.62%	25.46%
Reste	16.29%	21.70%	22.13%	22.93%	
E4 : Recuit R1, R2 et R3 à 600°C	Fibres	R0 (ep = 0%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	15.51%	16.07%	14.74%	15.94%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	23.47%	15.42%	18.01%	16.15%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	24.36%	22.06%	20.41%	21.86%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	18.33%	23.34%	25.20%	23.74%
Reste	18.35%	23.11%	21.64%	22.30%	
E5 : Recuit R1, R2 et R3 à 300°C	Fibres	R0 (ep = 5%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	20.99%	21.49%	22.18%	21.62%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	27.93%	27.14%	28.13%	27.89%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	19.52%	20.30%	18.50%	18.79%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	18.84%	17.47%	17.87%	19.04%
Reste	12.73%	13.60%	13.31%	12.67%	
E6 : Recuit R1, R2 et R3 à 400°C	Fibres	R0 (ep = 5%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	17.41%	17.70%	11.85%	10.63%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	31.81%	33.22%	24.76%	22.49%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	16.04%	14.82%	21.74%	23.57%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	20.11%	20.57%	23.64%	23.11%
Reste	14.63%	13.70%	18.01%	20.21%	
E7 : Recuit R1, R2 et R3 à 500°C	Fibres	R0 (ep = 5%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	16.27%	13.45%	13.37%	14.95%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	26.31%	18.76%	18.95%	19.17%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	22.32%	20.55%	19.04%	21.58%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	19.43%	22.81%	23.57%	21.98%
Reste	15.67%	24.44%	25.07%	22.31%	
E8 : Recuit R1, R2 et R3 à 600°C	Fibres	R0 (ep = 5%)	R1	R2	R3
	Fibre $\langle 100 \rangle$	21.95%	11.32%	12.26%	10.52%
	Fibre $\langle 111 \rangle$	25.94%	13.51%	19.75%	15.97%
	Fib $\langle 100 \rangle$ Twin	19.66%	25.80%	22.21%	23.93%
	Fib $\langle 111 \rangle$ Twin	18.72%	23.76%	22.03%	25.81%
Reste	13.73%	25.62%	23.74%	23.78%	
	Fibre	R0 (ep = 10%)	R1	R2	R3

E9 : Recuit R1. R2 et R3 à 300°C	Fibre <100 >	17.06%	17.59%	17.18%	16.99%
	Fibre <111 >	24.88%	25.58%	25.90%	25.21%
	Fib<100>Twin	20.18%	18.64%	19.00%	17.40%
	Fib<111>Twin	22.63%	23.23%	23.06%	21.29%
	Reste	15.26%	14.96%	14.86%	19.11%
E10 : Recuit R1. R2 et R3 à 400°C	Fibres	R0 (ep = 10%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	13.51%	13.28%	12.97%	14.85%
	Fibre <111 >	22.10%	23.75%	16.93%	17.53%
	Fib<100>Twin	27.11%	24.48%	25.49%	24.51%
	Fib<111>Twin	19.61%	21.04%	21.92%	19.08%
E11 : Recuit R1. R2 et R3 à 500°C	Fibres	R0 (ep = 10%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	16.83%	11.03%	11.66%	12.30%
	Fibre <111 >	18.79%	21.93%	20.29%	21.55%
	Fib<100>Twin	28.97%	22.44%	22.74%	22.45%
	Fib<111>Twin	19.16%	23.64%	24.28%	23.33%
E12 : Recuit R1. R2 et R3 à 600°C	Fibres	R0 (ep = 10%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	18.11%	11.07%	10.61%	11.61%
	Fibre <111 >	26.64%	15.41%	18.18%	18.02%
	Fib<100>Twin	22.75%	24.46%	19.62%	21.43%
	Fib<111>Twin	16.00%	22.24%	22.99%	23.21%
E13 : Recuit R1. R2 et R3 à 300°C	Fibres	R0 (ep = 18%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	10.51%	11.26%	-	12.39%
	Fibre <111 >	22.12%	22.22%	-	19.08%
	Fib<100>Twin	20.37%	20.52%	-	23.03%
	Fib<111>Twin	22.85%	22.66%	-	21.88%
E14 : Recuit R1. R2 et R3 à 400°C	Fibres	R0 (ep = 18%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	20.31%	17.92%	12.44%	12.55%
	Fibre <111 >	19.74%	17.91%	16.54%	16.40%
	Fib<100>Twin	20.82%	22.02%	23.55%	24.51%
	Fib<111>Twin	21.41%	21.64%	21.74%	21.24%
E15 : Recuit R1. R2 et R3 à 500°C	Fibres	R0 (ep = 18%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	12.57%	12.45%	11.94%	12.39%
	Fibre <111 >	22.85%	18.47%	13.96%	16.03%
	Fib<100>Twin	21.27%	21.80%	26.21%	25.45%
	Fib<111>Twin	25.28%	22.75%	22.57%	23.07%
E16 : Recuit R1. R2 et R3 à 600°C	Fibres	R0 (ep = 18%)	R1	R2	R3
	Fibre <100 >	20.47%	13.23%	13.59%	14.23%
	Fibre <111 >	19.99%	17.90%	19.26%	18.92%
	Fib<100>Twin	23.42%	23.97%	23.13%	27.02%
	Fib<111>Twin	19.97%	19.86%	20.67%	18.78%
	Reste	16.15%	25.04%	23.35%	21.06%

Nous calculons à partir des mesures Y_{ijk} un modèle algébrique linéaire avec interactions de la forme,

$$\hat{Y} = \langle Y \rangle + A + B + C + AB + AC + CB \quad \text{Eq. 1}$$

Où

$$\langle Y \rangle = \frac{\sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^4 Y_{ijk}}{48} \quad \text{Eq. 2}$$

$$A = (a_1, a_2, a_3, a_4), B = (b_1, b_2, b_3), C = (c_1, c_2, c_3, c_4), AB = \begin{pmatrix} ab_{11} & ab_{12} & ab_{13} \\ ab_{21} & ab_{22} & ab_{23} \\ ab_{31} & ab_{32} & ab_{33} \\ ab_{41} & ab_{42} & ab_{43} \end{pmatrix},$$

$$AC = \begin{pmatrix} ac_{11} & ac_{12} & ac_{13} & ac_{14} \\ ac_{21} & ac_{22} & ac_{23} & ac_{24} \\ ac_{31} & ac_{32} & ac_{33} & ac_{34} \\ ac_{41} & ac_{42} & ac_{43} & ac_{44} \end{pmatrix}, \quad BC = \begin{pmatrix} bc_{11} & bc_{12} & bc_{13} \\ bc_{21} & bc_{22} & bc_{23} \\ bc_{31} & bc_{32} & bc_{33} \\ bc_{41} & bc_{42} & bc_{43} \end{pmatrix}$$

Avec :

$$a_i = \frac{\sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^4 Y_{ijk} - \langle Y \rangle}{12}, \quad b_j = \frac{\sum_{i=1}^4 \sum_{k=1}^4 Y_{ijk} - \langle Y \rangle}{16}, \quad c_k = \frac{\sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 Y_{ijk} - \langle Y \rangle}{16}$$

$$ab_{ij} = \frac{\sum_{k=1}^4 Y_{ijk}}{4} - (\langle Y \rangle + a_i + b_j), \quad ac_{ik} = \frac{\sum_{j=1}^3 Y_{ijk}}{3} - (\langle Y \rangle + a_i + c_k),$$

$$bc_{jk} = \frac{\sum_{i=1}^4 Y_{ijk}}{4} - (\langle Y \rangle + b_j + c_k)$$

Après le calcul des effets principaux et des interactions, la variance des mesures peut être estimée par l'écart quadratique entre le modèle et les mesures :

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^4 (Y_{ijk} - \hat{Y}_{ijk})^2}{18} \quad \text{Eq. 3}$$

Le dénominateur ici est la différence entre le nombre d'expériences et le nombre de degrés de liberté utilisé pour calculer le modèle.

D'autres estimations de la variance des mesures peuvent être données par :

$$4 \sum_{i=1}^4 a_i^2, 8 \sum_{j=1}^3 b_j^2, 4 \sum_{k=1}^4 c_k^2, \frac{2}{3} \sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 ab_{ij}^2, \frac{1}{3} \sum_{i=1}^4 \sum_{k=1}^4 ac_{ik}^2, \frac{2}{3} \sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^4 bc_{jk}^2.$$

Si A, B, C n'ont pas d'influence sur Y et si les interactions AB, AC, BC ne sont pas significatives alors les quotients :

$$F_A = \frac{4 \sum_{i=1}^4 a_i^2}{s^2}, F_B = \frac{8 \sum_{j=1}^3 b_j^2}{s^2}, F_C = \frac{4 \sum_{k=1}^4 c_k^2}{s^2}$$

$$F_{AB} = \frac{\frac{2}{3} \sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 ab_{ij}^2}{s^2}, F_{AC} = \frac{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^4 \sum_{k=1}^4 ac_{ik}^2}{s^2}, F_{BC} = \frac{\frac{2}{3} \sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^4 bc_{jk}^2}{s^2}$$

suivent une loi de Snédécour [M. Pillet, 2001] à $\{3, 18\}$ degrés de liberté pour F_A et F_C , à $\{2, 18\}$ ddl pour F_B , à $\{6, 18\}$ ddl pour F_{AB} et F_{BC} et à $\{9, 18\}$ ddl pour F_{AC} . Les valeurs tabulées et calculées de la variable de Snédécour sont comparées sur *Tableau 1*, *Tableau 2*, *Tableau 3* et *Tableau 4*. Lorsque la valeur calculée est supérieure à la valeur tabulée, on peut conclure à l'influence du facteur ou à l'existence de l'interaction. Les valeurs tabulées sont données avec un « risque » de 5%.

Tableau 1 : Bilan de l'analyse de variance pour la fibre <100>.

Action et interaction	F calculée	F tabulée	Bilan
A	57.5	3.16	Facteur influent
B	2.12	2.46	Facteur non influent
C	4.32	3.16	Facteur influent

AB	4.28	2.66	Interaction significative
AC	18.65	2.46	Interaction significative ++?
BC	0.621	2.66	Interaction non significative

Tableau 2 : Bilan de l'analyse de variance pour la fibre <111>.

Action et interaction	F calculé	F tabulée	Bilan
A	14.76	3.16	Facteur influent
B	1.86	2.46	Facteur non influent
C	3.56	3.16	Facteur influent
AB	2.64	2.66	Interaction non significative
AC	7.19	2.46	Interaction significative
BC	0.66	2.66	Interaction non significative

Tableau 3 : Bilan de l'analyse de variance pour la fibre <100>M.

Action et interaction	F calculée	F tabulée	Bilan
A	57.5	3.16	Facteur influent
B	2.12	2.46	Facteur non influent
C	4.32	3.16	Facteur influent
AB	4.28	2.66	Interaction significative
AC	18.65	2.46	Interaction significative
BC	0.621	2.66	Interaction non significative

Tableau 4 : Bilan de l'analyse de variance pour la fibre <111>.

Action et interaction	F calculée	F tabulée	Bilan
A	38.76	3.16	Facteur influent
B	0.01	2.46	Facteur non influent
C	28.04	3.16	Facteur influent
AB	0.55	2.66	Interaction non significative
AC	6.85	2.46	Interaction significative
BC	1.10	2.66	Interaction non significative

Après analyse de variance, les modèles obtenus sont :

Pour la fibre <100> :

$$\hat{Y} = -0.03 + A(0.038 ; -0.0032 ; -0.0038 ; -0.031) + C(0.0084 ; -0.01 ; 0.0006 ; 0.0013) + AB \begin{pmatrix} -0.011 & -0.0046 & 0.0061 \\ 0.023 & 0.0098 & -0.013 \\ -0.0069 & 0.0024 & 0.0044 \\ -0.0052 & 0.0028 & 0.0024 \end{pmatrix} + AC \begin{pmatrix} -0.011 & 0.011 & -0.0062 & 0.0071 \\ -0.0099 & 0.0034 & 0.035 & -0.028 \\ -0.032 & 0.021 & -0.018 & 0.029 \\ 0.053 & -0.035 & -0.01 & -0.0085 \end{pmatrix}$$

Pour la fibre <111> :

$$\hat{Y} = -0.03 + A(0.038 ; -0.0032 ; -0.0038 ; -0.031) + C(0.0055 ; -0.018 ; 0.0060 ; 0.0062) + AC \begin{pmatrix} 0.012 & 0.026 & -0.025 & -0.013 \\ 0.0078 & -0.0016 & -0.0025 & -0.0037 \\ -0.013 & -0.015 & 0.06 & -0.032 \\ -0.0068 & -0.0095 & -0.032 & 0.049 \end{pmatrix}$$

Pour la fibre <100> maclée :

$$\hat{Y} = -0.0033 + C(0.0013 ; 0.012 ; -0.032 ; 0.019)$$

Pour la fibre <111> maclée :

$$\hat{Y} = -0.016 + A(-0.02; -0.0097; 0.0025; 0.028) + C(0.0009; 0.0092; 0.015; -0.025)$$

$$+AC \begin{pmatrix} 0.0044 & -0.012 & -0.011 & 0.019 \\ -0.017 & 0.0077 & -0.01 & 0.02 \\ -0.00002 & 0.0058 & 0.013 & -0.018 \\ 0.013 & -0.0016 & 0.0095 & -0.021 \end{pmatrix}$$

Annexe IV-1 : Calcul de la différence d'énergie stockée par approche qualitative du critère de Schmid de cuivre I

La méthodologie est illustrée sur deux exemples qui concernent la migration de joints obtenue après 3.5% de déformation plastique.

Exemple 1 : Entre les grains 326 et (387, 403, 407), l'axe et l'angle de désorientation sont identiques. Nous avons $52^\circ 7'$ pour l'angle et la direction $\langle 21\bar{1} \rangle$ pour l'axe. La migration observée va des grains (387, 403 et 407) vers le grain 326, *Figure 1*. Les facteurs de Schmid des grains 326, 387, 403 et 407 ont des valeurs voisines *Tableau 1*. Donc la migration peut s'expliquer par la seule courbure qui ici diminue.

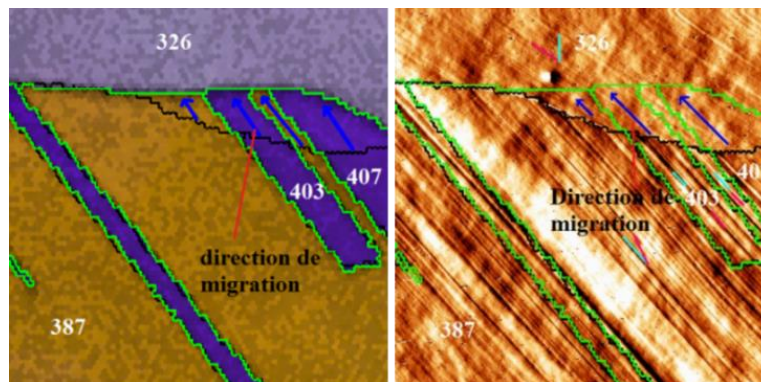


Figure 1 : Premier exemple de technique d'analyse combinée EBSD et AFM utilisée dans la 2^{ème} étude.

Tableau 1 : Valeur du facteur de Schmid et systèmes de glissement actifs pour le premier exemple.

Grain	1 ^{er} système de glissement		2 ^{ème} système de glissement	
	Facteur de Schmid	Système de glissement	Facteur de Schmid	Système de glissement
326	0.407	D6	0.351	B2
403, 407 & 387	0.463	A6	0.395	A3

Exemple 2 : Entre le grain 186 et 267, l'angle est de 30° et l'axe de désorientation est $\langle 6\bar{2}\bar{7}1 \rangle$. La valeur du facteur de Schmid du grain 267 est plus grande que celle du grain 186, *Tableau 2*. La direction de migration observée va du grain 186 vers le grain 267, *Figure 2*. Ce déplacement se fait ici dans le sens attendu à la fois par la force motrice liée à la courbure et celle liée à la différence d'énergie stockée.

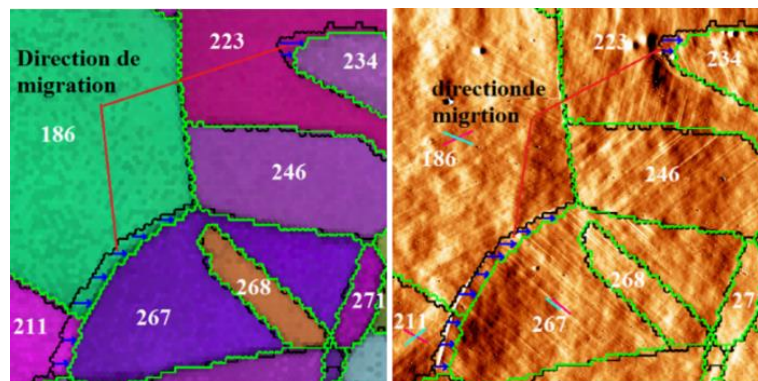


Figure 2 : deuxième exemple de technique d'analyse combinée EBSD et AFM pour la deuxième étude.

Tableau 2 : Valeur du facteur de Schmid et systèmes de glissement actifs pour le deuxième exemple.

Grain	1 ^{er} système de glissement		2 ^{ème} système de glissement	
	Facteur de Schmid	Système de glissement	Facteur de Schmid	Système de glissement
186	0.326	B5	0.317	D1
267	0.450	D6	0.390	D4

En utilisant le facteur de Schmid comme critère d'estimation de l'énergie stockée. on trouve que la migration a lieu dans le sens attendu par la seule valeur de l'estimation de la force motrice liée à l'énergie stockée pour 35 JdGs sur 47 après 3.5% de déformation ; cette estimation se réduit à un cas sur deux après 5% de déformation. Même sans l'apport de l'énergie de courbure. Cette estimation nous semble trop imprécise.

Annexe IV-2 : Étude de migration de joints de grains de cuivre II

les autres cartographies EBSD de taille de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ du tableau ci-dessous obtenant par la superposition de cartographie des contours de grains après traction 2 (blancs) sur la cartographie IPF après le recuit R1 (noirs) pour l'étude de migration de JdG de cuivre II.

