

Comportement viscoplastique des alliages austénitiques pendant la recristallisation sous faibles contraintes

Minghao Zhang

▶ **To cite this version:**

Minghao Zhang. Comportement viscoplastique des alliages austénitiques pendant la recristallisation sous faibles contraintes. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0060 . tel-01144443

HAL Id: tel-01144443

https://pastel.hal.science/tel-01144443

Submitted on 21 Apr 2015

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

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

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité Sciences et génie des matériaux

présentée et soutenue publiquement par

Minghao ZHANG

le 10 décembre 2014

Comportement viscoplastique des alliages austénitiques pendant la recristallisation sous faibles contraintes

Directeurs de thèse : **Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON**

Esteban P. BUSSO

Jury

Mme Véronique FAVIER, Professeur, Arts et Métiers ParisTech	Présidente
Mme Brigitte BACROIX, Directrice de recherches au CNRS, Université Paris 13	Rapporteur
Mme Hélène REGLE, Professeur, Université Paris 11	Rapporteur
M. Pierre MONTMITONNET, Directeur de recherches au CNRS, MINES ParisTech	Examinateur
Mme Eliette MATHEY, Ingénieur de recherche, ArcelorMittal	Examinatrice
Mme Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON, Professeur, MINES ParisTech	Examinatrice
M. Esteban P. BUSSO, Directeur Scientifique, MAS Branch, ONERA	Examinateur

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux

Remerciements

A l'issue de la rédaction de cette recherche, je suis convaincu que cette thèse est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail doctoral sans le soutien d'un grand nombre de personnes dont la générosité, la bonne humeur et l'intérêt manifesté à l'égard de ma recherche m'ont permis de progresser dans cette étude.

En premier lieu, je voudrais remercier vivement mes directeurs de thèse, Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et Esteban Busso pour m'avoir fait confiance malgré les connaissances plutôt légères que j'avais au début de la thèse sur ce sujet et aussi pour toute leur aide.

Je remercie Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon pour la grande liberté qu'elle m'a accordée et la grande disponibilité qu'elle a fait preuve à mon égard. Elle m'a traité comme un membre de famille et je suis très reconnaissant à tout ce qu'elle a fait pour moi.

Je remercie aussi Esteban Busso pour sa compagnie et son appui scientifique. Il est toujours là pour me soutenir et me conseiller au cours de trois ans et demi malgré ses nombreuses responsabilités.

Ce travail a été effectué dans le cadre d'un contrat CIFRE avec le partenaire industriel ArcelorMittal. J'exprime mes remerciements également à mon encadrant Eliette Mathey pour son accueil, son soutien et la confiance qu'elle m'a accordée tout au long de ce travail de recherche.

Je tiens à remercier l'ensemble de mes jurys pour leur participation scientifique ainsi que le temps qu'ils ont consacré à cette recherche. Un grand merci à mes rapporteurs, les Professeurs Brigitte Bacroix et Hélène Réglé pour m'avoir fait l'honneur de corriger ce travail, au Professeur Véronique Favier qui a accepté d'examiner mon travail de thèse en détail. Je suis particulièrement reconnaissant au Professeur Pierre Montmitonnet qui était tuteur de mon stage de fin d'études d'ingénieur. C'est lui qui m'a motivé et inspiré de suivre une thèse, c'est aussi lui qui m'a recommandé à l'équipe du RIP au CDM.

Je remercie tous les acteurs de ce projet de côté ArcelorMittal, en particulier Nicolas Legrand et Bouaziz Olivier pour les nombreuses discussions que nous avons eu, et Marie-Christine Regnier pour son support administratif.

Je souhaite témoigner ma profonde reconnaissance à André Pineau pour toutes nos discussions et ses conseils qui m'ont accompagné tout au long de ces trois années. Il m'a fait connaître le talent, la compétence, la gentillesse et surtout la générosité d'un vrai scientifique. Il m'a guidé à une altitude plus haute dans ma conception de la vie.

Mes remerciements vont aussi à Mingxin Huang. Nous avons travaillé ensemble dans le projet PROCORE 2012 et 2013, et obtenu des excellents résultats. Je le remercie vivement pour son travail et sa grande disponibilité.

J’exprime mes remerciements à Samuel Forest et Yves Bienvenu pour leur aide et leur soutien. J’ai beaucoup bénéficié des discussions enrichissantes que nous avons eues et de leurs conseils.

En ce qui concerne la partie technique de ce travail et la partie administrative de la thèse, je remercie Anne Laurent, Julie Heurtel, Fabrice Gaslain, Régis Clément, Réné Cluzet, Brigitte Raviart, Olivier Delhomme, Véronique Diamantino, Konaly Sar, Odile Adam, Catherine Rouil, Bonneville Sarojinee, pour les grands soutiens pendant la thèse.

Je remercie chaleureusement tous les thésards qui m’ont supporté tous les jours depuis ces années, même si ce n’est pas encore fini ! Frank, Auréliane, Alice, David, Romain, Victor, H.A., Huangdong, Xu, Lingtaon, Jia. Grâce à leur compagnie et amitié, j’ai passé des excellentes années au CDM. Les moments que nous avons passés ensemble resterons toujours des souvenirs inoubliables dans ma vie.

A la fin, il ne faut pas, surtout ne pas oublier ma famille. Merci d’abord à mes parents pour leur appui tendre depuis la naissance. Ils m’ont donné tout ce qu’ils ont. Ensuite, je devrais remercier ma femme pour sa compagnie et son support tout le temps. Mon fils Léo est né pendant la deuxième année de la thèse. Grâce à ma femme, Léo a bien grandi de jour en jour.

Après la réussite de la thèse, une nouvelle page de la vie de ma famille se tournera !

Table des matières

CHAPITRE I : INTRODUCTION 10

I.1. CONTEXTE INDUSTRIEL 10
I.2. PROBLEMATIQUE SCIENTIFIQUE 13
I.3. OBJECTIFS 13
I.4. STRUCTURE DU MANUSCRIT 14

CHAPITRE II : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE 15

II.1. MISE EN EVIDENCE ET INTERPRETATION ACTUELLE DU PHENOMENE 15
II.2. PHENOMENES ET MECANISMES PHYSIQUES ASSOCIES 26
II.3. MECANISMES POTENTIELS DU RIP 34
II.4. CONCLUSIONS DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE 40

CHAPITRE III : METHODOLOGIE 42

III.1. MATERIAUX ET CONDITIONS DE SOLLICITATION 42
III.2. ÉTUDE EXPERIMENTALE 45
III.3. CONCLUSIONS 49

CHAPITRE IV : ÉTUDE EXPERIMENTALE DU PHENOMENE RIP 50

IV.1. ÉTUDE DU RIP SUR LES MATERIAUX ECROUIS A FROID 50
IV.2. ÉTUDE DU RIP APRES LA PRE-DEFORMATION A CHAUD 73
IV.3. DISCUSSION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX 94
IV.4. CONCLUSIONS DE L'ETUDE EXPERIMENTALE 100

CHAPITRE V : MODELISATION 101

V.1. LOI DE COMPORTEMENT PHENOMENOLOGIQUE 102
V.2. LOI DE COMPORTEMENT A VARIABLES INTERNES 113
V.3. DISCUSSIONS ET CONCLUSIONS 130

CHAPITRE VI : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 133

VI.1. CONCLUSIONS 133
VI.2. PERSPECTIVES 135

ANNEXE A. CONDITIONS EXPERIMENTALES DE L'ETUDE DU RIP SUR LES MATERIAUX ECROUIS A FROID 137

A. 1. DILATOMETRE 137
A. 2. MACHINE DE FLUAGE 137
A. 3. MESURE DE LA RESISTIVITE DU MATERIAU PENDANT LA RECRISTALLISATION 140
A. 4. MESURE DU COEFFICIENT DE DILATATION THERMIQUE 142

ANNEXE B. CONDITIONS EXPERIMENTALES DE L'ETUDE DU RIP APRES LA PRE-DEFORMATION A CHAUD 143

B. 1. SIMULATEUR THERMOMECANIQUE 143
B. 2. CORRECTION DES DONNEES ISSUES DES MESURES DE LA DEFORMATION A CHAUD 144
B. 3. MESURE DE LA COUCHE D'OXYDES 146
B. 4. EFFET DE LA MISE EN TONNEAU SUR LA DEFORMATION VISCOPLASTIQUE 146

ANNEXE C. PROCEDURE SUIVIE POUR LES OBSERVATIONS MICROSTRUCTURALES 149

C. 1. DIFFRACTION DES ELECTRONS RETRODIFFUSES (EBSD) 149
C. 2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION (MET) 149

BIBLIOGRAPHIE 150

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma de la variation de la largeur de tôle le long de laminage à chaud 10

Figure I.2 : Schéma mettent en évidence la variation géométrique du produit plat le long de laminage à chaud et l'évolution microstructurale associée (W : largeur de la tôle)..... 12

Figure I.3 : Données expérimentales liées à la réduction de la largeur des tôles à 1000°C pour deux nuances à faible teneur de carbone en intercage F1-F2 (Source : [Mitzushima, 1996]) . 12

Figure II.1 : (a) Essais de fluage sous une contrainte nominale de 2,7 MPa en traction à 100°C sur des éprouvettes de plomb pur, qui sont précédemment recuites partiellement à 100°C (b) essai de fluage sous 2,7 MPa à 100°C (ABCD, le temps de pré-recuit n'est pas communiqué). Lorsque la déformation atteint le point D, l'éprouvette est déchargée et recuite à 100°C pendant 6 heures, ensuite elle est rechargée, flue sous la même sollicitation et donne la courbe FGH (source : [Gifkins, 1958]) 17

Figure II.2 : Vitesses de fluage sous une contrainte nominale constante en compression (a) de l'or à 860°C sous 2,7 MPa (400lb/sq.in), 2 MPa (300 lb/sq.in) et 1,4 MPa (200 lb/sq.in), (b) des nickel à 900°C sous 24MPa et à 860°C sous 20 MPa, respectivement (source : [Hardwick *et al.*, 1961]) 18

Figure II.3 : Essais de fluage assistés par la recristallisation à 965°C sous des contraintes nominales constantes sur du nickel pur recuit. (source : [Richardson *et al.*, 1966])..... 19

Figure II.4 : Essais de chauffage à 55°C/min sous une contrainte de traction de 55 MPa sur un acier maraging : la courbe en bas représente l'évolution de la température, les trois courbes en haut (a, b, c) représentent respectivement la variation de la longueur de l'éprouvette écrouie de 40%, 60% et 70%. (source : [Yin et Zhou, 1990]) 21

Figure II.5 : (a) Essais de chauffage 1°C/s sous une contrainte compressive de 3 MPa sur un acier à faible teneur en carbone à l'état écroui (premier cycle, la courbe rouge) et à l'état complètement recristallisé (second cycle, la courbe bleue), (b) déformation compressive de l'éprouvette lors du premier cycle (source : [Han *et al.*, 2005]) 22

Figure II.6 : Schémas de l'évolution microstructurale pendant le recuit d'un matériau écroui : (a) structure déformée, (b) restauration, (c) germination et croissance de grains (recristallisation discontinue), (d) recristallisation primaire complète, (e) croissance de grains et (f) croissance anormale de grains (source : [Humphreys et Hatherly, 2004])..... 27

Figure II.7 : Taux d'adoucissement après une déformation à chaud antérieure donnée (a : 0,055, b : 0,098, c : 0,24, d : 0,41) à 780°C et à 1.3×10^{-3} s^{-1} sur un acier AISI C 1060 (source : [Djaic et Jonas, 1973]) 29

Figure II.8 : Taux d'adoucissement d'un acier C-Mn-Mo après une déformation à chaud sous une sollicitation donnée dans le tableau de droite. (Source : [Roucoules *et al.*, 1994]) 31

Figure II.9 : Cartes des mécanismes de déformation (a) pour le nickel pur à l'état recuit pour une taille de grain de 0,1 mm (b) pour le plomb pur à l'état recuit pour une taille de grain de 1 mm (source : [Frost et Ashby, 1982]), les grilles rouges représentent les conditions de sollicitation dans lesquelles le phénomène RIP a été observé..... 32

Figure II.10 : Courbes de fluage typique présentant les trois stades du fluage. La courbe A correspond à un essai sous force de traction constante ; la courbe B correspond à un essai sous contrainte constante (source : [Dieter, 1988]) 35

Figure II.11 : (a) Bicristal à l'état initial avec un marqueur traversant le joint de grains, (b) et (c) deux types de réponse de joint de grains (GB) sous une contrainte de cisaillement (τ) : (b) couplage entre la migration dans la direction normale (V_n) et le déplacement cisaillé (V_{II}), (c) glissement conventionnel le long du joint de grain dans la direction du chargement (source : [Cahn *et al.*, 2006]).....37

Figure II.12 : Mouvement d'un joint de grains d'un bicristal d'aluminium pur après un recuit de 68 minutes à 375°C sous une contrainte de cisaillement de 0,3 MPa, les rayures sont des repères et la ligne bleue est la position initiale d'une rayure afin de mettre en évidence le cisaillement de la zone balayée par le déplacement du joint (source : [Gorkaya *et al.*, 2009])38

Figure II.13 : Images de MET *in situ* de joints de grains d'un aluminium pur, (a) microstructure initiale sans application de charge, (b, c, d) mouvement des joints de grains lorsque une charge est appliquée dans la direction verticale ; les pointillés représentent la position du joint dans l'image précédente de cette figure (source : [Mompiou *et al.*, 2009]) 39

Figure III.1 : Schémas d'histoire thermomécanique pour l'étude du phénomène RIP sur (a) les matériaux écrouis à froid aux températures intermédiaires et (b) les matériaux déformés à chaud aux températures hautes. « Rex » désigne l'étape de recristallisation. Pour les détails des conditions de sollicitation, se référer respectivement à la Figure IV.1 et à la Figure IV.14 45

Figure IV.1 : Schéma de l'essai de fluage à une température donnée (ici, 630°C) sous charge constante pour la mise en évidence du RIP sur les matériaux Fe41%Ni écrouis à froid 52

Figure IV.2 : Évolution de la valeur de microdureté du matériau écroui de 30% au cours de recuits aux trois températures, les éprouvettes examinées en EBSD sont illustrées par les flèches.....55

Figure IV.3 : Évolution de la valeur de macrodureté des matériaux écrouis de 30, 66 et 90% au cours d'un recuit à 630°C.....55

Figure IV.4 : Microstructures des éprouvettes laminée de 30% à froid puis après recuites à 630°C pour une durée de 5, 45 et 70 minutes. Les lignes bleues représentent les joints de grains dont la désorientation est supérieure à 15° et les rouges entre 1 et 15°, la direction de laminage est perpendiculaire aux sections observées.....58

Figure IV.5 : Répartition de l'indice de qualité du pixel (IQ) et de la désorientation moyenne par grain (GOS) pour les éprouvettes traitées au préalable à 630°C pendant 5, 45 et 70 minutes 60

Figure IV.6 : Fraction volumique de grains recristallisés à 630°C obtenue par la mesure de dureté (courbe) et par l'observation EBSD (points ronds).....63

Figure IV.7 : Fractions volumiques de grains recristallisés en fonction du temps de recuit à 630 et 650°C pour le matériau écroui de 30% 64

Figure IV.8 : (a1), (b1) et (c1) Variation de la température et augmentation de la longueur des éprouvettes sous 30 MPa, 50 MPa et 70 MPa, et (a2), (b2) et (c2) déformation viscoplastique du matériau pendant le premier et le deuxième plateaux 66

Figure IV.9 : Dépendance de la vitesse de déformation vraie vis-à-vis de la contrainte vraie. 67

Figure IV.10 : (a) Variation de la température et augmentation de la longueur de l'éprouvette écrouie de 30% puis testée en fluage sous 50 MPa à 650°C, (b) déformation viscoplastique pendant le premier plateau de ce même essai.....68

Figure IV.11 : Évolution de la vitesse de déformation des éprouvettes écrouies de 30%, à 630°C et 650°C sous 50 MPa pendant le premier plateau et superposition de la cinétique de recristallisation correspondante 69

Figure IV.12 : Déformation viscoplastique des matériaux écrouis de 30%, 66% et 90% puis testés en fluage à 630°C sous 50 MPa, pendant le premier plateau 70

Figure IV.13 : Déformation viscoplastique des éprouvettes écrouies de 30% puis testées en fluage à 630°C sous 50 MPa, appliqués dans la direction de laminage ou la direction transverse 72

Figure IV.14 : Schéma de l'ensemble des histoires thermomécaniques effectuées visant à comprendre le phénomène RIP après la pré-déformation à chaud 74

Figure IV.15 : Relaxation de contrainte après pré-déformations à chaud (a) à 850°C sous différentes vitesses de pré-déformation et (b) à 0,44 s^{-1} à différentes températures 77

Figure IV.16 : Fraction volumique des grains recristallisés en fonction du temps obtenue par les essais de relaxation (courbes) après la pré-déformation sous les conditions A, B et C. Les symboles carrés et les lignes pointillées correspondent aux fractions respectivement mesurée par EBSD et calculée par la relation JMAK. L'écart en fraction recristallisée détecté entre les trois mesures est inférieur à 25% 80

Figure IV.17 : Images en GOS des éprouvettes après un essai de pré-déformation, puis fluage à 850°C interrompu après (a - 1) 30 s et (b - 1) 90 s, et répartitions de la valeur GOS correspondantes (a - 2) et (b - 2) 82

Figure IV.18 : Images de MET en champ clair sur une même zone de l'éprouvette après un essai de fluage pendant 30 s 83

Figure IV.19 : Cartographie d'orientation d'une éprouvette après recristallisation à 850°C sous 20 MPa pendant 20 minutes, trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure, la direction de compression à chaud (idnetique à la direction de laminage) est perpendiculaire au plan observé 85

Figure IV.20 : Courbes de chargement des essais de double-passe avec des temps d'interpasse de 4 et de 12 secondes 86

Figure IV.21 : Déformation et vitesses de déformation pendant et après la recristallisation ((a1) et (a2)) à 850°C après la pré-déformation sous la condition A, ((b1) et (b2)) à 950°C après la pré-déformation sous la condition B et ((c1) et (c2)) à 1050°C après la pré-déformation sous la condition C 88

Figure IV.22 : Comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation (a) à 950°C (condition B) sous une contrainte nominale de 47 MPa et (b) sur l'ensemble des essais 89

Figure IV.23 : Fluage en régimes transitoire et stationnaire du matériau complètement recristallisé et fluage assisté par la recristallisation (RIP) à (a) 850 et (b) 950°C 91

Figure IV.24 : Vitesses de déformation du matériau recristallisé et du matériau en cours de recristallisation à 850 et 950°C sous une contrainte nominale de 47 MPa 91

Figure IV.25 : (a) Évolution de vitesse de déformation assistée par la recristallisation sous 47 MPa à 950 et 1050°C après une pré-déformation dans la condition B et C, et (b) déformation viscoplastique correspondante 92

Figure V.1 : Évolution de la vitesse de déformation du matériau pendant la recristallisation et du matériau complètement recristallisé en fonction du temps sous une contrainte nominale de 47 MPa à deux températures 102

Figure V.2 : Prise en compte de l'effet d'écrouissage sur la vitesse de déformation des grains recristallisés. Pour un temps donné t, un grain recristallisé antérieurement ($t'<t$) possède une vitesse de déformation plus faible par rapport à celle d'un grain vient de recristallisé ($\dot{\tilde{\varepsilon}}_{rex}^{vp}(t-t') < \dot{\tilde{\varepsilon}}_{rex}^{vp}(0)$) 105

Figure V.3 : Évolution schématique de la vitesse de déformation viscoplastique (équivalente) du matériau complètement recristallisé en fonction du temps sous une charge constante à une température donnée 106

Figure V.4 : Comparaison entre les valeurs mesurées et calculées de la vitesse de déformation viscoplastique du matériau recristallisé en régime transitoire sous 47 MPa à (a) 850 et (b) 950°C 108

Figure V.5 : Comparaison entre les fractions volumiques des grains recristallisés mesurées et calculées en fonction du temps après une pré-déformation de 30% à 850 et 950°C 109

Figure V.6 : Prédiction de la vitesse de déformation viscoplastique des grains recristallisés, des grains écrouis et du matériau homogénéisé, pendant et après la recristallisation sous 47 MPa à (a) 850 et (b) 950°C 110

Figure V.7 : Comparaison entre les vitesses de déformation viscoplastique mesurées et calculées en fonction du temps sous 47 MPa à 850 et 950°C 111

Figure V.8 : Comparaison entre les déformations viscoplastiques mesurées et calculées en fonction du temps pour les essais de fluage sous 47 MPa à 850 et 950°C 112

Figure V.9 : (a) Évolution schématique de valeur absolue de la contrainte vraie en fonction de la déformation et (b) évolution schématique de la vitesse de déformation en fonction de la valeur absolue de la contrainte vraie, pendant la pré-déformation (a-b) et le fluage (c-d-e-f) en compression 114

Figure V.10 : Évolution schématique de la résistance à la déformation viscoplastique S et de la fraction volumique des grains recristallisés X_{rex} pendant la pré-déformation (segment a-b) et la déformation assistée par la recristallisation (segment c-d-e-f) 116

Figure V.11 : Évolution de la vitesse de déformation équivalente en fonction de la contrainte équivalente, les symboles présentent les données expérimentales (ceux entourés de cercles sont considérés comme représentant l'état stationnaire du matériau) et les courbes sont les prédictions obtenues en utilisant les équations (V.16) et (V.19) (correspondant à l'état stationnaire du matériau) 123

Figure V.12 : Évolution de S^* en fonction de la vitesse de déformation viscoplastique aux trois températures considérées (équation (V.19)) 124

Figure V.13 : Évolution des variables internes, (a) X_{rex} et (b) S, en fonction du temps lorsque les matériaux sont d'abord déformés à chaud puis soumis aux charges constantes aux trois températures 125

Figure V.14 : Comparaison entre les contraintes équivalentes déterminées expérimentalement et celles prédites par le modèle, en fonction de la déformation sous les trois conditions de pré-déformation (850°C, 0.01 s^{-1} ; 950°C, 0.4 s^{-1} ; 1050°C, 0.4 s^{-1}) 127

Figure V.15 : Comparaison entre le comportement viscoplastique du matériau déterminé expérimentalement (symboles) et prédit par le modèle (courbes) pendant et après la recristallisation sous les conditions de sollicitation présentées dans le Tableau V.3..... 128

Figure V.16 : Comparaison entre les valeurs mesurées et calculées (a) de la vitesse de déformation et (b) du niveau de déformation en fonction du temps lors d'une déformation viscoplastique assistée par la recristallisation (les six premières secondes) à 950°C sous 72 MPa, la ligne pointillée verticale représente la fin de la recristallisation..... 129

Figure A.1 : Dispositif expérimental de fluage axial à haute température sous vide secondaire (source : [Trego, 2011])..... 138

Figure A.2 : Géométrie des éprouvettes de fluage (pleine épaisseur des tôles)..... 139

Figure A.3 : Montage expérimental de l'éprouvette de fluage (source : [Trego, 2011])..... 139

Figure A.4 : Positionnement de l'extensomètre laser de part et d'autre de la machine de fluage (source : [Trego, 2011])..... 140

Figure A.5 : Résistivité du matériau obtenue en fonction de la température pendant le chauffage et le refroidissement à 1°C/min sur un matériau (Fe41%Ni) écroui de 30% au préalable 141

Figure A.6 : Variation de la longueur de la zone utile d'une éprouvette prélevée dans la direction de laminage, maintenue à 630°C sous 47 MPa, sur le matériau (Fe41%Ni) écroui de 30%..... 142

Figure B.1 : Machine Gleeble 1500D équipé d'un extensomètre de type LVDT, (1) une éprouvette cylindrique, (2) les tiges de quartz de l'extensomètre et (3) les mors de compression..... 143

Figure B.2 : Schéma de la mesure de déformation plastique par le déplacement des mors... 144

Figure B.3 : Évolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale (en valeurs absolues) lors de la déformation du Fe36%Ni à 950°C et à 0,44 s^{-1} 145

Figure B.4 : Couche d'oxydes de l'éprouvette (Fe36% Ni) déformée à 1050°C pendant 15 minutes sous vide primaire..... 146

Figure B.5 : Résultats de la modélisation de l'effet de la mise en tonneau sur la distribution des contraintes lors du fluage ultérieur 148

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Exemple de sollicitation dans l'emprise et en intercage (source : [Petit, 1995]) 11

Tableau II.1 : Matériaux et conditions de sollicitation pris pour la mise en évidence du phénomène RIP par des essais de fluage 20

Tableau II.2 : Matériaux et conditions de sollicitation pris pour la mise en évidence du phénomène RIP lors d'essais de chauffage sous charge 23

Tableau II.3 : Éléments microstructuraux impliqués dans la recristallisation et mécanismes de déformation qui leur sont éventuellement liés 34

Tableau III.1 : Composition chimique en pourcentages massiques de l'alliage Fe41%Ni (source : Aperam Alloy Imphy, 'Nuance N42') 43

Tableau III.2 : Composition chimique en pourcentages massiques de l'alliage Fe36%Ni (source : Aperam Alloy Imphy, les teneurs en C et en Nb sont très faibles mais les valeurs exactes n'ont pas été communiquées) 43

Tableau III.3 : Informations liées aux matériaux à l'état de réception 43

Tableau III.4 : Panorama de l'ensemble d'essais expérimentaux effectués dans cette étude avec les machines et les matériaux correspondants 48

Tableau IV.1 : Informations de l'ensemble des essais effectués dans l'étude de la recristallisation 51

Tableau IV.2 : l'ensemble des essais de fluage effectués sur Fe41%Ni écroui à froid 54

Tableau IV.3 : Déformations viscoplastiques totale observée sur les trois éprouvettes à la fin du premier et du deuxième plateau et aussi les différences entre les deux plateaux 71

Tableau IV.4 : Conditions expérimentales utilisées pour l'étude de la recristallisation et l'étude du comportement viscoplastique pendant et après recristallisation 75

Tableau V.1 : Caractéristiques expérimentales observées et cadre de la modélisation pour établir la loi de comportement phénoménologique 103

Tableau V.2 : Paramètres utilisés dans la loi de comportement phénoménologique 107

Tableau V.3 : Conditions expérimentales de pré-déformation et de fluage qui font partie du chargement illustré sur la Figure V.9 115

Tableau V.4 : Caractéristiques expérimentales et cadre de la modélisation pour établir la loi de comportement à variables internes 115

Tableau V.5 : Paramètres utilisés dans la loi d'écoulement (Eq. (V.16)) 121

Tableau V.6 : Paramètres utilisés dans l'équation de S^* (V.19) et l'équation évolutive de S (V.21) 122

Tableau V.7 : Paramètres utilisés dans l'évolution de X_{rex} (Eq. (V.22) et (V.24)) 122

Notations

Symbole	Notation
$\tilde{\sigma}$	Contrainte équivalente de von Mises
T	Température (en K)
$\tilde{\varepsilon}_{prestrain}$	Pré-déformation plastique
$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{prestrain}$	Vitesse de pré-déformation plastique
$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}$	Vitesse de déformation équivalente du matériau
$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}{}_{rex}$	Vitesse de déformation équivalente de la population des grains recristallisés
$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}{}_{unrex}$	Vitesse de déformation équivalente de la population des grains écrouis
$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{ss}$	Vitesse de déformation viscoplastique stationnaire du matériau recristallisé
$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{i}$	Vitesse de déformation viscoplastique initiale du fluage du matériau recristallisé
d	Taille de grain
μ	Module de cisaillement
b	Norme du vecteur de Burgers
D_v	Coefficient de diffusion en volume
D_b	Coefficient de diffusion aux joints de grains
D_0	Pré-facteur de diffusion en volume
k_B	Constante de Boltzmann
N	Exposant de fluage
Q_{vp}	Énergie d'activation de la déformation viscoplastique
R	Constante des gaz parfaits
Ω	Volume d'une lacune
X_{rex}	Fraction volumique des grains recristallisés
$\dot{X}_{rex}$	Évolution de X_{rex}
n	Exposant d'Avrami
t_{50pct}	Temps correspondant à X_{rex}=50%
Q_{rex}	Énergie d'activation de la recristallisation
τ	Temps caractéristique
ρ	Densité de dislocations
$\dot{\mathbf{T}}$	Tenseur des contraintes par rapport du temps
$\boldsymbol{L}$	Tenseur élastique du quatrième ordre
$\dot{\mathbf{E}}$	Tenseur de vitesse de déformation totale
$\dot{\mathbf{E}}^{\mathbf{vp}}$	Tenseur de vitesse de déformation viscoplastique
S	Résistance à la déformation viscoplastique
S_{rex}	Correspond à la résistance à la déformation, S, à l'état complètement recristallisé
S_{unrex}	Correspond à la résistance à la déformation, S, à l'état avant la recristallisation
S^*	Correspond à la résistance à la déformation, S, à l'état stationnaire.
$\dot{S}$	Évolution de S par rapport du temps
$\dot{H}_{hard}$	Taux d'écrouissage
$\dot{R}_{rex}$	Taux de recristallisation

Chapitre I : Introduction

I.1. Contexte industriel

L'exigence croissante du client sur la dimension des tôles métalliques, notamment pour les applications dans les domaines du transport et de l'énergie, demande une excellente maîtrise des procédés de la mise en forme. Pour le produit plat issu d'un train finisseur de laminage à chaud, une grande précision sur la largeur du produit est l'une des qualités importantes. Néanmoins, les variations de la largeur des tôles sont imparfaitement contrôlées aujourd'hui à cause de la déformation viscoplastique du matériau entre les cages du laminoir. De ce fait, les fabricants aujourd'hui prévoient toujours une largeur supérieure à la largeur demandée. Cette surlargeur introduit un surcoût considérable chaque année, Afin de réduire ce surcoût, une meilleure prédiction de la variation de la largeur des produits est nécessaire.

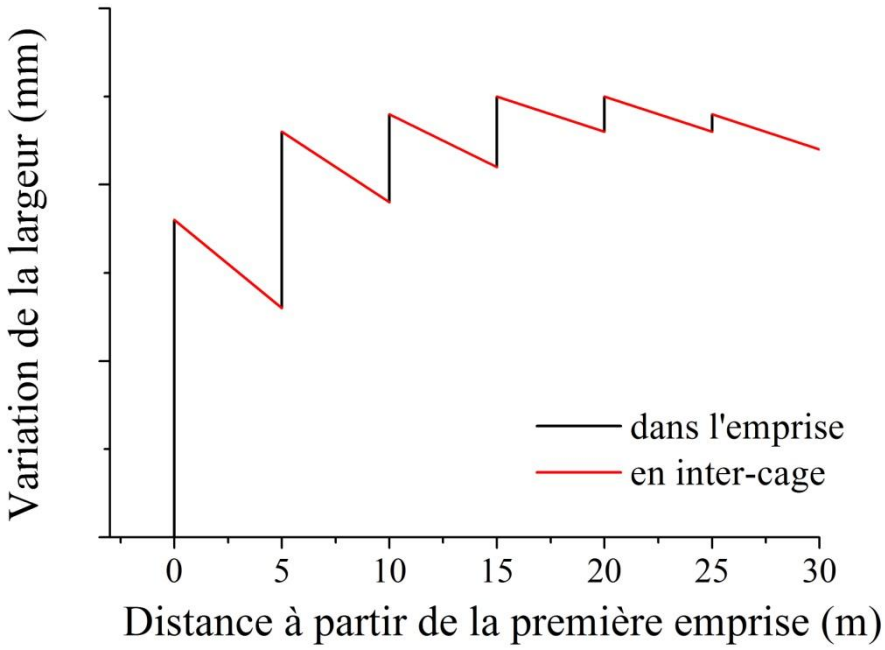


Figure I.1 : Schéma de la variation de la largeur de tôle le long de laminage à chaud

La Figure I.1 montre schématiquement la variation de la largeur d'une tôle au cours du laminage à chaud, impliquant les extensions de la largeur dans les emprises et les retraits en intercage. Dans les emprises, le matériau est déformé plastiquement dans l'épaisseur et, par conséquent, la largeur de la tôle croît légèrement, en particulièrement dans les trois premières emprises. En intercage, le matériau est soumis à une tension faible dans la direction de laminage, à de hautes températures. La réduction de la largeur est due à deux phénomènes différents : la contraction thermique et la déformation viscoplastique sous faible charge.

Le Tableau I.1 regroupe un exemple de conditions de sollicitation typiques appliquées dans les emprises et en intercage. De ce tableau, on souligne plusieurs faits liés respectivement à la contraction thermique et la déformation viscoplastique en intercage. Quant à la contraction

thermique, on remarque une baisse de la température en intercage à cause du refroidissement par rayonnement. Ceci introduit une contraction thermique volumique des tôles. A partir d'une base de données de 12 000 bobines, Poirier [Poirier *et al.*, 1998] a statistiquement identifié que la contraction thermique représente un tiers de la perte totale de largeur en intercage. En ce qui concerne la déformation viscoplastique, on constate que la température reste élevée en intercage, entre 975 et 855°C, ce qui favorise le fluage du matériau même sous contrainte faible. De plus, on note que le niveau de la déformation dans les emprises est considérable, impliquant un changement microstructural important dans l'emprise ainsi qu'en intercage. Ceci provoque des difficultés essentielles pour la prédiction de la déformation viscoplastique en intercage parce que la déformation viscoplastique est couplée avec l'évolution microstructurale, particulièrement la recristallisation.

Tableau I.1 : Exemple de sollicitation dans l'emprise et en intercage (source : [Petit, 1995])

Emprises							
Numéro de l'emprise	1	2	3	4	5	6	7
Déformation (%)	46	45	40	39	25	25	10
Vitesse de déformation (s^{-1})	7	14	31	61	82	126	99
Intercages							
Numéro de l'intercage	1-2	2-3	3-4	4-5	5-6	6-7	
Contrainte en traction (MPa)	5	10	15	14	20	8	
Température (°C)	975 ►955	955 ► 940	940 ► 921	921 ► 902	902 ► 877	877 ► 855	
Temps en intercage (s)	4,6	2,9	1,8	1,1	0,7	0,6	

La recristallisation, phénomène essentiel ici, a lieu rapidement en intercage et change brutalement la microstructure du matériau. La Figure I.2 présente schématiquement la variation géométrique du produit plat le long du laminoir à chaud, entre les deux premières emprises, ainsi que l'évolution microstructurale qui lui est associée. On peut voir que les gros grains sont écrasés lorsque la tôle est déformée dans la première emprise (à gauche). Ceci crée une force motrice pour la recristallisation du matériau. En intercage, les nouveaux grains grossissent aux dépens des anciens grains jusqu'à la fin de la recristallisation. Il semble que la déformation viscoplastique en intercage soit toujours sous-estimée par la loi conventionnelle d'écoulement, ce qui pourrait être dû à un couplage de l'écoulement avec la recristallisation.

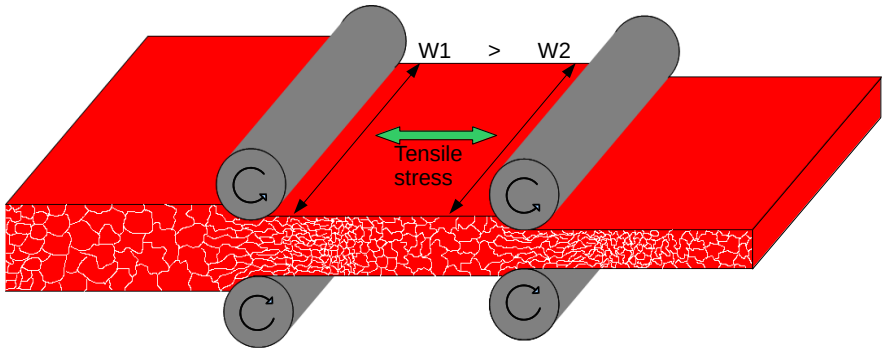


Figure I.2 : Schéma mettent en évidence la variation géométrique du produit plat le long de laminage à chaud et l'évolution microstructurale associée (W : largeur de la tôle)

Mitzushima [Mitzushima, 1996] a mesuré expérimentalement une perte de largeur de 7 mm à 1000°C sous une contrainte moyenne de traction de 30 MPa, sur un acier à faible teneur en carbone, en intercage F1-F2, comme le montre la Figure I.3. Compte tenu de la contraction thermique mentionnée ci-dessus, une perte de largeur de 5 mm serait due à la déformation viscoplastique. En prenant compte la largeur initiale de 1000 mm et un temps passé dans l'intercage F1-F2 de 5 secondes, la vitesse de déformation serait de l'ordre de 10^{-3} s^{-1}. Pourtant, cette vitesse de déformation ne peut pas être correctement prédite par la loi conventionnelle d'écoulement. Par exemple, une estimation simple a été faite en utilisant les données de déformation viscoplastique d'un acier 1%CrMoV avec une taille de grain de 100 micromètres (la nuance disponible sur les cartes des mécanismes de déformation [Frost et Ashby, 1982] et la plus proche de l'acier à faible teneur en carbone). Une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} est obtenue sous la même sollicitation (dans le régime de fluage dislocation à haute température), soit dix fois plus faible que celle mesurée dans l'intercage. Cette sous-estimation suggère que la loi conventionnelle d'écoulement n'est pas capable de prévoir précisément cette déformation viscoplastique en intercage, qui pourrait être assistée par la recristallisation.

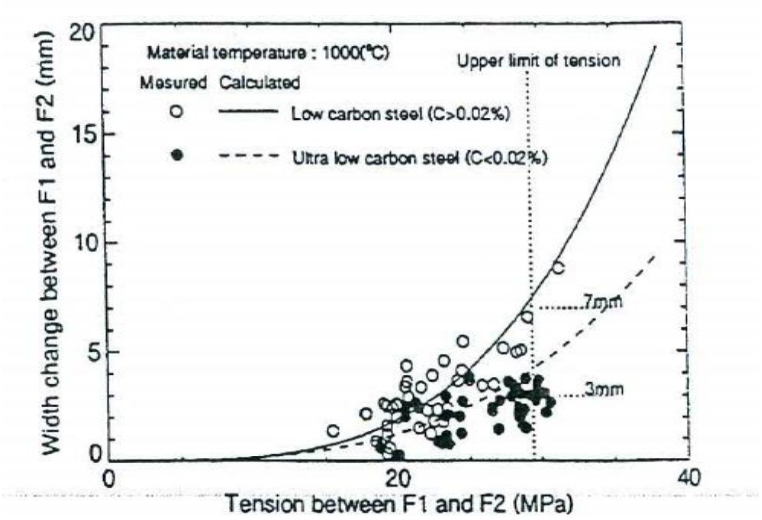


Figure I.3 : Données expérimentales liées à la réduction de la largeur des tôles à 1000°C pour deux nuances à faible teneur de carbone en intercage F1-F2 (Source : [Mitzushima, 1996])

De ce fait, la bonne maîtrise de largeur des tôles en intercage nécessite une compréhension plus fine de la déformation viscoplastique assistée par la recristallisation sous les conditions industrielles et la construction d'un modèle applicable sur l'ensemble des aciers avec une précision satisfaisante.

I.2. Problématique scientifique

Pendant la recristallisation sous faibles contraintes, une accélération de la déformation viscoplastique liée à la recristallisation a déjà été observée. Ce phénomène, connu sous le terme anglais de « Recrystallisation-Induced Plasticity » (**RIP**), repose sur des mécanismes qui ne sont pas clairement identifiés. Il convient de distinguer ce RIP de la déformation viscoplastique assistée par la recristallisation *dynamique*. Cette dernière est abondamment documentée dans la littérature. La différence essentielle entre les deux phénomènes est liée à la force motrice de la recristallisation : la force motrice du RIP provient de la pré-déformation et celle dans le cas de la recristallisation dynamique provient de la déformation instantanée.

Le phénomène RIP consiste en un couplage entre la déformation viscoplastique et l'évolution microstructurale associée à la recristallisation. Pendant la recristallisation, les nouveaux grains grossissent aux dépens des anciens grains, résultant en un changement statistique des caractéristiques microstructurales, telles que la taille de grains, la densité de dislocations et en un aspect dynamique lié à la migration des joints de grains. A cause de l'évolution microstructurale, la déformation viscoplastique pourrait se produire d'une manière différente sous une même sollicitation mécanique. Par exemple, la déformation viscoplastique pourrait être dominée par la diffusion lorsque la taille des grains recristallisés est petite, ou par le glissement et la montée des dislocations sous certaines conditions. De plus, la migration des joints de grains pourrait probablement contribuer en partie à la déformation. De ce fait, le phénomène RIP pourrait être un résultat de la coexistence de plusieurs mécanismes, qui sont associés à l'évolution des caractéristiques microstructurales pendant la recristallisation.

A ce jour, les données expérimentales liées au couplage entre la déformation viscoplastique et la recristallisation sont relativement limitées dans la littérature. Le(s) mécanisme(s) prépondérant(s) n'est (ne sont) pas encore clair(s) et, par conséquent, aucun modèle n'est disponible.

I.3. Objectifs

Cette étude a comme objectifs principaux la compréhension de ce phénomène RIP dans des alliages austénitiques et le développement des cadres constitutifs de modélisation basés sur les mécanismes physiques identifiés. Pour cela, une étude expérimentale est nécessaire pour la mise en évidence du phénomène RIP et la caractérisation des microstructures qui lui sont associées. Les résultats expérimentaux doivent permettre de formuler au premier ordre les hypothèses quant aux mécanismes sous-jacents au RIP. Compte tenu des résultats

expérimentaux, le développement des modèles est ensuite entrepris, en vue de l'interprétation du phénomène RIP et de la quantification des contributions des mécanismes considérés.

I.4. Structure du manuscrit

Étant donné que cette étude aborde un phénomène encore rarement étudié, ce mémoire commence par une revue bibliographique (**Chapitre II**), qui nous permet de poser les pré-requis nécessaires à la compréhension des notions citées dans cette étude. Dans ce chapitre, les mises en évidence expérimentales du phénomène RIP sur des matériaux différents sont tout d'abord présentées. Un bref panorama des principaux mécanismes mis en jeu dans le phénomène RIP est ensuite donné, impliquant la recristallisation et la viscoplasticité. Les mécanismes sous-jacents mentionnés dans la littérature sont explorés à la fin de ce chapitre.

Le **Chapitre III** est dédié à la présentation de la méthodologie appliquée dans cette étude, impliquant le choix des matériaux et du domaine des conditions de sollicitation, le choix des conditions des essais thermomécaniques et la démarche du travail de modélisation.

Conformément à cette méthodologie, le **Chapitre IV** décrit les deux campagnes expérimentales, effectuées respectivement dans deux domaines de température, avec des histoires thermomécaniques différentes. Chaque campagne expérimentale est composée d'une étude de la recristallisation et d'une étude du comportement viscoplastique du matériau, en cours de recristallisation.

Le **Chapitre V** est dédié au travail de modélisation. Deux lois de comportement ont été développées pour la compréhension du phénomène du RIP et aussi pour l'estimation de la déformation correspondante. La première consiste en une loi de comportement phénoménologique, qui traite le matériau comme composé de deux « phases » et la deuxième traite la microstructure comme celle d'un matériau homogène, qui évolue selon les lois évolutives de variables internes.

Chapitre II : Revue bibliographique

Le phénomène de « la déformation viscoplastique sous faible contrainte assistée par la recristallisation (RIP) » est à ce jour un sujet rarement étudié et il existe très peu de données dans la littérature. Les mises en évidence expérimentales disponibles sont d'abord explorées en détail (Sous-chapitre II.1). Ceci permet de comprendre que ce phénomène est incontournable sur de nombreux métaux sous certaines sollicitations et également de souligner les conditions nécessaires susceptibles de le déclencher. C'est sur la base de ces informations que le détail de la recristallisation et des mécanismes de déformation viscoplastique liés au phénomène RIP est alors bien ciblé. Un tour d'horizon de la recristallisation et de la viscoplasticité associée est présenté dans le Sous-chapitre II.2. Ensuite, le Sous-chapitre II.3 montre que certains phénomènes, liés à l'évolution microstructurale pendant la recristallisation, pourraient être éventuellement les causes, majeures ou mineures, du phénomène RIP.

II.1. Mise en évidence et interprétation actuelle du phénomène

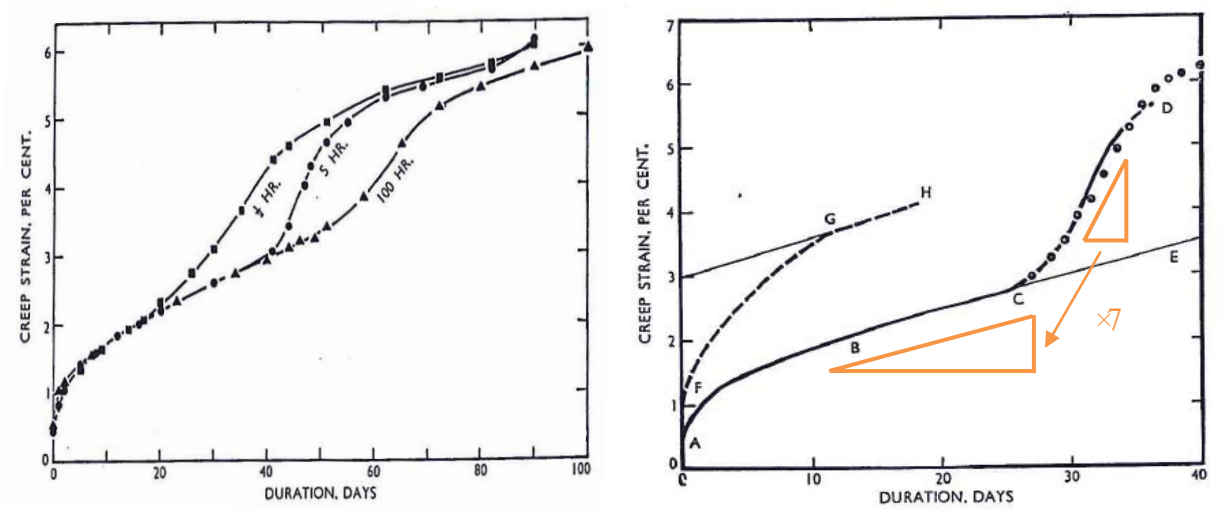
Le phénomène RIP n'est pas nouveau et la littérature montre que, sous certaines conditions, le RIP est observable sur de nombreux métaux, tels que le plomb, le nickel, l'or, certains aciers et l'aluminium. Les premières mises en évidence publiées remontent aux années 50 et 60 [Gifkins, 1958, Hardwick *et al.*, 1961, Richardson *et al.*, 1966]. A cette époque, ce phénomène a été identifié lors d'essais de fluage. Il s'exprime par une accélération de la déformation viscoplastique pendant le fluage en régime stationnaire sur un matériau recuit (partiellement ou complètement). A partir de l'étude du comportement macroscopique et d'observations microstructurales, il est prouvé que cette accélération de la déformation est associée à la recristallisation. L'interprétation la plus représentative est celle donnée par Gifkins [Gifkins, 1958], qui en conclut que le comportement viscoplastique des grains recristallisés dans le domaine transitoire joue un rôle important, cependant aucun modèle n'est présenté.

Plus récemment, plusieurs études abordent ce sujet à nouveau parce que le phénomène RIP est incontournable lors du chauffage sous charge des matériaux écrouis [Yin et Zhou, 1990, Han *et al.*, 2005, Estrin, 2006, Hutchinson *et al.*, 2010, Vu et Pineau, 2010, Huang *et al.*, 2012]. La déformation (visco)plastique produite par la recristallisation statique est, pour la première fois, officiellement nommée « Recrystallisation-Induced Plasticity (RIP) » dans l'étude de Yin [Yin et Zhou, 1990]. Pour la plupart des auteurs, l'écoulement par diffusion de matière est considéré comme la principale cause du phénomène RIP. Certaines études expérimentales représentatives et leurs interprétations sont explorées en détail dans les paragraphes suivants.

II.1.1. Observations expérimentales

L'étude de Gifkins [Gifkins, 1958] a porté sur le plomb pur, qui a été déformé par extrusion à la température ambiante puis recuit partiellement à différents niveaux sur différentes durées à 100°C. Juste après, des essais de fluage sont effectués, toujours à 100°C, sous une contrainte nominale de 2,7 MPa. A cause de la différence d'énergie emmagasinée après ces recuits partiels avant les essais de fluage, la recristallisation a dû être déclenchée à des moments différents lors des essais de fluage. Comme le montre la Figure II.1 (a), les courbes de fluage sont similaires au début des essais même si les niveaux de recuit ne sont pas identiques. Ensuite, l'accélération de la déformation apparaît après l'établissement du régime stationnaire de fluage ; le démarrage de l'accélération diffère de l'un à l'autre selon le temps de pré-recuit. On peut constater que plus le temps de pré-recuit est long, plus l'accélération démarre tard. En fait, à cause de l'énergie emmagasinée plus faible après un long pré-recuit, l'incubation de la recristallisation doit être plus longue. Ceci confirme que l'accélération de la déformation pourrait être liée à la recristallisation pour ces conditions. Par ailleurs, les données expérimentales montrent également que les pré-recuits à différents niveaux modifient faiblement le comportement en fluage dans le régime transitoire.

Afin de comprendre cette déformation accélérée, d'autres essais comparatifs ont été conçus et réalisés dans cette même étude. La Figure II.1 (b) représente un essai de fluage (courbe ABCD) suivi par un autre essai de fluage (FGH) sur une même éprouvette, sous la même sollicitation mais dans deux états différents. Dans le premier essai de fluage, une éprouvette avec un état partiellement recuit présente un régime de fluage transitoire (AB), ensuite un régime stationnaire (BC) suivi par l'accélération de la déformation (CD). La courbe CE est l'extrapolation de la courbe BC et l'écart (DE) entre les courbes CD et CE est associé à l'effet de la recristallisation. Lorsque la déformation a atteint le point D, l'éprouvette a été déchargée et complètement recuite sans charge à 100°C pendant 6 heures. Après cela, un deuxième essai de fluage a été effectué sur cette éprouvette et la réponse macroscopique consiste en un comportement de fluage transitoire (FGH). En comparant le niveau de la déformation DE avec celui de FGH, l'auteur remarque que la déformation supplémentaire produite pendant la recristallisation (DE) possède un ordre de grandeur similaire à celui du fluage transitoire observé sur l'état complètement recuit (FGH). De ce fait, l'auteur conclut que les grains recristallisés induisent un régime de fluage transitoire, qui est la principale cause de l'accélération de la déformation. De plus, à partir de ces résultats, on peut remarquer sur la Figure II.1 (b) que la vitesse de déformation moyenne dans la phase d'accélération est supérieure d'environ 7 fois par rapport à celle de fluage secondaire.



(a) (b)

Figure II.1 : (a) Essais de fluage sous une contrainte nominale de 2,7 MPa en traction à 100°C sur des éprouvettes de plomb pur, qui sont précédemment recuites partiellement à 100°C (b) essai de fluage sous 2,7 MPa à 100°C (ABCD, le temps de pré-recuit n'est pas communiqué). Lorsque la déformation atteint le point D, l'éprouvette est déchargée et recuite à 100°C pendant 6 heures, ensuite elle est rechargée, flue sous la même sollicitation et donne la courbe FGH (source : [Gifkins, 1958])

Les autres essais [Hardwick *et al.*, 1961] relèvent le même type d'accélération de la déformation sur l'or pur (99,99%) et le nickel pur (99,96%). L'accélération de la déformation a été mise en évidence lors d'essais de fluage en compression sur l'état recuit. Sur les Figure II.2 (a) et (b), les courbes sur l'or et sur le nickel sont en vitesse de déformation, non comparables directement à celles sur le plomb, exprimées en déformation. On peut voir qu'un pic de l'accélération de la déformation est identifié pour l'or et quatre au total le sont pour le nickel lorsqu'une déformation totale de 16% est atteinte. La vitesse de fluage maximum (valeur de pic) peut atteindre des valeurs supérieures d'un ordre de grandeur par rapport à la vitesse juste avant accélération. Pour l'or, on constate que le régime de fluage stationnaire n'est pas réellement atteint, sauf sous 1,4 MPa. Pour le nickel pur, la vitesse juste avant les accélérations n'est pas toujours la même. Les informations de la variation de la section de l'éprouvette ne sont pas communiquées. Dans cette étude, ni examen métallographique ni interprétation physique concernant l'évolution de la vitesse de déformation ne sont mentionnés.

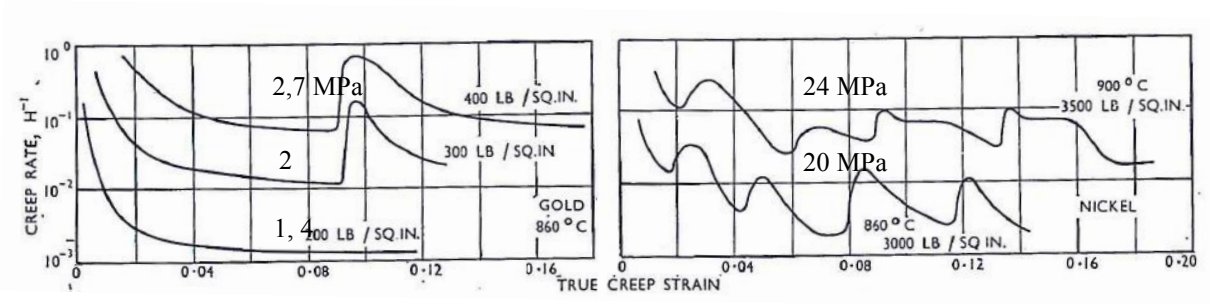


Figure II.2 : Vitesses de fluage sous une contrainte nominale constante en compression (a) de l'or à 860°C sous 2,7 MPa (400lb/sq.in), 2 MPa (300 lb/sq.in) et 1,4 MPa (200 lb/sq.in), (b) des nickel à 900°C sous 24MPa et à 860°C sous 20 MPa, respectivement (source : [Hardwick *et al.*, 1961]**)**

Une autre mise en évidence du phénomène RIP a été réalisée lors d'essais de fluage en compression sur le nickel pur recuit avec une taille de grains moyenne de 200 µm [Richardson *et al.*, 1966]. L'intervalle de température entre 800 et 965°C et plusieurs valeurs de contrainte constante entre 12 et 27 MPa ont été choisis. La Figure II.3 présente le stade de fluage stationnaire interrompu par l'accélération de la déformation. Des observations menées par microscopie optique et par microscopie électronique en transmission, sur les éprouvettes traitées à 900°C, révèlent que l'accélération de la déformation est associée à l'évolution microstructurale pendant la recristallisation. De plus, les nouveaux grains se trouvent seulement aux joints des grains écrouis, indiquant que la recristallisation discontinue est prédominante (section II.2.1). Aucun petit germe n'a été observé par microscopie électronique en transmission à la limite de grandissement. Les effets d'impureté sur la cinétique de recristallisation et la migration des joints de grains sont considérés comme importants, mais les mécanismes régissant l'accélération de la déformation ne sont pas abordés.

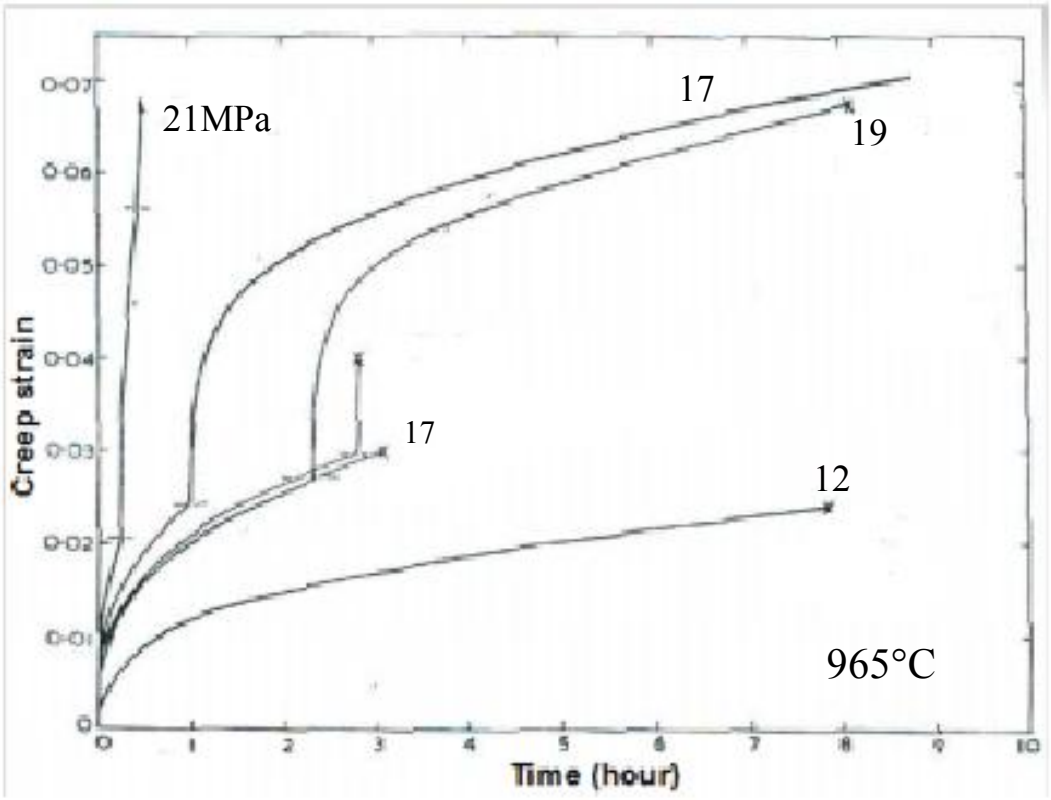


Figure II.3 : Essais de fluage assistés par la recristallisation à 965°C sous des contraintes nominales constantes sur du nickel pur recuit. (source : [Richardson *et al.*, 1966])

Les trois études présentées ci-dessus impliquent la mise en évidence du phénomène RIP par des essais de fluage et les informations comparatives sont rassemblées dans le Tableau II.1. On peut constater que toutes les études ont été faites sur des métaux austénitiques avec une taille de grains relativement grande : de 0,13 à 5 mm. L'intervalle de température des essais se trouve entre 0,6 et 0,85 fois de la température de fusion. Les contraintes appliquées sont assez faibles pour que la mise en charge soit effectuée dans le régime élastique.

Tableau II.1 : Matériaux et conditions de sollicitation pris pour la mise en évidence du phénomène RIP par des essais de fluage

Références	Information des matériaux				Sollicitation	
	Matériaux	Structure cristalline	État initial	Taille de grain	Température (℃) (température homologue)	Contrainte appliquée (MPa)
[Gifkins, 1958]	Plomb	CFC[1]	Recuit partiellement	Après : 5 mm	100 (0,62)	2,7
[Hardwick *et al.*, 1961]	Or	CFC	Recuit	Avant : 0,47 mm Après : 0,75 mm	860 (0,85)	1,4-2,7, en compression
	Nickel	CFC	Recuit	Avant : 0,13 mm Après : 0,35 mm	860-900 (0,63-0,7)	20-24, en compression
[Richardson *et al.*, 1966]	Nickel	CFC	Recuit	Avant : 0,2 mm	965 (0,72)	12-27

[1] : cubique à faces centrées

Les études suivantes ont mis en évidence le phénomène RIP avec une autre approche expérimentale. Il s'agit d'essais de chauffage sous charge constante d'un matériau écroui. Le matériau est préalablement déformé à froid et il n'est pas stable aux températures intermédiaires ou élevées grâce à l'énergie emmagasinée importante. Par conséquent, le matériau recristallise au cours du chauffage.

L'étude de Yin [Yin et Zhou, 1990] a porté sur un acier maraging 18Ni dans le domaine austénitique, qui a été recuit à 820°C pendant une heure pour effacer la structure écrouie initiale. Ensuite, les éprouvettes ont été déformées à froid avec des niveaux d'écrouissage différents : 40, 60 et 70% (correspondant aux courbes a, b et c sur la Figure II.4). Ensuite, les éprouvettes sont chauffées sous une contrainte nominale constante de 55 MPa. La contrainte d'écoulement dans les conditions de sollicitation n'est pas communiquée. La Figure II.4 présente la variation de la température et la variation de la longueur des éprouvettes. Les températures d'austénitisation et de recristallisation ont été respectivement identifiées à 720°C et 730°C pour toutes les éprouvettes, quel que soit le taux d'écrouissage. À l'aide de cette information, les courbes de la variation de la longueur peuvent être interprétées comme suit : la partie de α à γ correspond à la dilatation thermique, la partie de γ à G est associée à la déformation assistée par la recristallisation, et la dernière entraîne une accélération de la déformation assez abrupte. L'auteur a souligné que plus le niveau initial de l'écrouissage est important, plus l'augmentation de la longueur de l'éprouvette est grande.

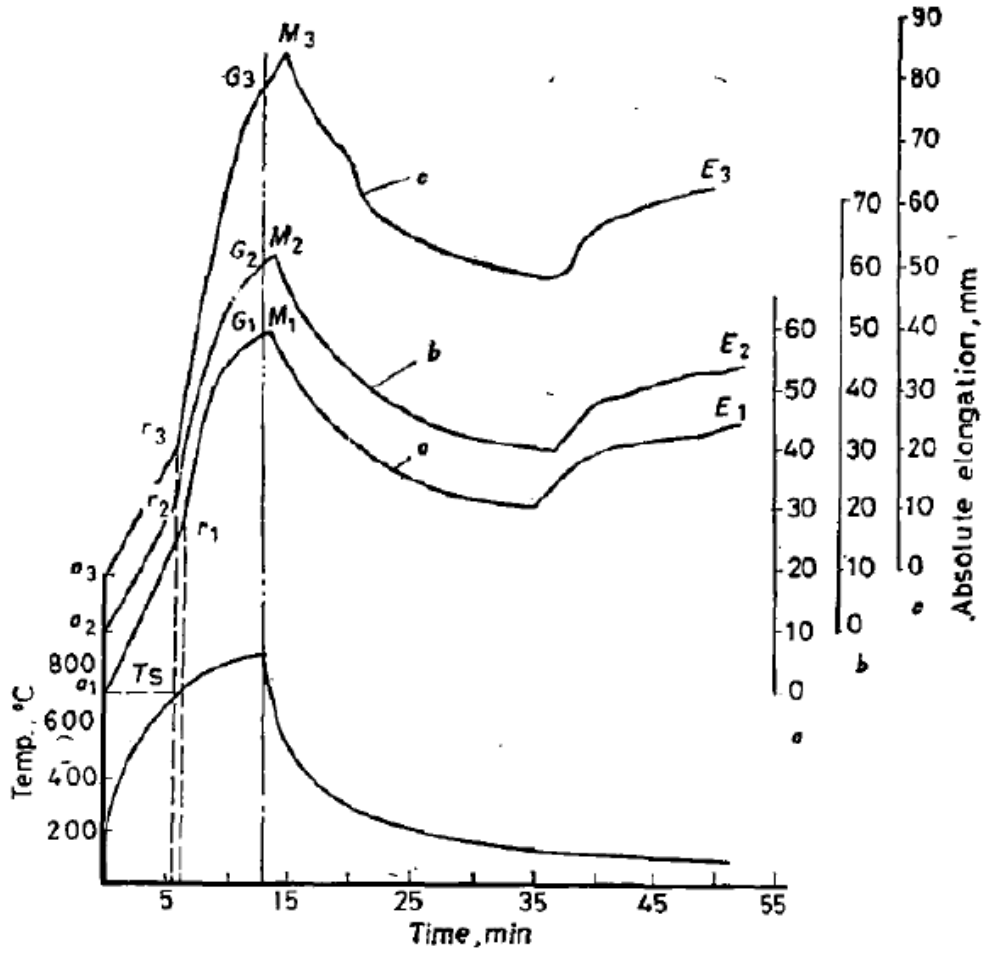
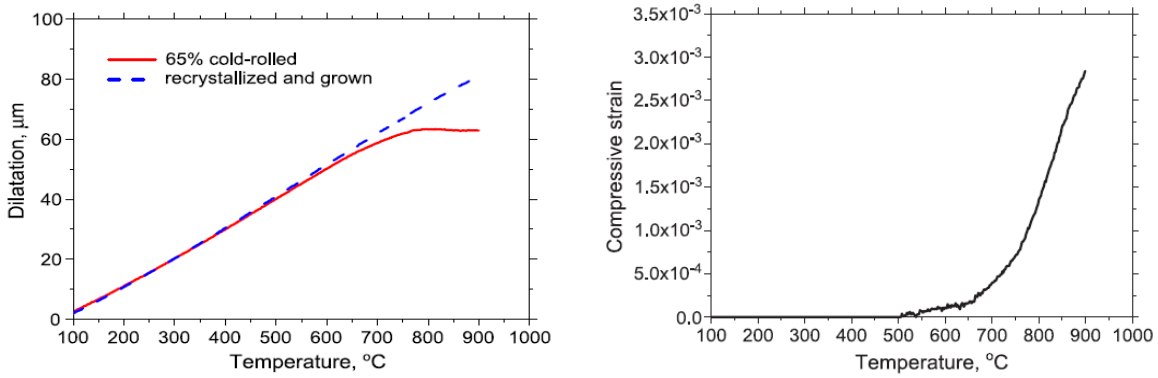


Figure II.4 : Essais de chauffage à 55°C/min sous une contrainte de traction de 55 MPa sur un acier maraging : la courbe en bas représente l'évolution de la température, les trois courbes en haut (a, b, c) représentent respectivement la variation de la longueur de l'éprouvette écrouie de 40%, 60% et 70%. (source : [Yin et Zhou, 1990]**)**

Cependant, l'auteur n'a pas fait référence à la transformation de phase au cours du chauffage, pourtant elle est assez évidente au refroidissement. En effet, l'accélération de la déformation est probablement associée à la fois à l'effet du RIP ainsi qu'à l'effet de la transformation de phase. En conséquence, les résultats pourraient surestimer l'effet RIP. Comme la déformation assistée par l'ensemble de la recristallisation et de la transformation de phase peut être un sujet encore plus complexe que le phénomène RIP considéré dans cette étude, il serait préférable de choisir un matériau sans transformation de phase afin d'isoler le phénomène d'intérêt.

Han et al. [Han *et al.*, 2005] ont travaillé sur un acier à faible teneur en carbone, écroui de 65% par laminage à froid. Deux cycles thermomécaniques ont été effectués : le premier cycle a été réalisé sur un matériau à l'état écroui conduisant à une recristallisation, et le deuxième consiste à chauffer le matériau qui a ainsi été précédemment complètement recristallisé. Pour chaque cycle, le matériau a été chauffé à 1°C/s jusqu'à 900°C sous une contrainte compressive de 3 MPa dans la direction de laminage. Selon les auteurs, la différence de la variation de la longueur entre les deux cycles est causée par le phénomène RIP. En comparant

la variation de longueur lors des deux cycles, comme le montre la Figure II.5 (a), on constate qu'une déformation permanente est visible au cours du premier cycle à partir de 650°C environ, qui correspond à la température au début de la recristallisation et de la croissance des grains. La Figure II.5 (b) montre cette déformation compressive induite lors du premier cycle en fonction de la température. Dans cette étude, des essais interrompus suivis par des observations en microscopie optique ont montré que la déformation plastique est linéairement proportionnelle à la taille de grain moyenne. De cette observation, l'auteur conclut que cette déformation mesurée est liée à la migration des joints de grains pendant la recristallisation et la croissance des grains.



(a) (b)

Figure II.5 : (a) Essais de chauffage 1°C/s sous une contrainte compressive de 3 MPa sur un acier à faible teneur en carbone à l'état écroui (premier cycle, la courbe rouge) et à l'état complètement recristallisé (second cycle, la courbe bleue), (b) déformation compressive de l'éprouvette lors du premier cycle (source : [Han *et al.*, 2005]**)**

Ce phénomène RIP a été mentionné sur d'autres matériaux écrouis, lors d'un chauffage sous charge [Estrin, 2006, Hutchinson *et al.*, 2010, Vu et Pineau, 2010, Huang *et al.*, 2012]. Les matériaux impliqués sont un alliage Fe-3%Si, un alliage d'aluminium AA3103, un acier bas carbone calmé à l'aluminium et un acier IF. Les détails sont regroupés dans le Tableau II.2. On peut constater que, sous une charge faible ou intermédiaire, le phénomène RIP existe dans l'intervalle de température homologue compris entre 0,45 et 0,68 pour les aciers, et entre 0,61 et 0,67 pour l'aluminium. Cet intervalle de température homologue est légèrement plus bas que celui observé sur les matériaux recuits puis testés en fluage, grâce à l'énergie emmagasinée plus importante issue de l'écrouissage. La taille de grain moyenne affichée se trouve entre 10 et 120 micromètres, plus petite que celle du nickel, de l'or et du plomb utilisés lors des essais de fluage présentés précédemment.

Tableau II.2 : Matériaux et conditions de sollicitation pris pour la mise en évidence du phénomène RIP lors d'essais de chauffage sous charge

Références	Matériaux			Essais de chauffage sous charge			
	Nom	Niveau d'écrouissage (%)	Taille de grain moyenne (µm)	Vitesse de chauffage (°C/min) et T maximum (°C)	T °C de la recristallisation (T homologue) et phase correspondante	Contrainte appliquée (MPa) et mode de chargement	Direction du chargement
[Yin et Zhou, 1990]	Acier maraging 18Ni	40, 60 et 70, laminage à froid	NC[c]	55 830	730 – 830 (0,58 – 0,64) γ	55 traction	NC
[Han *et al.*, 2005]	Acier à faible teneur en carbone	65, laminage à froid	20 – 70	60 900	650 – 900 (0,53 – 0,68) γ + α'	3 compression	Sens du laminage
[Estrin, 2006]	Fe-3%Si	80, NC	NC	5 1000	500 – 800 (0,45 – 0,62) α+ γ	16 et 29 compression	Sens du laminage
[Vu et Pineau, 2010]	Acier à bas carbone calmé à l'aluminium	70, laminage à froid	10 - 20	20 700	550 – 700 (0,47 – 0,56) α	10 - 50	Sens du laminage
[Hutchinson *et al.*, 2010]	Alliage d'aluminium AA3103	NC	50 - 120	1 600	300 – 350 (0,61 – 0,67) α	Sous son propre poids	Affaissement sous son propre poids
[Huang *et al.*, 2012]	Acier IF[a]	50, laminage à froid	NC	6 760	600 -760 (0,51 – 0,60) α	3 compression	Même sens que la déformation de compression précédente

[a] Acier « sans interstitiel »
[b] Une température de 1450°C est prise comme température de fusion des aciers et 638°C pour l'aluminium
[c] NC : non communiqué

II.1.2. Interprétation actuelle du phénomène RIP

Parmi les études ci-dessus, certaines interprétations ont été données en s'appuyant sur l'étude du comportement macroscopique ainsi que des caractéristiques microstructurales qui lui sont associées.

Dans l'étude réalisée sur le plomb avec une taille de grains élevée de l'ordre de 5 mm [Gifkins, 1958], les observations menées par microscopie optique montrent très peu de germes et une rapide croissance des grains. Cette durée de la germination et de la croissance des grains jusqu'à une taille de 5 mm est plus courte que la durée correspondant au phénomène RIP, où la vitesse de déformation reste élevée. Ceci suggère que l'accélération de la déformation n'est pas uniquement associée à la germination et à la croissance de grains. L'essai comparatif (Figure II.1(b)) révèle que la déformation liée au RIP présente un ordre de grandeur assez proche de celle du fluage transitoire à l'état recuit. C'est sur la base de cette observation que **la contribution du fluage transitoire des grains recristallisés** est considérée comme importante. Cette remarque est supportée par les courbes obtenues par [Hardwick *et al.*, 1961, Richardson *et al.*, 1966].

Les autres études ont porté sur des matériaux avec une taille de grain plus petite, de l'ordre de 10 à 100 micromètres. La plupart des auteurs tentent d'interpréter le RIP par la diffusion de matière pendant la recristallisation. Selon [Estrin, 2006, Huang *et al.*, 2012], **la diffusion atomique sous charge** est considérée comme l'origine physique du RIP. Les mécanismes d'écoulement par diffusion (Nabarro-Herring ou Coble) ne sont cependant pas précisés. Vu et Pineau [Vu et Pineau, 2010] ont précisé que l'écoulement par diffusion aux joints de grains (Coble) doit être la cause principale du phénomène RIP étant donné que la diffusion aux joints des germes pourrait accélérer la déformation. L'interprétation donnée par Han et al. [Han *et al.*, 2005] revient aussi au mécanisme de diffusion aux joints de grains. Ils considèrent le fait que les joints de grains sont en migration pendant la recristallisation et ils interprètent le RIP par « la diffusion aux joints de grains en migration », qui causerait une déformation supplémentaire observée au cours de la recristallisation. Sous cette hypothèse, un modèle constitutif est proposé [Han *et al.*, 2008].

Dans ce modèle, les auteurs supposent que l'effet RIP se traduit par un fluage de type Coble mais plus rapide. Selon les auteurs, le coefficient de diffusion effectif aux joints de grains mobiles serait plus important que celui aux joints de grains stationnaires. C'est dans ce contexte que la diffusion des atomes sous la charge appliquée, le long des joints des grains pendant la recristallisation causerait une déformation supplémentaire par rapport au régime de Coble conventionnel. Cette hypothèse de régime de Coble accéléré a été exprimée par l'équation (II.1), où la vitesse de déformation résulte de deux termes. Le terme de droite représente le régime de Coble conventionnel et le terme de gauche indique la vitesse de déformation supplémentaire du fait que les joints de grains sont en migration. Il utilise les lois de Fick à travers le joint de grains en migration, en supposant que le flux de lacunes est « gelé » en aval du joint en migration. S'il n'y pas de recristallisation ou de croissance de grains, le terme de gauche vaut zéro et le régime de Coble conventionnel contrôle seul la déformation viscoplastique sous faible contrainte. Les résultats révèlent que, pendant la recristallisation, le terme de droite est plus faible par rapport au terme de gauche et le comportement du matériau peut être exprimé essentiellement par le terme de gauche.

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} = \frac{C_1}{\delta}\frac{\dot{d}}{d}\frac{\tilde{\sigma}\Omega}{k_B T} In\left(\frac{1}{d}\right)\exp\left(-\frac{Q_f}{k_B T}\right) + \frac{C_2}{\pi}\frac{\tilde{\sigma} D_b^s \tilde{\sigma}\Omega}{d^3 k_B T} \qquad \text{(II.1)}$$

avec,

- C_1 et C_2, des paramètres du modèle
- d, la taille de grains recristallisés
- $\tilde{\sigma}$, la contrainte équivalente de von Mises
- k_B, la constante de Boltzmann
- T, la température absolue
- Q_f, l'enthalpie de formation des "lacunes aux joints de grains" (d'après l'auteur)
- δD_b^s, le coefficient de diffusion le long des joints de grains (immobiles)
- δ, l'épaisseur des joints des grains
- Ω, le volume d'une lacune

II.1.3. Discussion

II.1.3.1. Avantages et inconvénients de chaque méthode expérimentale pour l'étude du RIP

Toutes les mises en évidence du phénomène RIP mentionnées plus haut ont été réalisées de deux manières différentes avec chacune ses propres avantages et inconvénients.

- L'essai de chauffage sous charge est le moyen le plus direct et rapide pour mettre en évidence de ce phénomène. Mais les inconvénients sont aussi évidents. Étant donné que c'est un essai non-isotherme, les mécanismes de viscoplasticité ainsi que la cinétique de recristallisation, qui peuvent évoluer en fonction de la température, sont expérimentalement difficiles à identifier, ainsi que par exemple les énergies d'activation associées. En conséquence, la formulation d'un modèle représentant ces essais est compliquée et certaines hypothèses sont éventuellement nécessaires afin de simplifier la problématique. Cette complexité est indésirable, surtout que le phénomène RIP lui-même est déjà complexe.

- Étant isotherme, l'essai de fluage permet d'identifier plus facilement le régime de fluage par l'énergie d'activation et la dépendance de la vitesse de déformation vis-à-vis de la contrainte. De plus, l'étude de la cinétique de recristallisation est plus facile à effectuer à une température constante. L'inconvénient principal de cette méthode est qu'il est difficile à savoir *a priori* quelle température et quelle durée d'essai il faut viser. En effet, on pourra ne pas être capable d'observer la recristallisation à une température très élevée où le matériau recristallise très rapidement, inversement la recristallisation n'est pas nécessairement activée à une température très basse. En plus de la température, la cinétique de recristallisation dépend également de l'état du matériau. Ce dernier pourra donc faire varier la température critique et la cinétique de recristallisation. Il faut donc déterminer la cinétique de recristallisation avant de dimensionner les essais de fluage. Dans cette étude, la mise en évidence du RIP a été faite par des essais isothermes et les détails de ce choix sont présentés dans le Chapitre III.

II.1.3.2. Conditions susceptibles de déclencher le phénomène RIP

En termes de sollicitations, la mise en évidence du RIP a été faite dans un domaine de température homologue compris entre 0,6 et 0,8 sur un matériau recuit. Cet intervalle de température est décalé vers des valeurs plus faibles, entre 0,47 et 0,68, quant aux essais sur les matériaux écrouis. Ce décalage peut être lié aux différents niveaux de l'énergie emmagasinée dans le matériau recuit et écroui, et aussi aux caractéristiques microstructurales différentes après la déformation à chaud et à froid. La contrainte appliquée, entre 1,4 et 55 MPa, est assez faible pour que la mise en charge (assez rapide) soit dans le régime élastique. Pour les matériaux étudiés, la recristallisation discontinue est prédominante, c'est-à-dire que de petits germes se forment aux joints de grains et croissent au détriment des grains écrouis. A ce jour,

à notre connaissance, aucune publication ne mentionne l'observation du phénomène RIP assisté par la recristallisation continue.

La vitesse de déformation moyenne correspondant au RIP est quantifiée dans certaines études. On ne peut pas comparer les valeurs absolues les unes aux autres, du fait que les matériaux et les conditions de sollicitation ne sont pas pareils. Cependant, on remarque que cette vitesse est supérieure d'un ordre de grandeur par rapport à celle du fluage en régime secondaire pour un même matériau recristallisé sous la même sollicitation. Ceci est cohérent avec le fait qu'en intercage (voir le Chapitre I), la vitesse de déformation mesurée est une dizaine de fois plus élevée que la prédiction de vitesse de fluage secondaire du matériau recristallisé sous la même sollicitation. Grâce à cette information, l'ordre de grandeur du RIP est maintenant ciblé.

II.2. Phénomènes et mécanismes physiques associés

Afin d'introduire les principales notions mises en œuvre dans la présente étude, en termes de recristallisation et de déformation viscoplastique, cette partie donne un tour d'horizon des phénomènes physiques associés et des mécanismes mis en jeu dans les conditions des sollicitations ciblées après le Sous-chapitre précédent. Pour plus de détails, le lecteur pourra consulter les deux références [Humphreys et Hatherly, 2004] et [Frost et Ashby, 1982].

II.2.1. Recristallisation

Les pré-requis utiles à la compréhension de la recristallisation sont présentés en trois parties. La première partie précise les notions de la base de la recristallisation, y compris les définitions des différents types de recristallisation. La cinétique de recristallisation, qui est une notion très importante dans cette étude, est enfin illustrée et suivie par une présentation de la recristallisation en intercage du laminoir.

Généralités

Les phénomènes principaux impliqués lors d'un recuit sont présentés sur la Figure II.6 avec l'évolution microstructurale qui leur est liée. L'énergie emmagasinée, sous la forme de dislocations, est générée lorsque le matériau est déformé. Ce matériau est thermodynamiquement instable à la température de recuit considérée. La restauration et la recristallisation constituent deux processus successifs pour abaisser l'énergie emmagasinée et rendre la structure plus stable.

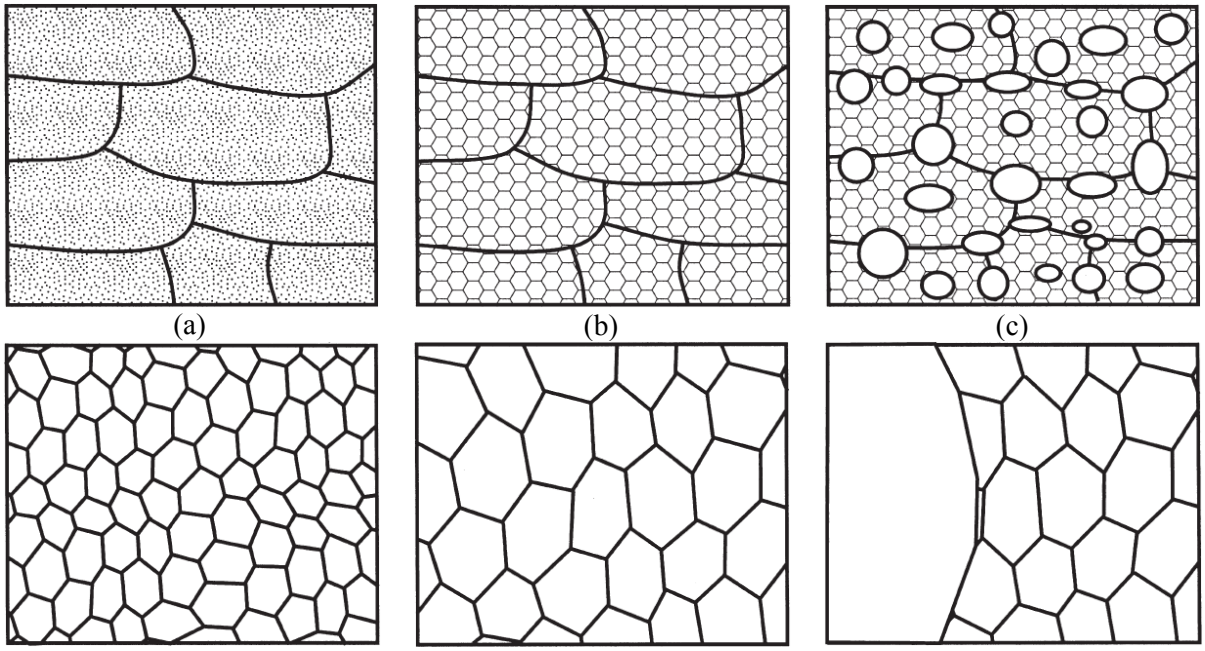


Figure II.6 : Schémas de l'évolution microstructurale pendant le recuit d'un matériau écroui : (a) structure déformée, (b) restauration, (c) germination et croissance de grains (recristallisation discontinue), (d) recristallisation primaire complète, (e) croissance de grains et (f) croissance anormale de grains (source : [Humphreys et Hatherly, 2004]**)**

Précédant la recristallisation, la restauration englobe l'ensemble des processus de diminution de l'énergie stockée par les dislocations. Durant la restauration, les dislocations se réorganisent pour s'annihiler ou former des sous-joints de grains (Figure II.6 (b)). La restauration est influencée par l'énergie de défaut d'empilement (EDE). Dans les métaux à faible EDE (nickel, laitons, fer γ, certains aciers austénitiques), les dislocations sont dissociées, le glissement dévié est difficile et l'annihilation est relativement limitée ; de ce fait, l'énergie emmagasinée est principalement réduite par la recristallisation. En revanche, pour les métaux à forte EDE (cuivre pur, aluminium, fer α, titane β, aciers ferritiques), le mouvement des dislocations par montée et glissement dévié est plus facile. Ceci peut expliquer le fait qu'une part de l'énergie stockée est réduite pendant la restauration. En conséquence, une incubation longue est nécessaire pour la recristallisation d'un matériau déjà bien restauré.

La recristallisation discontinue est conventionnellement décomposée en deux étapes : la germination et la croissance des grains recristallisés. Les germes peuvent être formés dans les régions à haute densité d'énergie telles que des sous-joints de grains ou des joints de grains dans lesquelles les dislocations viennent se combiner. Une fois le germe formé, il va croître aux dépens de la matrice déformée (Figure II.6 (c)). A la fin de la recristallisation, le matériau ne possède que des grains recristallisés avec une densité de dislocations faible. Par conséquent, la contrainte d'écoulement et la valeur de dureté ont fortement diminué. De ce fait, la mesure de dureté après traitements thermiques est souvent utilisée comme méthode simple pour identifier la cinétique de recristallisation.

En termes de germination, il est reconnu que plusieurs mécanismes sont susceptibles de produire des germes, par exemple, la coalescence de sous-grains adjacents ou la migration locale d'un joint de grains pour les métaux à EDE faible. Pour les métaux à EDE forte, les germes apparaissent le plus souvent aux joints de grains et croissent au détriment des anciens grains écrouis, par la migration locale du nouveau joint de grains. Il est à noter que toutes les images métallographiques présentées dans les études de RIP citées ici révèlent ce type de recristallisation. **Sauf spécification du contraire, le terme de recristallisation mentionné dans cette étude est la recristallisation discontinue**. L'autre type de recristallisation est la recristallisation continue, qui se manifeste par la transformation progressive des sous-grains en grains désorientés les uns par rapport aux autres. Elle concerne souvent les matériaux à EDE élevée. La restauration y est considérable, les sous-grains pourraient se désorienter progressivement les uns par rapport aux autres jusqu'à devenir de véritables nouveaux grains.

La croissance des grains se manifeste par le mouvement du joint de grains, dont la force motrice de migration est due à la différence d'énergie libre volumique entre les deux grains adjacents (l'un recristallisé, l'autre écroui) et aussi à la réduction de l'aire totale des joints de grains. Il est à noter que, pendant la croissance des grains, les joints de grains migrent en vue de minimiser la courbure, à savoir que le centre de courbure des joints de grains doit être à l'extérieur de ceux-ci au lieu d'être à l'intérieur comme schématisé sur la Figure II.6 (c, f).

La recristallisation dynamique, qui se manifeste au cours de la déformation à chaud, n'est pas au centre de cette étude. Dans un laminoir en tandem, elle se produit en effet dans l'emprise du laminoir et non en intercage. Nous nous intéressons ici à la recristallisation statique et à la recristallisation métadynamique (ou post-dynamique). La recristallisation métadynamique implique la croissance de germes formés pendant la déformation à chaud. Dans le cas du chauffage effectué sur un métal écroui à froid, il n'existe que la recristallisation statique. Au contraire, la coexistence de la recristallisation statique et métadynamique a été identifiée après la déformation à haute température [Djaic et Jonas, 1972, 1973]. La recristallisation métadynamique ne peut intervenir que si la déformation à chaud antérieure a donné lieu à un début de recristallisation dynamique discontinue pour produire des germes. Grâce à la présence de ces germes, la recristallisation métadynamique n'est précédée d'aucune période d'incubation.

Les études [Djaic et Jonas, 1972, 1973] avaient pour objectif de comprendre les mécanismes d'adoucissement d'un métal (un acier AISI C1060 à forte teneur, 0,68% en carbone) après une déformation à chaud donnée. Le matériau a été déformé en compression à 780°C dans le domaine austénitique et à $1{,}3\times10^{-3}s^{-1}$. La déformation à chaud a été interrompue à quatre niveaux de déformation, les deux premiers (0,055 et 0,098) sont dans la phase d'écrouissage. Les deux derniers, 0,24 et 0,41 se trouvent dans la région de recristallisation dynamique stationnaire. Le taux d'adoucissement a été mesuré par des essais de double-frappe, dits « double-passe » en compression (le principe d'essais double-passe est donné dans le Chapitre III). Les résultats révèlent trois mécanismes d'adoucissement selon les sollicitations. Sur la Figure II.7, on voit qu'après une déformation interrompue faible (cas *a*), l'adoucissement causé par la restauration est limité (30%) et la recristallisation ne serait

jamais activée dans le temps imparti pour l'essai. Pour une déformation intermédiaire (cas *b*), la restauration est suivie par une incubation puis par la recristallisation statique. Pour une déformation relativement élevée (cas *c*), la caractéristique la plus intéressante consiste en un processus d'adoucissement supplémentaire, qui se trouve entre la restauration et la recristallisation statique. Ceci évoque le fait de la présence de la recristallisation métadynamique. Il apparaîtrait alors que la déformation interrompue ne serait pas assez considérable pour que la recristallisation métadynamique puisse complètement adoucir le matériau. Pour la déformation initiale la plus importante (cas *d*), l'adoucissement se manifeste par deux étapes : la restauration et la recristallisation métadynamique qui fait adoucir le matériau complètement et rapidement. Comme la cinétique de l'étape intermédiaire, dans le cas *c*, est très similaire à celle du cas *d*, on peut effectivement supposer que l'adoucissement intermédiaire dans le cas *c* serait dû à la pré-déformation hétérogène : les germes sont produits dans certaines zones, déformées relativement fortement, où le matériau commence à recristalliser et aucun germe n'est produit dans d'autres zones plus faiblement déformées.

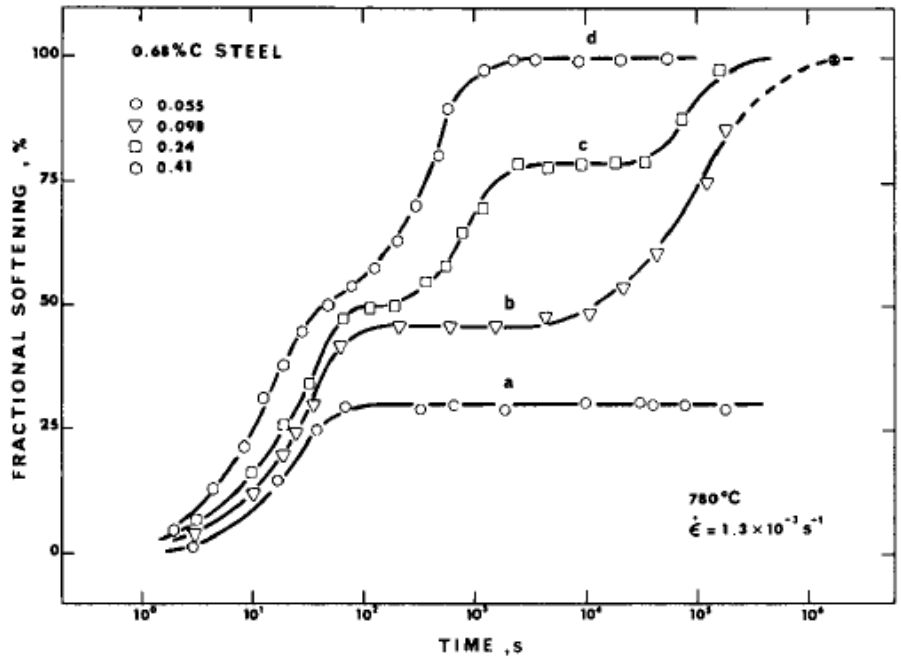


Figure II.7 : Taux d'adoucissement après une déformation à chaud antérieure donnée (a : 0,055, b : 0,098, c : 0,24, d : 0,41) à 780°C et à 1.3×10^{-3} s^{-1} sur un acier AISI C 1060 (source : [Djaic et Jonas, 1973]**)**

Cinétique de recristallisation

Dans les cas de la recristallisation statique et métadynamique discontinue, la cinétique de recristallisation a déjà été formalisée et résumée par [Devadas *et al.*, 1991, Roucoules *et al.*, 1994]. Une relation de type Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, dite ici « JMAK » [Kolmogorov, 1937, Johnson et Mehl, 1939, Avrami, 1941], habituellement utilisée pour décrire les changements de phase, est appliquée dans la plupart des études et décrite par l'équation (II.2) :

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(- B \left(\frac{t}{t_{50pct}} \right)^n \right) \quad \text{(II.2)}$$

avec :

- X_{rex}, la fraction volumique des grains recristallisés
- B, une constante d'ajustement (=0.693, permettant que X_{rex}=0.5 lorsque t=t_{50pct})
- n, l'exposant d'Avrami
- t_{50pct}, le temps correspondant à un niveau de recristallisation de 50%

L'équation différentielle correspondante est donnée par :

$$\dot{X}_{rex} = n \left(\frac{B^{1/n}}{t_{50pct}} \right) (1 - X_{rex}) \left[- \ln(1 - X_{rex}) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad \text{(II.3)}$$

Selon Devadas [Devadas *et al.*, 1991], le paramètre n est une valeur constante pour la recristallisation dynamique et statique (de l'ordre de 1 ou 2). La valeur de t_{50pct} dépend des conditions de sollicitation d'écrouissage préalable (donc de la structure de dislocations et des contraintes internes dans le matériau écroui) et de la température au cours de la recristallisation. Cette relation peut être exprimée par l'équation (II.4) d'après plusieurs auteurs [Roucoules *et al.*, 1994, Cho et Yoo, 2001, Taylor et Hodgson, 2011],

$$t_{50pct} = C_3 \tilde{\varepsilon}_{prestrain}^{-q} \dot{\tilde{\varepsilon}}_{prestrain}^{-p} \exp\left(\frac{Q_{rex}}{RT} \right) \quad \text{(II.4)}$$

avec :

- C_3, p et q sont des paramètres du matériau liés à la pré-déformation
- $\tilde{\varepsilon}_{prestrain}$, la déformation plastique préalable à la recristallisation
- $\dot{\tilde{\varepsilon}}_{prestrain}$, la vitesse de déformation plastique appliquée
- Q_{rex}, une énergie d'activation
- T, la température (en K)

Ici, l'interprétation de cette énergie d'activation Q est un sujet complexe. D'après Humphreys [Humphreys et Hatherly, 2004], une énergie d'activation ne peut être interprétable que dans le cas où le processus est thermiquement activé à l'échelle atomique. Pour cette raison, selon lui cette énergie d'activation doit être liée à la fois aux processus de la germination et de la migration des joints de grains.

Les équations (II.2) et (II.4) sont souvent utilisées pour décrire la cinétique de recristallisation statique et métadynamique dans les conditions usuelles, c'est-à-dire, sans contrainte appliquée pendant la recristallisation. L'influence de la charge sur la cinétique est déjà mentionnée sur certains matériaux [Thornton et Cahn, 1961, Winning et Schafer, 2006]. Ces deux études montrent que, pour l'aluminium écroui de 30% à 225°C et Al-2%Mg écroui de 80% à 300°C, une contrainte appliquée respectivement dans l'intervalle [0;100 MPa] et [0;10 MPa], peut favoriser la restauration. Par conséquent, la recristallisation est considérablement retardée. Il

est à noter que les matériaux étudiés sont des alliages à EDE élevée. Pour un alliage à EDE faible, à notre connaissance, aucune publication ne mentionne l'effet de la contrainte sur la cinétique de recristallisation.

Recristallisation en intercage du laminoir

Les conditions de sollicitation en intercage du laminoir ont déjà été présentées dans le premier chapitre. Par exemple pour l'intercage F1-F2 : une pré-déformation de 46% à 7 s^{-1} à 970℃ puis 5 secondes en intercage sous une contrainte de quelques dizaines de MPa. L'étude [Roucoules *et al.*, 1994] a porté sur la recristallisation d'un acier C-Mn-Mo après une déformation à chaud, se rapprochant ce qui se passe en intercage. L'adoucissement causé par la restauration et la recristallisation est mesuré par des essais double-passe en torsion. Les résultats révèlent que, pour des sollicitations appliquées (2 s^{-1} et à 1000°C) proches de celles qui nous intéressent, le matériau s'adoucit très rapidement de 80% pendant la première seconde, évidemment à cause de la recristallisation métadynamique. Ceci confirme l'hypothèse que le matériau est complètement recristallisé au cours de son passage dans l'intercage F1-F2. De plus, ceci suggère que pour être représentatif des conditions de l'intercage, il faudrait étudier l'effet RIP sur un temps très court de l'ordre de quelques secondes.

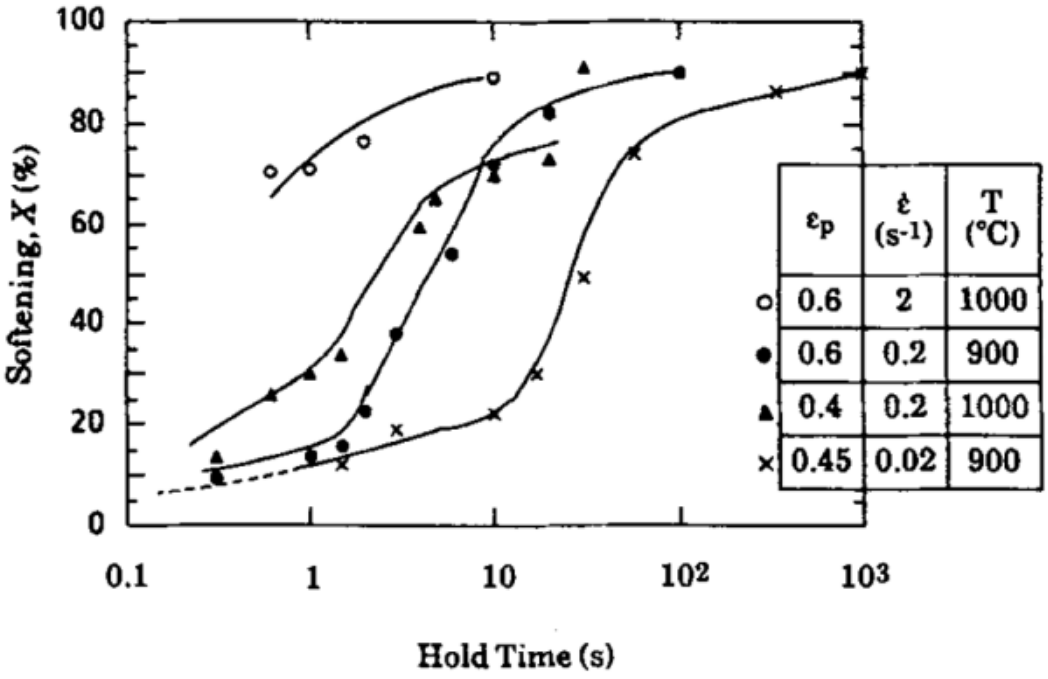


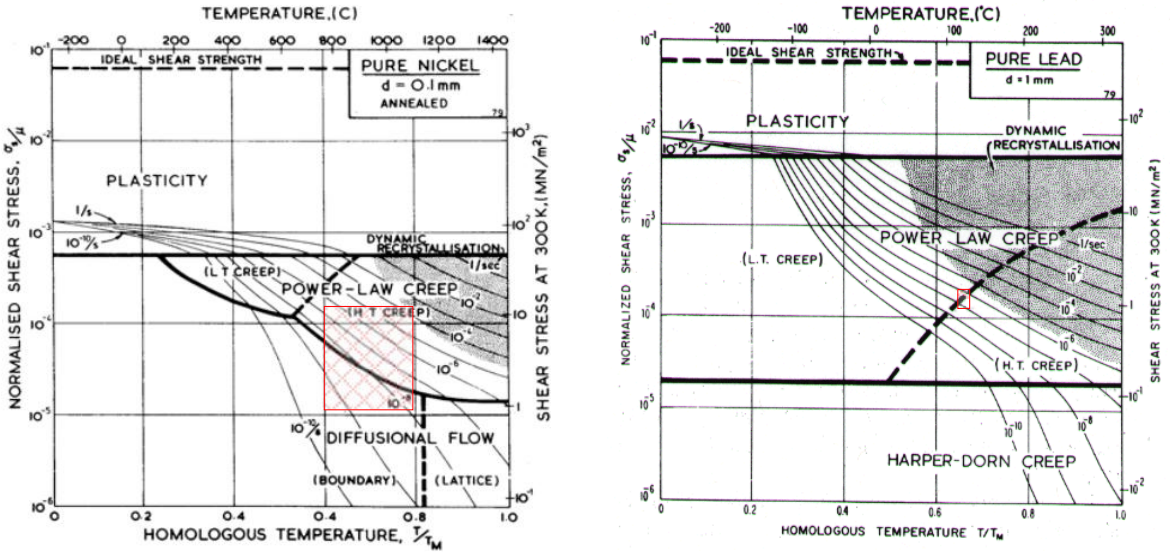
Figure II.8 : Taux d'adoucissement d'un acier C-Mn-Mo après une déformation à chaud sous une sollicitation donnée dans le tableau de droite. (Source : [Roucoules *et al.*, 1994]**)**

Par ailleurs, on attire l'attention sur le fait que les conditions de sollicitation en intercage est plus complexes que celles appliquées au laboratoire. L'étude d'Hacquin [Hacquin, 1996] a montré que la contrainte interne à la sortie de l'emprise pourrait être supérieure de plusieurs fois à la tension uniaxiale imposée par le boucleur, elle est triaxiale et sa valeur varie aussi en fonction de la position dans l'épaisseur et de la longueur de la tôle. Par exemple, la valeur de

contrainte peut atteindre 70 MPa, largement supérieure à celle en traction comprise entre 5 et 20 MPa, dans la direction de laminage.

II.2.2. Déformation viscoplastique

Le mécanisme régissant la déformation viscoplastique dépend des conditions de sollicitation ainsi que de l'état du matériau. Selon la synthèse de [Frost et Ashby, 1982], quatre principaux mécanismes sont reconnus pour l'interprétation de la déformation viscoplastique dans un grand domaine de température et de contrainte appliquée. Par exemple, la Figure II.9 (a) et (b) représente les cartes des mécanismes de déformation du nickel pur et du plomb pur à l'état recuit avec des tailles de grains respectives de 0,1 et 1 mm (en plus de quatre mécanismes, il y a un cinquième régime de Harper-Dorn pour la carte de déformation du Pb). La taille de grain présentée dans la Figure II.9 (a) est assez proche de celle impliquée dans les études [Hardwick *et al.*, 1961, Richardson *et al.*, 1966]. Dans cette carte, quatre régimes de déformation viscoplastique sont établis, à savoir la déformation viscoplastique par diffusion aux joints de grains, la déformation viscoplastique par diffusion en volume, la déformation viscoplastique par dislocations à basse température et la déformation viscoplastique par dislocations à haute température. Le domaine de la recristallisation dynamique est également indiqué.



(a) (b)

Figure II.9 : Cartes des mécanismes de déformation (a) pour le nickel pur à l'état recuit pour une taille de grain de 0,1 mm (b) pour le plomb pur à l'état recuit pour une taille de grain de 1 mm (source : [Frost et Ashby, 1982]), les grilles rouges représentent les conditions de sollicitation dans lesquelles le phénomène RIP a été observé

Le fait que les matériaux utilisés par les publications pour la mise en évidence du phénomène RIP étaient initialement à l'état recuit, permet d'utiliser les cartes des mécanismes de déformation [Frost et Ashby, 1982] avec une taille de grain similaire en vue d'identifier le régime de fluage sous les conditions de sollicitation explorées. Comme on l'a déjà vu, toutes les mises en évidences du RIP par fluage ont été effectuées dans un intervalle de température homologue entre 0,6 et 0,8 (pour les matériaux recuits) et sous une contrainte entre 1 et 55 MPa. Celui-ci correspond approximativement à l'intervalle de contrainte normalisé entre

1×10^{-5} et 5×10^{-4}, en utilisant les paramètres de [Frost et Ashby, 1982]. Ces intervalles de température et de contrainte sont illustrés par la grille rouge sur la carte des mécanismes de déformation du nickel pur (Figure II.9 (a)). Par ailleurs, la sollicitation appliquée dans l'étude [Gifkins, 1958] est également illustrée sur la Figure II.9 (b). Sur les deux cartes de la figure ci-dessus, on peut constater que les mécanismes de déformation viscoplastique potentiellement mis en jeu dans le domaine d'étude du RIP sont la déformation par diffusion aux joints de grains et la déformation par dislocations à haute température.

Déformation viscoplastique par dislocations à haute température

Sous des contraintes élevées et pour des températures au-dessus de 0,3 fois la température de fusion pour les métaux purs et au-dessus de 0,4 fois la température de fusion pour la plupart des alliages, la déformation viscoplastique est assurée par des mouvements de dislocations. Lorsque le mouvement d'une dislocation est arrêté par un obstacle (autre dislocation ou précipité), grâce aux sollicitations extérieures et à la diffusion, la montée et le glissement dévié permettent à cette dislocation de se déplacer dans un autre plan de glissement jusqu'à la rencontre avec un autre obstacle, où le même processus sera répété, ou à une annihilation. La vitesse de déformation en cisaillement peut s'exprimer par une loi puissance :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}(t) = \frac{A_1 D_v \mu b}{k_B T}\left(\frac{\tilde{\sigma}}{\mu}\right)^N \tag{II.5}$$

$$D_v = D_0 \exp\left(-\frac{Q_{vp}}{RT}\right) \tag{II.6}$$

avec :

- A_1, une constante
- D_v, le coefficient de diffusion en volume
- μ, le module de cisaillement à la température considérée
- b, la norme du vecteur de Burgers
- k_B, la constante de Boltzmann
- N, l'exposant de fluage
- $\tilde{\sigma}$, la contrainte équivalente de von Mises
- D_0, le pré-facteur de diffusion en volume
- Q_{vp}, l'énergie d'activation de la déformation viscoplastique
- R, la constante des gaz parfaits
- T, la température (en K)

Déformation viscoplastique par diffusion dans les joints de grains

Dans le même intervalle de température, mais aux faibles contraintes, la diffusion aux joints de grains (régime de Coble [Coble, 1961]) est le mécanisme dominant. Le transport de matière se fait par diffusion le long des joints de grains et l'influence de la taille de grains sur la vitesse de déformation est importante. Cette relation est décrite par l'équation suivante :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}(t) = \frac{A_2 D_b \tilde{\sigma} \Omega}{k_B T d^3} \quad \text{(II.7)}$$

avec :

- A_2, paramètre du modèle
- D_b, le coefficient de diffusion aux joints de grains
- d, la taille de grains

Il apparaît que le régime de Coble s'étend par rapport aux autres régimes quand la taille de grains du matériau diminue. Il convient de souligner que l'interprétation du RIP donnée par Vu [Vu et Pineau, 2010] (section II.1.2) est fondée sur ce mécanisme. Les germes de petite taille favoriseraient un écoulement diffusionnel « Coble » d'une manière transitoire.

II.3. Mécanismes potentiels du RIP

Comme on a vu dans les sous-chapitres précédents, il existe une évolution microstructurale importante pendant la recristallisation, impliquant la formation de germes, la croissance de grains et la migration de joints de grains. Tous ces phénomènes peuvent potentiellement contribuer à une déformation inélastique sous une sollicitation mécanique. Ceci suggère que le RIP peut être éventuellement le résultat de la contribution de plusieurs phénomènes différents.

Par exemple, il est reconnu que les matériaux recuits présentent un comportement de fluage en régime transitoire sous certaines sollicitations. Ce comportement peut être reproduit par des grains recristallisés puisque ces derniers possèdent une densité de dislocations très faible. Quant à la migration de joints de grains, le phénomène de « migration des joints de grains sous charge » est déjà rapporté et il s'agit d'un mécanisme de plasticité nouvellement mis en évidence, qui pourra entraîner une déformation lors de la migration des joints de grains pendant la recristallisation. Tous les phénomènes/mécanismes susceptibles d'induire une déformation (visco) plastique sont synthétisés dans le Tableau II.3. Ce sont des pistes utiles, qui devront être prises en compte au cours de la présente étude, pour bien identifier les phénomènes réellement mis en jeu par le RIP et leurs contributions respectives. Le régime de Coble a déjà été décrit. Les sujets du fluage transitoire et de la migration de joints de grains sous charge sont abordés dans les paragraphes suivants.

Tableau II.3 : Éléments microstructuraux impliqués dans la recristallisation et mécanismes de déformation qui leur sont éventuellement liés

Termes de la recristallisation	Phénomènes associés
Petits germes	Fluage Coble (diffusion aux joints de grains)
Grains recristallisés	Fluage transitoire (déformation viscoplastique par dislocations)
Migration des joints de grains	Migration des joints de grains sous charge

II.3.1. Fluage transitoire

La Figure II.10 donne la forme typique d'une courbe de fluage en traction présentant la déformation en fonction du temps. Le deuxième stade du fluage est nommé fluage secondaire ou fluage stationnaire. Il se caractérise par une vitesse de déformation constante. Il est à noter que les équations de fluage comme (II.2) et (II.4) ne sont utilisées que pour ce stade. La première partie de la courbe correspond à une décroissance de la vitesse de déformation avec le temps. Ce premier stade du fluage est appelé **fluage transitoire** ou fluage primaire. La présence d'un stade du fluage transitoire dépend de l'état du matériau et des conditions de sollicitation (température, contrainte de fluage et vitesse d'application de cette contrainte). Pour certains matériaux, sous faible contrainte, on n'observe pas de fluage transitoire et la courbe de fluage commence directement par la deuxième partie.

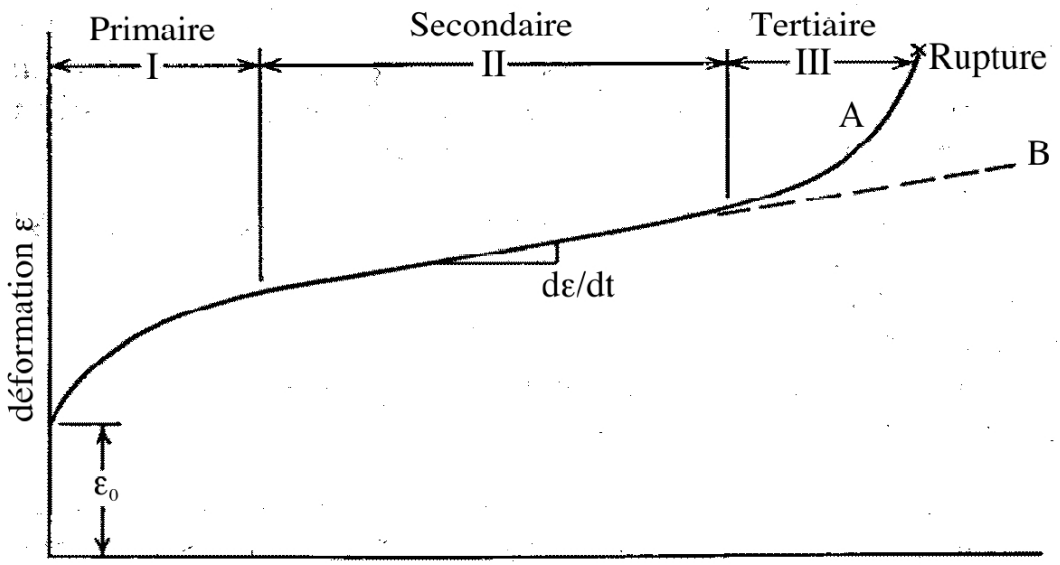


Figure II.10 : Courbes de fluage typique présentant les trois stades du fluage. La courbe A correspond à un essai sous force de traction constante ; la courbe B correspond à un essai sous contrainte constante (source : [Dieter, 1988])

Le fluage transitoire est le résultat de la compétition entre l'écrouissage et la restauration. Pour décrire ce comportement macroscopique, la plupart des modèles proposés sont de type empirique comme [Garofalo, 1960]. Toutefois, certains modèles à bases physiques ont également été développés, fondés sur les mouvements des dislocations mobiles sous une contrainte effective. Cette dernière est la différence entre la contrainte appliquée et la contrainte interne. Dans les modèles [Ahlquist et Nix, 1971, Gibbs, 1971], la relation d'Orowan [Orowan, 1946] est utilisée pour décrire le fluage transitoire, où la vitesse de déformation viscoplastique dépend de la densité de dislocations mobiles et de la vitesse des dislocations. La densité de dislocations varie, du fait des interactions entre dislocations et de leur annihilation [Johnston et Gilman, 1959]. La vitesse de glissement moyenne des dislocations est déterminée par la contrainte effective ainsi que par l'état de restauration.

Certaines études [Argon et Bhattacharya, 1986, Derby et Ashby, 1987] indiquent que le fluage primaire peut être reproduit en introduisant une contrainte interne dans une loi puissance. Une forme simplifiée de cette dernière peut être présentée comme suit,

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}(t) = C_3\left(\tilde{\sigma} - \tilde{\sigma}_i\right)^{n2} \exp\left(-\frac{Q_{vp}}{RT}\right) \qquad \text{(II.8)}$$

où A_3 est le paramètre du modèle, $\tilde{\sigma}_i$ est la contrainte interne et n_2 est l'exposant de la loi puissance. D'après Derby et Ashby [Derby et Ashby, 1987], cette contrainte interne est le résultat de la compétition entre la restauration et l'écrouissage. Cette compétition modifie la contrainte interne et par conséquent fait évoluer la vitesse de déformation. Argon [Argon et Bhattacharya, 1986] suggère que la contrainte interne peut être liée à la résistance au cisaillement, qui varie selon la densité des dislocations.

Le modèle de Busso [Busso, 1998] permet de décrire non seulement la déformation de fluage transitoire mais aussi la grande déformation à chaud assistée par la recristallisation dynamique, donc, en ce qui nous concerne, l'étape de déformation dans l'emprise du laminoir. Dans ce modèle, une relation de type sinus hyperbolique est utilisée et une variable interne, la résistance du matériau à la déformation viscoplastique, *S*, est introduite pour représenter l'état du matériau (état des obstacles au mouvement des dislocations). Sous une sollicitation donnée, le terme *S*, qui est influencé par l'écrouissage, la restauration et la recristallisation, modifie le comportement macroscopique. Les détails de ce modèle sont présentés dans la section V.2, du fait que l'une des lois de comportement développées dans cette étude est inspirée par ce modèle.

II.3.2. Migration des joints de grains sous charge

Le phénomène de la migration des joints de grains sous une faible charge appliquée a attiré une grande attention puisqu'il s'agit d'un « nouveau » mécanisme de déformation, introduisant une déformation plastique par la migration même des joints de grains. La Figure II.11 (a) montre schématiquement un bicristal avec un marqueur (ligne pointillée) traversant un joint de grains. Les Figure II.11 (b) et (c) illustrent respectivement deux types de réponse du joint de grains sous une contrainte de cisaillement, appliquée parallèlement à ce joint de grains : (b) un couplage entre la migration de joint de grains dans la direction normale et le glissement de cisaillement, et (c) un glissement conventionnel du joint de grains sans l'effet de couplage. Pour la première réponse, la migration de joint de grain couplée avec le glissement de cisaillement donne une déformation de cisaillement sur la zone balayée. Afin de comprendre cette déformation de cisaillement, on étudie souvent le rapport entre la vitesse de déplacement du joint de grains dans la direction normale (V_n) et celle dans la direction cisaillée (V_{II}). Ce couplage est connu en anglais comme « Stress-Induced (Grain) Boundary Motion » (SI(G)BM). Pour les nano-matériaux dont la fraction volumique des joints de grains est importante, la contribution de ce type de déformation à la déformation totale pourra

devenir importante et dominer la réponse macroscopique du matériau sous une sollicitation donnée.

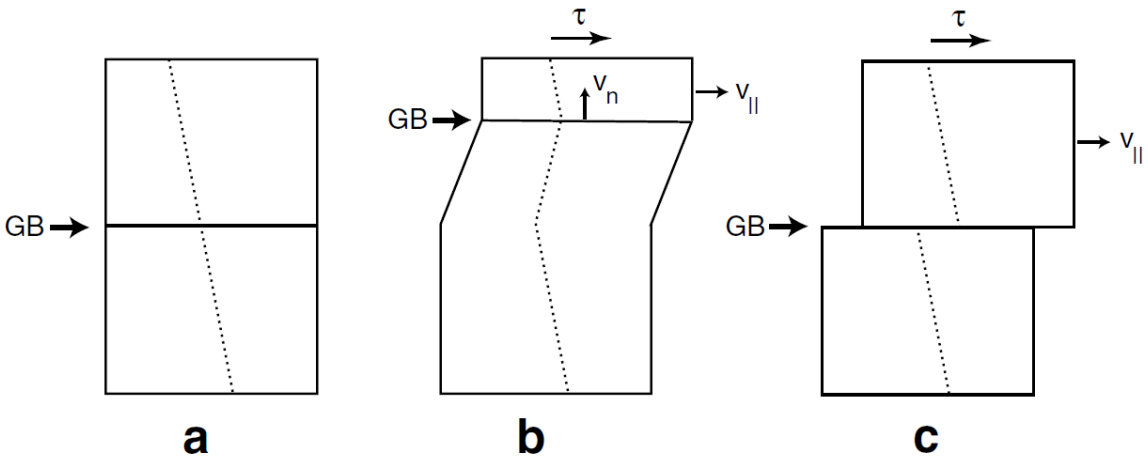


Figure II.11 : (a) Bicristal à l'état initial avec un marqueur traversant le joint de grains, (b) et (c) deux types de réponse de joint de grains (GB) sous une contrainte de cisaillement (τ) : (b) couplage entre la migration dans la direction normale (V_n) et le déplacement cisaillé (V_{II}), (c) glissement conventionnel le long du joint de grain dans la direction du chargement (source : [Cahn *et al.*, 2006])

Ce phénomène SIGBM a été observé sur plusieurs bicristaux, impliquant le zinc [Li *et al.*, 1953, Bainbridge *et al.*, 1954, Sheikh-Ali *et al.*, 2003], l'aluminium [Biscondi et Goux, 1968, Fukutomi *et al.*, 1991, Winning *et al.*, 2001, Winning et Rollett, 2005, Gorkaya *et al.*, 2009] et la zircone cubique [Yoshida *et al.*, 2004]. Les joints des grains impliqués sont de type flexion avec de grands ou de faibles angles de désorientation. La Figure II.12 montre l'observation de ce phénomène sur l'aluminium pur bicristallin sous une contrainte de cisaillement de 0,3 MPa à 375°C [Gorkaya *et al.*, 2009, Molodov *et al.*, 2011]. Le déplacement du joint de grains dans la direction normale est marqué *d*, et *s* pour celui dans la direction de cisaillement. Ce phénomène a été interprété en utilisant la simulation numérique en dynamique moléculaire à l'échelle atomique [Cahn *et al.*, 2006, Ivanov et Mishin, 2008, Farkas, 2013], et pourtant aucun modèle macroscopique n'a été établi. Comme on ne regarde pas l'échelle atomique, on ne décrit pas en détail les modèles de dynamique moléculaire utilisés pour décrire ce phénomène.

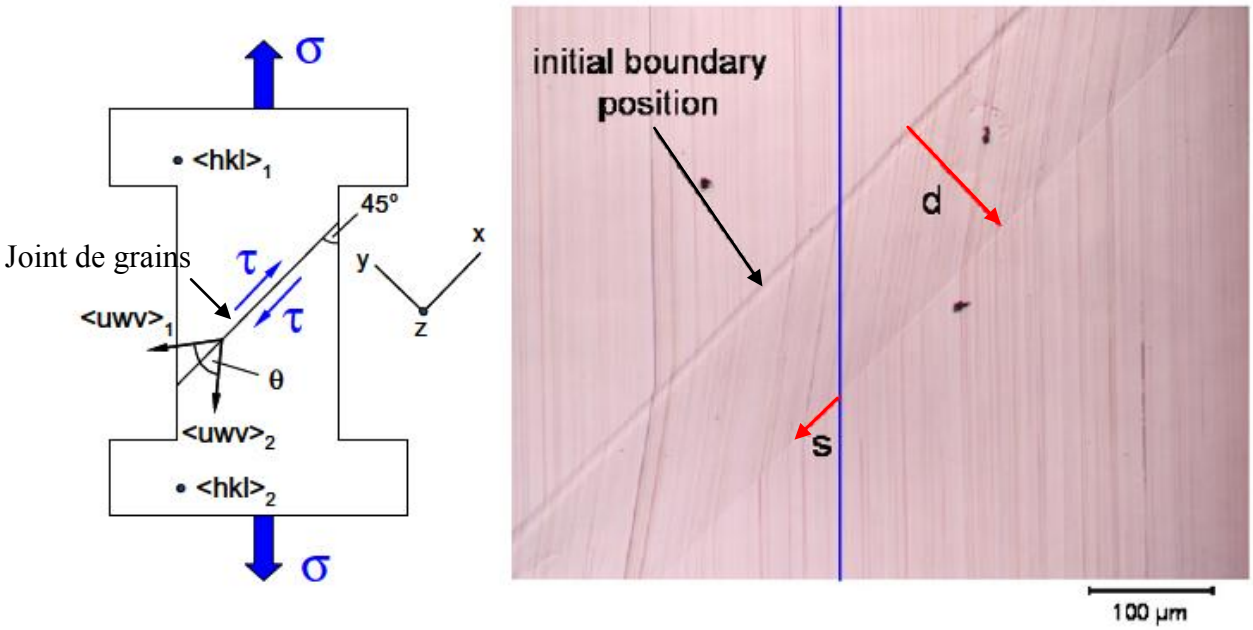


Figure II.12 : Mouvement d'un joint de grains d'un bicristal d'aluminium pur après un recuit de 68 minutes à 375°C sous une contrainte de cisaillement de 0,3 MPa, les rayures sont des repères et la ligne bleue est la position initiale d'une rayure afin de mettre en évidence le cisaillement de la zone balayée par le déplacement du joint (source : [Gorkaya *et al.*, 2009])

Il convient de souligner que les études ci-dessus concernent le mouvement d'un joint de grains sollicité par la charge appliquée. Pour les matériaux polycristallins, le phénomène SIGBM devient complexe parce que les joints de grains sont sollicités à la fois par la charge appliquée et aussi par une force motrice associée à la courbure du joint de grains. La seule étude expérimentale (à notre connaissance), qui a mise en évidence la migration des joints de grains sous ces deux forces, est donnée ci-après.

Les Figure II.13 (a), (b), (c) et (d) montrent un aluminium pur, avec une taille de grain moyenne initiale de 800 nm et une densité de dislocations initiale très faible, observé *in situ* à 350°C par MET [Mompiou *et al.*, 2009]. Sur les figures, on s'intéresse seulement au grain marqué en noir et aux joints correspondants. Pour la microstructure initiale, sans application de charge (figure (a)), aucune migration de joints de grains n'a été observée au cours du temps à cette température. Lorsqu'une déformation a été imposée dans la direction verticale, une nouvelle image est obtenue avec certains joints de grains ayant migré. Les figures (b), (c) et (d) montrent respectivement la même zone après plusieurs déformations effectuées successivement et les courbes pointillées correspondent à la position précédente des joints de grains considérés. Quant à l'effet de la charge appliquée sur le mouvement des joints de grains, l'auteur retient les points suivants : (i) le mouvement de joints des grains n'est observé que lors de l'application de la charge, les joints des grains restent immobiles lorsque la charge est complètement retirée, (ii) la direction de la migration de l'ensemble des facettes est de gauche à droite, perpendiculaire à la direction de la déformation imposée. Les évidences ci-dessus confirment l'effet de la charge appliquée sur le mouvement des joints de grains. Par ailleurs, les images montrent également l'effet de la force motrice associée à la courbure sur la migration des joints de grains. En fait, même si la direction de la migration principale est de

gauche à droite, pour chaque facette courbée, on peut voir qu'elle migre approximativement vers son centre de courbure. Ceci suggère l'effet de la force motrice liée à la courbure du joint de grains. Les auteurs concluent que, pour un matériau polycristallin sous charge, la migration des joints des grains dépend des deux forces cités ci-dessus (effort appliqué et tension de surface des joints de grains). Compte tenue de la géométrie complexe de la microstructure des matériaux polycristallins et de l'influence de la surface libre de la lame mince sur la migration du joint de grains, il est difficile de mesurer la déformation de cisaillement sur les Figure II.13 (b), (c) et (d).

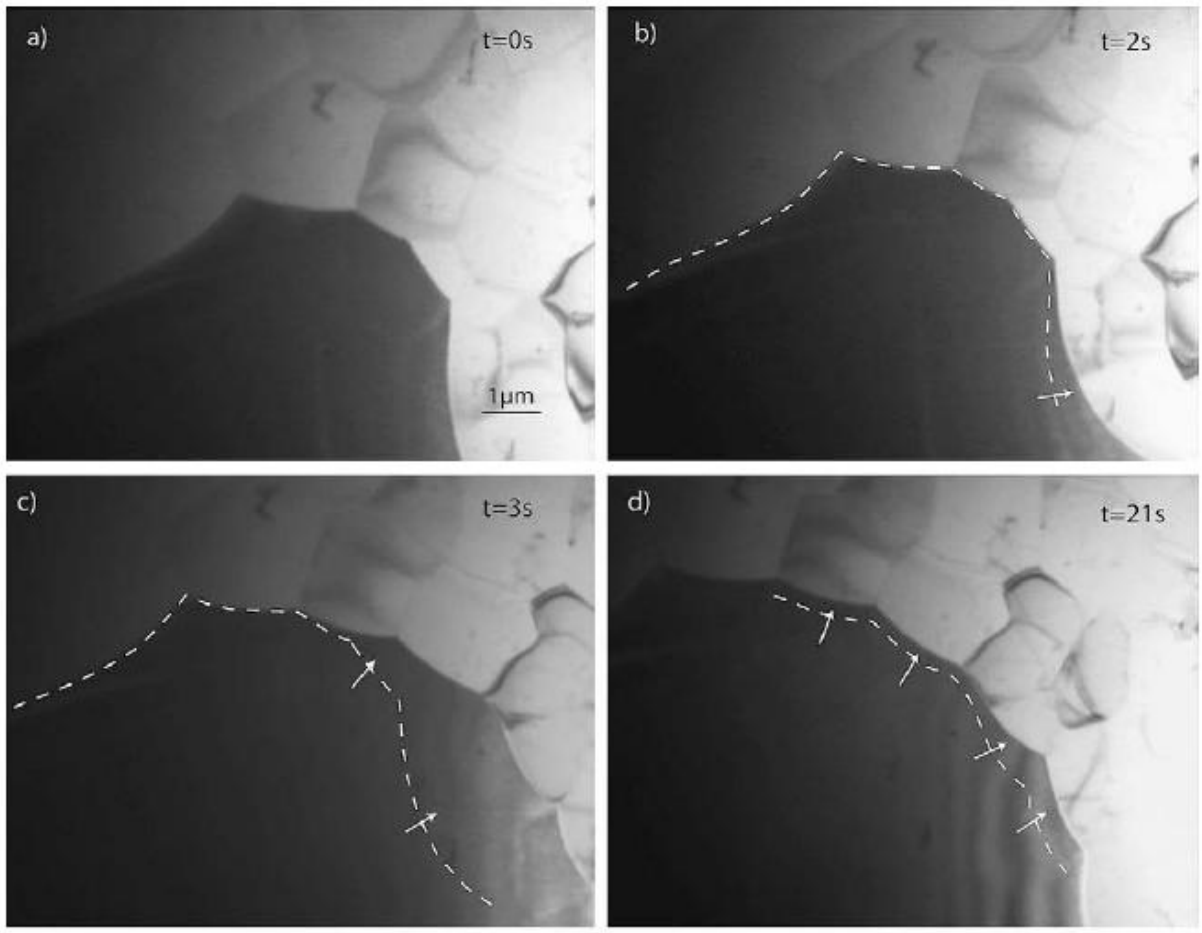


Figure II.13 : Images de MET *in situ* de joints de grains d'un aluminium pur, (a) microstructure initiale sans application de charge, (b, c, d) mouvement des joints de grains lorsque une charge est appliquée dans la direction verticale ; les pointillés représentent la position du joint dans l'image précédente de cette figure (source : [Mompiou *et al.*, 2009] **)**

En plus des forces motrices associées à la courbure et à la charge appliquée, les joints de grains peuvent être sollicités par une troisième force, qui est liée à la densité de dislocations. Ceci se trouve bien dans la problématique de cette étude. Pour le phénomène RIP, il faudra envisager le fait que les trois forces influencent la migration des joints de grains : la force motrice liée à l'écart de densité de dislocations, la force motrice liée à la courbure des joints et la charge appliquée. De ce fait, l'effet de SIGBM pourrait devenir important dans le phénomène RIP à cause d'une force supplémentaire liée à la densité de dislocations. De plus, pendant la recristallisation, la fraction volumique des joints de grains mobiles est plus

importante par rapport à un matériau sans recristallisation. Ceci pourra également favoriser la déformation de cisaillement. C'est pour ces raisons que l'on pense que l'effet de SIGBM est un mécanisme potentiel du phénomène RIP. Pourtant, aucune observation de SIGBM pendant la recristallisation n'est disponible dans la littérature.

II.4. Conclusions de l'étude bibliographique

Cette étude bibliographique avait pour but, d'une part, de recenser les quelques mises en évidence du phénomène RIP et les détails importants qui leur sont associés, et d'autre part, d'explorer les phénomènes/mécanismes associés, qui contribuent éventuellement au RIP.

En ce qui concerne la mise en évidence du phénomène RIP, les informations importantes à retenir sont les suivantes :

- Le phénomène du RIP est observé sur de nombreux métaux avec une taille de grains moyenne entre 10 µm et 5 mm à une température homologue comprise entre 0,4 et 0,85 sous une contrainte comprise entre 0 et 50 MPa

- La vitesse de déformation moyenne mesurée pendant la recristallisation peut atteindre une valeur supérieure d'environ d'un ordre de grandeur par rapport à celle de fluage secondaire du matériau recristallisé sous la même sollicitation, conformément à ce qu'on a trouvé en intercage

- Toutes les observations microstructurales relèvent à ce jour que le RIP est associé à la recristallisation discontinue, composée de la germination et de la croissance de grains

- La restauration et la recristallisation sont deux processus d'adoucissement indissociables. Jusqu'à présent, la recristallisation est considérée dans les publications comme la seule source du phénomène RIP, et il y a peu d'attention portée sur la restauration

- Jusqu'à présent, l'influence des conditions de sollicitation (température, contrainte appliquée pendant la recristallisation, conditions d'écrouissage) sur le RIP est encore inconnue

En termes de phénomènes/mécanismes associés, on retiendra les points suivants :

- L'étude du RIP concerne la recristallisation statique et la recristallisation métadynamique. Cette dernière se passe très rapidement, en particulier dans les conditions de l'intercage

- La déformation par diffusion aux joints de grains et par dislocations à haute température sont les deux mécanismes contrôlant potentiellement la déformation viscoplastique, dans les conditions des sollicitations appliquées dans les études mentionnant le RIP

- Le RIP peut être associé à un ensemble de phénomènes différents : (i) la diffusion aux joints de grains pourrait éventuellement avoir une contribution importante au RIP à cause de la petite taille des germes. Ce point reste à confirmer dans cette étude à l'échelle microscopique ; (ii) l'apparition d'un régime transitoire de fluage, lié à celle des grains recristallisés, est peut-être une autre cause du RIP, (iii) la migration des joints de grains sous charge représente la troisième interprétation potentielle.

Chapitre III : Méthodologie

Étant donné que le phénomène RIP est un sujet rarement abordé avec peu de données disponibles dans la littérature, une étude systématique, impliquant une campagne expérimentale ainsi qu'un travail de modélisation, a été réalisée. La méthodologie de la partie modélisation est présentée dans le Chapitre V. Ici, on aborde seulement la méthodologie utilisée pour la campagne expérimentale, qui est composée des deux étapes suivantes :

- Choisir les matériaux et évaluer les conditions de sollicitation les plus favorables pour la mise en évidence du phénomène RIP ;

- Étudier expérimentalement le phénomène RIP et formuler les premières hypothèses quant aux mécanismes sous-jacents par :
    - le couplage entre la déformation viscoplastique assistée par la recristallisation et la cinétique de recristallisation mesurée ;
    - l'identification de l'influence des conditions de sollicitation sur le RIP ;
    - la comparaison entre la déformation viscoplastique assistée par la recristallisation et le fluage du matériau complètement recristallisé, *a priori* dans les mêmes conditions et sous la même sollicitation ;
    - les caractérisations microstructurales des matériaux à l'issue des essais thermomécaniques interrompus.

Conformément à cette méthodologie, deux campagnes expérimentales (Chapitres IV.1 et IV.2) ont été menées sur deux alliages Fe-Ni et le développement des lois de comportement est ensuite entrepris (Chapitres V.1 et V.2). Dans ce chapitre, cette méthodologie est décrite plus en détail par le choix du matériau et des conditions de sollicitation (section III.1), la détermination des différentes histoires thermomécaniques des essais envisagés (III.2).

III.1. Matériaux et conditions de sollicitation

III.1.1. Matériaux

Le choix des matériaux dans l'étude du phénomène RIP est motivé par plusieurs raisons ci-après. Tout d'abord, les informations microstructurales associées à la recristallisation sont nécessaires à la compréhension du phénomène RIP. De ce fait, les alliages austénitiques sont de bons candidats car le laminage à chaud est fait en phase austénitique (au moins au début du train finisseur) et ils ne subissent pas de transformation de phase au cours du refroidissement. Les microstructures mises en jeu aux hautes températures pourraient donc être révélées par un refroidissement rapide suivi par des observations microstructurales. Deuxièmement, la teneur en niobium doit être assez faible pour que l'effet du niobium sur la cinétique de recristallisation soit négligeable. Troisièmement, la dimension géométrique des matériaux

approvisionnés devra être conforme aux possibilités des machines pour les essais thermomécaniques envisagés.

C'est dans ce contexte que deux alliages Fe41%Ni et Fe36%Ni sont choisis, dont les compositions chimiques sont respectivement données dans le Tableau III.1 et le Tableau III.2. Pour les deux alliages, les teneurs en carbone sont très faibles. Le calmage est fait au silicium car les teneurs en aluminium et en titane sont faibles. Les deux alliages sont approvisionnés respectivement sous forme de tôles fines laminées à froid (épaisseur de 2 mm, 30% de réduction dans l'épaisseur) et sous forme d'une tôle épaisse de 20 mm laminée à chaud.

Tableau III.1 : Composition chimique en pourcentages massiques de l'alliage Fe41%Ni (source : Aperam Alloy Imphy, 'Nuance N42')

C	Mn	Si	S	Ni	Cr	Cu	Mo	Nb	Al	Co	N_2
0,003	0,42	0,09	0,003	41,3	0,03	0,02	0,01	<0,005	<0,005	0,10	0,003

Tableau III.2 : Composition chimique en pourcentages massiques de l'alliage Fe36%Ni (source : Aperam Alloy Imphy, les teneurs en C et en Nb sont très faibles mais les valeurs exactes n'ont pas été communiquées)

C	Mn	Si	Ni	Nb
NC	0,35	0,15	36	NC

A réception des matériaux, les premiers examens métallographiques ont été menés. Certains coupons de la tôle de Fe41%Ni écroui de 30% ont été laminés de nouveau à froid pour obtenir des tôles avec des niveaux d'écrouissage différents, en vue d'étudier l'influence de l'écrouissage sur le RIP. L'ensemble des informations liées aux matériaux sont synthétisées dans le Tableau III.3.

Tableau III.3 : Informations liées aux matériaux à l'état de réception

	Épaisseur (niveau d'écrouissage)	Taille de grain moyenne [(a)]	Point de Curie (°C)	Module d'Young (GPa)	Allongement à rupture	Dureté [(a)]
Fe41%Ni (écroui)	2 mm (30%)	10 ~ 20 µm	330 [(b)]	Entre 150 et 330 [(b)]	5,1% [(a)]	224±5 (HV20, plan TL[(c)])
	1 mm (67%)	-			-	232±3 (HV20, plan TL)
	0,34 mm (90 %)	-			-	244±3 (HV20, plan TL)
Fe36%Ni (recuit)	20 mm	20 ~ 50 µm	230 [(b)]	150 [(b)]	30% [(b)]	122±4 (HV2, plan SL) 134±10 (HV2, plan ST)

[(a)], données expérimentales obtenues dans cette étude
[(b)], données issues de la littérature (source : [Béranger *et al.*, 1996])
[(c)], L : la direction de laminage ; S : la direction normale ; T : la direction travers long

Par ailleurs, il convient de souligner le fait que, pour les alliages Fe-Ni, la restauration est relativement limitée même si l'énergie de défaut d'empilement est importante. En effet, pour le système Fe-Ni, l'énergie de défaut d'empilement ne varie pratiquement pas avec la composition chimique et est de l'ordre de 200 $mJ.m^{-2}$ dans l'intervalle de teneur en fer entre 0% et 60% en pourcentage massique [Gallagher, 1970]. Pourtant, la restauration serait limitée à cause d'une haute température de fusion et d'une concentration élevée des éléments [Zaefferer *et al.*, 2001]. Ceci laisse supposer un rôle important de la recristallisation lors de l'adoucissement du matériau.

III.1.2. Conditions de sollicitation

Le choix des conditions de sollicitation a été fait en deux temps : le choix du *domaine* des conditions de sollicitation et l'évaluation des *meilleures* conditions pour la mise en évidence du RIP. Dans cette section, on s'oriente seulement vers la première étape. L'évaluation des meilleures conditions, à l'intérieur de ce domaine, dépend étroitement du matériau ; elle est basée sur les résultats obtenus dans l'étude de la recristallisation et présentée ultérieurement dans le chapitre IV.

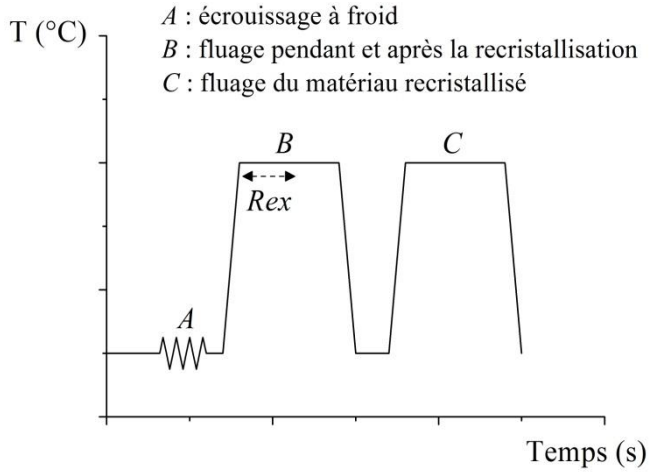
Le domaine des conditions de sollicitation doit s'étendre assez largement pour acquérir suffisamment de données expérimentales, en vue d'une compréhension la plus complète possible du RIP. En effet, les températures visées doivent être représentatives d'un intervalle de températures homologues comprises entre 0,47 et 0,8, dans lequel le phénomène RIP a été rapporté dans la littérature (Tableau II.1 et Tableau II.2). Deuxièmement, les conditions choisies doivent être les plus proches possible de celles en intercage du laminoir à chaud (Tableau I.1), en vue de l'application industrielle. Compte tenu de ces critères, les domaines de contrainte et de température à explorer sont choisis et présentés ci-dessous.

Quant à la contrainte, des valeurs entre 20 et 70 MPa sont visées. La borne supérieure est déterminée par la contrainte en intercage du laminoir. Selon l'étude d'Hacquin [Hacquin, 1996], une valeur de 70 MPa est choisie comme borne supérieure. Pour la borne inférieure, la valeur est fixée à 20 MPa par le fait que la déformation viscoplastique sous 20 MPa aux températures considérées est assez faible et que la mesure est affectée par le bruit du système d'acquisition.

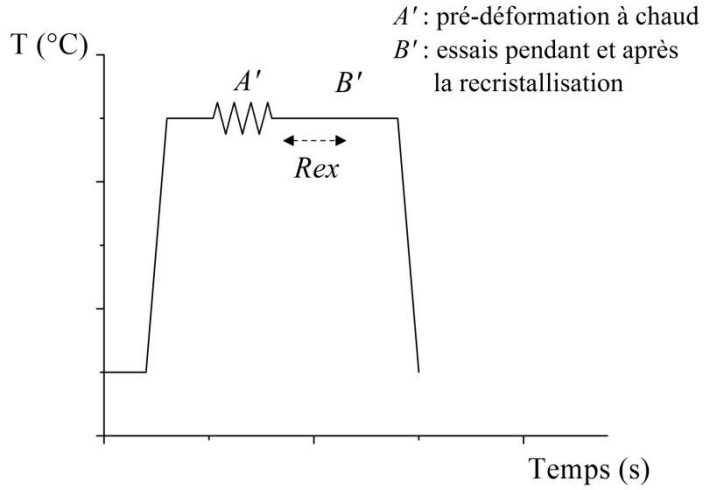
En termes de température, deux domaines sont choisis : des températures intermédiaires, 630 et 650°C (0,53 et $0,54 \times T_m$) et des températures hautes, 850, 950 et 1050°C (de 0,66 à $0,78 \times T_m$). L'ensemble de ces températures couvrent bien l'intervalle de température mentionné dans la littérature et les températures hautes sont bien proches de celle de l'application.

III.2. Étude expérimentale

L'étude expérimentale du phénomène RIP est composée de trois étapes essentielles : une pré-déformation, une étude de la recristallisation et une étude du comportement viscoplastique. La pré-déformation a pour but de donner une force motrice pour déclencher ultérieurement la recristallisation. L'étude de la recristallisation consiste à évaluer les meilleures conditions expérimentales, à caractériser les microstructures et aussi à identifier la cinétique de recristallisation. L'étude du comportement du matériau concerne le comportement viscoplastique assisté par la recristallisation et celui du matériau déjà recristallisé. Selon le mode de pré-déformation et les conditions de sollicitation visées, deux types d'histoire thermomécanique sont considérés et illustrés schématiquement sur les Figure III.1 (a) et (b).



(a) Étude du RIP aux températures intermédiaires (630 à 650°C)



(b) Étude du RIP aux températures élevées (850 à 1050°C)

Figure III.1 : Schémas d'histoire thermomécanique pour l'étude du phénomène RIP sur (a) les matériaux écrouis à froid aux températures intermédiaires et (b) les matériaux déformés à chaud aux températures hautes. « Rex » désigne l'étape de recristallisation. Pour les détails des conditions de sollicitation, se référer respectivement à la Figure IV.1 et à la Figure IV.14

Pour l'étude aux températures intermédiaires, le matériau est déformé à froid (*A*). La recristallisation est en effet suffisamment lente pour que le matériau conserve l'essentiel de son écrouissage dans les premiers instants de l'essai de fluage. Après chauffage, le matériau est soumis à une charge constante pendant deux cycles thermiques successifs (*B* et *C*). Le premier cycle (*B*) consiste en le fluage du matériau avec l'état initial écroui. Ce matériau recristallise pendant le premier cycle, résultant en un état complètement recristallisé au début du deuxième cycle (*C*). Comme la déformation totale à la fin du premier cycle est relativement faible (< 1%), le matériau au début du deuxième cycle peut être considéré comme recristallisé avec un niveau d'écrouissage très faible. La comparaison de la déformation entre les deux cycles peut révéler la déformation supplémentaire liée au RIP. On note que l'étude de la recristallisation est faite au préalable en utilisant des traitements thermiques interrompus suivis par des mesures de dureté et des analyses microstructurales.

Pour les températures hautes (850 à 1050°C), il n'est pas possible de maintenir l'écrouissage initial au cours du chauffage et de la stabilisation en température. De plus, étant donné que la recristallisation a lieu très rapidement (par exemple, en quelques minutes à 950°C), il vaut mieux que la pré-déformation soit effectuée à la même température que celle de la mise en évidence du RIP, évitant éventuellement l'artefact lié au changement de température pendant le passage entre les deux stades de l'essai. De ce fait, des conditions isothermes ont été choisies. Les essais commencent par le chauffage du matériau sous charge quasi-nulle, qui est maintenue pour l'homogénéisation de température. Ensuite, le matériau est déformé à chaud en compression (*A'*). Après la pré-déformation, des essais thermomécaniques sont menés lors du stade *B'*, visant (i) à étudier la recristallisation du matériau ainsi que (ii) à mettre en évidence le phénomène RIP sous des conditions de sollicitation variées. Pour étudier le comportement viscoplastique du matériau recristallisé, on n'a pas effectué de deuxième cycle parce que la déformation viscoplastique aux températures hautes est assez importante à la fin du stade *B*'. Par conséquent, le matériau à la fin du premier cycle ne possède pas un état vraiment recristallisé. De ce fait, afin d'étudier le comportement viscoplastique du matériau complètement recristallisé, le matériau écroui est préalablement recuit sous charge faible au début du stade *B'* puis soumis à une charge de fluage (se référer à la Figure IV.14 pour les détails).

Les histoires thermomécaniques ci-dessus présentent le principe de l'étude expérimentale. Les sections suivantes expliquent le choix de la pré-déformation à froid et à chaud, donnent un tour d'horizon des essais envisagés pour la mesure de la cinétique de recristallisation et précisent les méthodes utilisées pour la mise en évidence du RIP. Les procédures expérimentales détaillées et les machines d'essai sont décrites dans les annexes A et B.

III.2.1. La pré-déformation à froid et à chaud

Il est nécessaire d'avoir une pré-déformation, qui vise à fabriquer les dislocations et constituer la force motrice pour déclencher ensuite la recristallisation. Le mode de pré-déformation est en compression à cause d'une ductilité à chaud limitée des alliages Fe-Ni [Simonetta-Perrot,

1994]. Pour les températures intermédiaires, la mise en évidence du RIP est faite en utilisant une machine de fluage en traction ; on ne peut pas déformer le matériau en compression puisqu'il s'agit de tôles fines. De ce fait, la pré-déformation est effectuée à froid au préalable par les différentes séquences de laminage déjà décrites. Pour les hautes températures, un simulateur thermomécanique Gleeble est utilisé pour la réalisation de l'ensemble de la pré-déformation et de la mise en évidence du RIP.

III.2.2. Étude de la recristallisation

Dans cette étude, la mesure de la cinétique de recristallisation est effectuée différemment pour les deux domaines de températures. Pour les températures intermédiaires, des traitements thermiques interrompus sont menés en utilisant un four à radiation et un dilatomètre, suivis par des mesures de dureté et par des observations microstructurales. Pour les températures élevées, la cinétique de recristallisation est obtenue par des essais thermomécaniques effectués juste après la pré-déformation à chaud, y compris des essais de relaxation, des essais de double-passe et des essais de fluage interrompus suivis par des observations microstructurales.

Quant à l'essai de relaxation, plusieurs auteurs [Karjalainen, 1995, Vervynckt *et al.*, 2010] montrent qu'une réduction rapide de la contrainte (sur une échelle de temps logarithmique) est liée à la recristallisation lorsque la déformation totale du matériau est maintenue après une pré-déformation. La cinétique de recristallisation peut ainsi être obtenue rapidement via une méthode phénoménologique en utilisant les données expérimentales. En effet, les mécanismes physiques sous-jacents pourraient être liés au phénomène RIP ; ce dernier peut entraîner une déformation viscoplastique accélérée et provoquer une réduction rapide de la contrainte lorsque la déformation totale est maintenue après la pré-déformation.

Okazaki [Okazaki *et al.*, 1976] souligne des écarts importants issus des problèmes pratiques liés à la machine d'essai (par exemple le gradient de température au long de l'axe de compression). De ce fait, des essais de double-passe et des essais de fluage interrompus, suivis par des observations microstructurales sont également effectués dans notre étude afin de confirmer les résultats obtenus par les essais de relaxation. Après certains essais de fluage interrompus, les observations microstructurales des éprouvettes (diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et microscopie électronique en transmission (MET)) fournissent des informations microstructurales avant, pendant et après la recristallisation, qui peuvent à la fois confirmer la cinétique de recristallisation et aussi aider à formuler des hypothèses quant aux mécanismes sous-jacents.

III.2.3. Étude du comportement viscoplastique

Le comportement viscoplastique assisté par la recristallisation est étudié sous une charge constante lors des stades *B* et *B'*. La compréhension du phénomène RIP est donc basée sur l'étude de :

- l'influence de la contrainte et de la température sur le phénomène RIP. Pour les températures intermédiaires, l'effet du niveau d'écrouissage à froid et de la direction de chargement par rapport à la direction de laminage sont également étudiés ;

- le couplage entre la déformation viscoplastique et la cinétique de recristallisation, qui a été précédemment mesurée ;

- la comparaison entre la déformation viscoplastique au cours de la recristallisation et celle du matériau déjà recristallisé ;

- le couplage entre la réponse macroscopique du matériau et les caractéristiques microstructurales. Les éprouvettes observées sont issues de traitements thermiques interrompus pour les températures intermédiaires, et des essais de fluage interrompus pour les températures élevées.

L'ensemble des essais thermomécaniques cités ci-dessus sont regroupés dans le Tableau III.4 avec les équipements utilisés.

Tableau III.4 : Panorama de l'ensemble d'essais expérimentaux effectués dans cette étude avec les machines et les matériaux correspondants

	Étude du RIP sur le matériau écroui à froid (Fe41%Ni)	**Étude du RIP après la pré-déformation à chaud** (Fe36%Ni)
Pré-déformation	Laminage à froid (laminoir à froid)	Pré-déformation à chaud en compression (Gleeble 1500 D)
Étude de la recristallisation	Traitements thermiques suivis par une mesure de dureté et des observations microstructurales (dilatomètre, four, machine de dureté, MEB et EBSD)	Essais de relaxation Essais de double-passe Essais de fluage interrompus suivis par l'observation microstructurale (Gleeble 1500 D, MEB et EBSD, MET)
Étude du comportement viscoplastique	Fluage sous charges constantes à différentes températures Machine de fluage sous vide secondaire, équipée d'un extensomètre laser	Gleeble 1500 D équipée d'un extensomètre en contact

III.3. Conclusions

Ce chapitre avait pour but de présenter la méthodologie utilisée pour améliorer la compréhension du phénomène RIP : choix des matériaux et des conditions expérimentales, détermination de l'ensemble des essais expérimentaux. Pour conclure, on retiendra les points suivants :

- Deux alliages austénitiques Fe41%Ni et Fe36%Ni, dont la teneur en niobium est très faible, sont choisis, en vue de révéler les informations microstructurales mis en jeu dans le phénomène RIP par un refroidissement rapide sans transformation de phase intermédiaire ;

- Deux domaines de température (températures intermédiaires, 630 et 650°C et températures élevées, entre 850 et 1050°C) et des valeurs de contrainte comprises entre 20 et 70 MPa sont choisis pour la mise en évidence du phénomène RIP. L'intervalle de cette sollicitation couvre l'ensemble des conditions expérimentales liées au RIP mentionnées dans la littérature et celles de l'application industrielle ;

- À cause des conditions expérimentales visées, des limites pratiques issues d'équipements et des matériaux et pour l'intérêt de l'application, l'étude expérimentale est composée de deux campagnes différentes : (i) l'étude du phénomène RIP aux températures intermédiaires sur des matériaux écrouis à froid et (ii) l'étude du phénomène RIP aux températures élevées après la pré-déformation à chaud (*in situ*).

- Pour chaque campagne expérimentale, trois étapes sont envisagées : une pré-déformation visant à donner la force motrice de la recristallisation, une étude de recristallisation pour la détermination de la cinétique de recristallisation et les évolutions microstructurales associées, une étude du comportement viscoplastique du matériau sous différentes conditions de sollicitation, pendant ou après recristallisation.

Chapitre IV : Étude expérimentale du phénomène RIP

Conformément à la méthodologie évoquée précédemment, ce chapitre est consacré à deux campagnes expérimentales (Sous-chapitres IV.1 et IV.2) sous des conditions de sollicitation différentes. Pour chaque campagne, les protocoles des essais expérimentaux sont d'abord détaillés. Ensuite, les résultats de l'étude de la recristallisation et du comportement viscoplastique lié au RIP sont donnés. L'ensemble des résultats des deux campagnes expérimentales sont discutés dans le Sous-chapitre IV.3.

IV.1. Étude du RIP sur les matériaux écrouis à froid

L'étude de la recristallisation est décrite dans la section (IV.1.2), y compris les caractérisations microstructurales et la mesure de la cinétique de recristallisation en fonction de la température. Ceci permet d'évaluer les conditions de sollicitation les plus favorables pour la mise en évidence du RIP. Ensuite, le comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation est exploré par des essais de fluage (IV.1.3).

IV.1.1. Protocoles des essais expérimentaux

Les essais expérimentaux sont consacrés à l'étude de la recristallisation et du comportement viscoplastique du matériau. Les informations de chaque étude sont données dans les sections suivantes, impliquant le choix de dispositif expérimental et les paramètres expérimentaux utilisés.

IV.1.1.1. Traitements thermiques suivis par des examens métallographiques

Selon la géométrie des tôles, les traitements thermiques ont été effectués de manière différente. Rappelons que le matériau Fe41%Ni a été étudié en trois épaisseurs différentes, avec des niveaux d'écrouissage différents. Pour la tôle laminée de 30%, l'épaisseur de 2 mm permet les traitements thermiques par un dilatomètre, qui est capable de contrôler précisément la variation de la température lors d'un recuit. Pour davantage de détails sur le dilatomètre le lecteur peut se référer à l'annexe A. 1. Les éprouvettes cylindriques, de 10 mm de long et 2 mm de diamètre, ont été prélevées dans le sens de laminage. Cette petite dimension géométrique assure un traitement thermique homogène dans l'épaisseur et une trempe rapide. Pour les tôles laminées de 66% et 90%, à cause de la limite d'épaisseur de l'éprouvette (1 mm pour 66% et 0,34 mm pour 90%), les traitements thermiques ont été effectués en utilisant un four conventionnel à radiation. Ce dernier a été également utilisé pour des traitements thermiques sur la tôle laminée de 2 mm, en vue d'identifier éventuellement la différence entre des résultats obtenus par les deux protocoles. Les résultats d'adoucissement montrent que les deux approches donnent des résultats assez similaires.

Les éprouvettes ont été chauffées à 100°C/min à la température visée et maintenues pendant un temps donné. Cette vitesse de chauffage résulte d'un compromis, lors de la mise en évidence du RIP, visant à la fois à limiter le gradient de température le long de l'éprouvette et à empêcher la recristallisation pendant le stade de chauffage. Ensuite, les refroidissements ont été faits par une trempe par jet de gaz dans le dilatomètre et par une trempe à l'eau pour le cas du four. Les éprouvettes ont été ensuite examinées par mesure de la dureté et observation microstructurale.

Les mesures de dureté (macro HV20 et micro HV0.1) ont été effectuées sur la section perpendiculaire à la longueur pour les éprouvettes cylindriques (matériau initialement écroui de 30%). Pour les éprouvettes fines (initialement écrouies de 66 et 90%), seule une mesure de macrodureté sur le plan de laminage a été effectuée. Les valeurs moyennes de microdureté et de macrodureté sont respectivement obtenues à partir de dix et cinq mesures.

Les observations microstructurales ont été menées par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Le protocole de préparation des éprouvettes pour l'EBSD et les paramètres d'observation sont détaillés dans l'annexe C. 1.

Le matériau écroui de 30% est choisi comme matériau de référence lors de la mise en évidence du RIP. De ce fait, l'adoucissement de ce matériau est étudié par traitements thermiques aux différentes températures envisagées pour les essais RIP. Une fois que la température la plus appropriée est choisie, les traitements thermiques à la même température sont effectués sur les deux autres matériaux pour préparer l'étude du RIP. Le Tableau IV.1 synthétise les informations liées à l'étude de la recristallisation, impliquant les matériaux, les traitements thermiques, les mesures de dureté et les observations EBSD.

Tableau IV.1 : Informations de l'ensemble des essais effectués dans l'étude de la recristallisation

Fe41%Ni écroui de	Traitements thermiques		Mesure de dureté	EBSD sur les éprouvettes recuites à 630°C pendant
	Machine	Température (°C)		
30%	Dilatomètre	700, 650 et 630	microdureté (0.1 kg) macrodureté (20 kg)	5 min 45 min 70 min
66%	Four	630	macrodureté (20 kg)	-
90%	Four	630	macrodureté (20 kg)	-

Une première tentative de mesure *in situ* de la cinétique de recristallisation a été mise en œuvre par suivi de résistivité électrique (méthode quatre points) dans la machine de fluage. Les résultats montrent que la résistivité du matériau est insensible à la recristallisation de ce matériau sous les conditions explorées (voir l'annexe A. 3. pour les détails). Il a donc fallu se contenter des traitements thermiques interrompus pour estimer la cinétique de recristallisation. Celle-ci n'a donc pas été estimée sous charge.

IV.1.1.2. Essais de fluage

Les essais ont été effectués à l'aide d'une machine de fluage à vérin électromécanique, sur éprouvettes plates, utilisant toute l'épaisseur des tôles disponibles. La zone utile de l'éprouvette a une longueur initiale de 18 mm et une largeur initiale de 3 mm. L'ensemble de l'éprouvette, d'un four à radiation et d'une cellule de charge est à l'intérieur de l'enceinte de la machine de fluage, sous vide secondaire (quelques 10^{-4} Pa). Le système d'acquisition numérique permet d'enregistrer la charge appliquée, la température mesurée, la variation de longueur dans la direction axiale et la résistance électrique de la zone utile. (Voir l'annexe A. 2. pour plus de détails, notamment sur l'extensométrie).

La Figure IV.1 représente l'histoire thermomécanique mise en œuvre avec les conditions de sollicitation. Le matériau écroui a été soumis à une charge constante pendant deux cycles thermiques successifs. Pour chaque cycle, le matériau a été chauffé à 100°C/min jusqu'à la température visée et maintenu pendant cinq heures. Selon les résultats de l'étude de la recristallisation, le matériau était supposé recristalliser pendant les deux premières heures lors du premier plateau, puis fluer à l'état recristallisé jusqu'à la fin du premier plateau. Le second plateau consiste donc en un fluage du matériau complètement recristallisé. Le refroidissement a été fait par l'arrêt du four et la température descend à une vitesse de 100°C/min environ entre 630°C et 350°C puis moins rapidement jusqu'à la température ambiante.

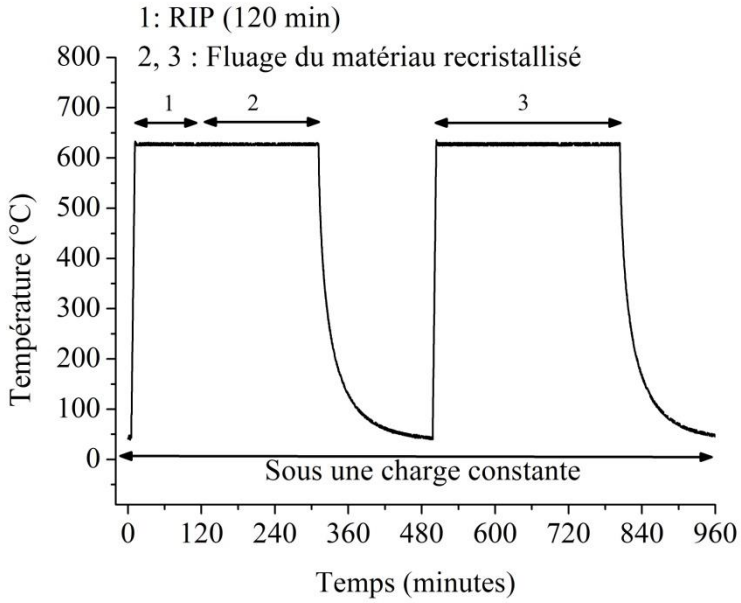


Figure IV.1 : Schéma de l'essai de fluage à une température donnée (ici, 630°C) sous charge constante pour la mise en évidence du RIP sur les matériaux Fe41%Ni écrouis à froid

En termes de mode de sollicitation, nous avons choisi d'imposer une force constante pendant tout l'essai, incluant le chauffage, le maintien en température et le refroidissement. Ceci permet d'éliminer une déformation élastique liée à la variation de la force pendant le fluage. Par ailleurs, la variation de la contrainte vraie pendant les deux plateaux est négligeable, du

fait que la déformation viscoplastique est très faible (entre 1 et 3 %) à la fin des essais. Sauf mention du contraire, la direction de chargement est parallèle à la direction de laminage.

Pour tous les essais de fluage, on a remarqué une accélération de la déformation viscoplastique assez importante au début (les cinq premières minutes) de chaque maintien en température. Pour les deux cycles d'un même essai, l'accélération était identique. Cette accélération cependant variait d'un essai à l'autre. Ceci suggère que cette accélération n'est pas liée au comportement du matériau, mais à un artefact expérimental. Ce dernier pourrait être dû à l'homogénéisation de la température, qui entraîne une dilatation thermique supplémentaire sur la zone utile des éprouvettes au début du plateau. C'est pour cette raison que l'on a retiré les données des premières minutes lors du dépouillement des données expérimentales. Par ailleurs, on note que, pour tous les essais effectués, les déformations viscoplastiques finales sont si faibles que la striction n'a jamais été détectée.

La bonne performance de la machine de fluage a été validée par la mesure du module d'Young à la température ambiante et par la mesure du coefficient de dilatation thermique au cours du chauffage et du refroidissement. Avant le chauffage, une contrainte constante de 50 MPa était appliquée sur l'éprouvette dans la direction axiale et la variation de longueur a été mesurée par l'extensomètre laser, ce qui permettait d'obtenir le module d'Young du matériau et le comparer avec les données de la littérature [Béranger *et al.*, 1996]. Pour les détails de la mesure du coefficient de dilatation thermique, le lecteur pourra se référer à l'annexe A. 4.

En termes de charge appliquée, pour le matériau écroui de 30%, la contrainte d'écoulement à 630°C a été expérimentalement testée sous une vitesse de sollicitation constante, comprise entre 5×10^{-4} s^{-1} et 6×10^{-7} s^{-1}. Les résultats montrent que la contrainte d'écoulement est supérieure à 80 MPa. La contrainte appliquée en fluage, comprise entre 30 et 70 MPa, serait dans le régime élastique si on considérait un essai de traction dans les conditions usuelles, à cette température.

Le Tableau IV.2 présente l'ensemble des essais de fluage réalisés sur les matériaux écrouis. Cette campagne expérimentale nous permet de mettre en évidence les influences de la contrainte appliquée, de la température, du niveau d'écrouissage et de la direction d'application de la charge sur le phénomène RIP. L'essai de fluage sur le matériau écroui de 30% à 630°C sous 50 MPa dans la direction de laminage (L) est utilisé comme référence. Les influences citées ci-dessus sont alors étudiées via les combinaisons des essais suivants :

- l'effet de la contrainte : écroui de 30%, 630°C, L, 30, 50 et 70 MPa
- l'effet de la température : écroui de 30%, 630 et 650°C, L, 50 MPa
- l'effet du taux d'écrouissage : écrouis de 30, 66 et 90%, 630°C, L, 50 MPa
- l'effet de la direction de la charge : écroui de 30%, 630°C, L et T, 50 MPa

Tableau IV.2 : l'ensemble des essais de fluage effectués sur Fe41%Ni écroui à froid

	630°C			650°C
30% (L[a])	30 MPa	50 MPa	70 MPa	50 MPa
30% (T[b])	-	50 MPa	-	-
66% (L)	-	50 MPa	-	-
90% (L)	-	50 MPa	-	-

[a], la direction d'application de la charge est parallèle à la direction de laminage
[b], la direction d'application de la charge est perpendiculaire à la direction de laminage

IV.1.2. Mécanisme et cinétique de recristallisation

Cette section présente les résultats de l'étude de la recristallisation. Il s'agit, d'une part, des résultats de l'adoucissement des éprouvettes issues des traitements thermiques interrompus, et d'autre part, des informations obtenues par les observations microstructurales des éprouvettes recristallisées partiellement. La cohérence de ces deux types de résultats valide enfin la cinétique de recristallisation du matériau écroui de 30% à 630°C.

IV.1.2.1. Adoucissement des matériaux

Les traitements thermiques entraînent l'adoucissement du matériau écroui. La Figure IV.2 montre l'évolution de dureté du matériau écroui de 30% après des recuits aux trois températures (630, 650 et 700°C) pour un temps de maintien donné. On constate d'abord que la chute de la valeur de dureté est assez rapide à 700°C (en une dizaine de minutes) et est moins brutale à 650 et 630°C. De plus, on note que, pour l'ensemble des courbes, les valeurs de dureté descendent rapidement pendant les cinq premières minutes. Cette chute serait liée à la restauration du matériau, ce qui sera validé ultérieurement par les observations microstructurales (Figure IV.4). Les valeurs de dureté de la fin de chaque courbe sont assez proches les unes des autres. Parmi elles, pour le cas à 630°C, la valeur de dureté à deux heures est identique à celle du matériau après un recuit de 12 heures, qui n'est pas affichée sur cette figure. Ceci signifie que la valeur de dureté du matériau recuit est de l'ordre de 150 HV0.1. De ce fait, on sait que les matériaux sont complètement recristallisés en deux heures à 630°C, en une heure à 650°C et en une dizaine de minutes à 700°C.

Quant à la dispersion des valeurs de dureté, les données présentent des dispersions plus importantes au milieu des courbes, par rapport aux deux extrêmes. Ceci peut s'expliquer par la coexistence des grains recristallisés, plus mous et des grains écrouis, plus durs, pendant la recristallisation. De fait, la mesure de la microdureté est effectuée sous une charge de 0.1 kg et la taille de l'empreinte est de l'ordre de 50 μm, ce qui pourrait approximativement couvrir une vingtaine de grains (Figure IV.4).

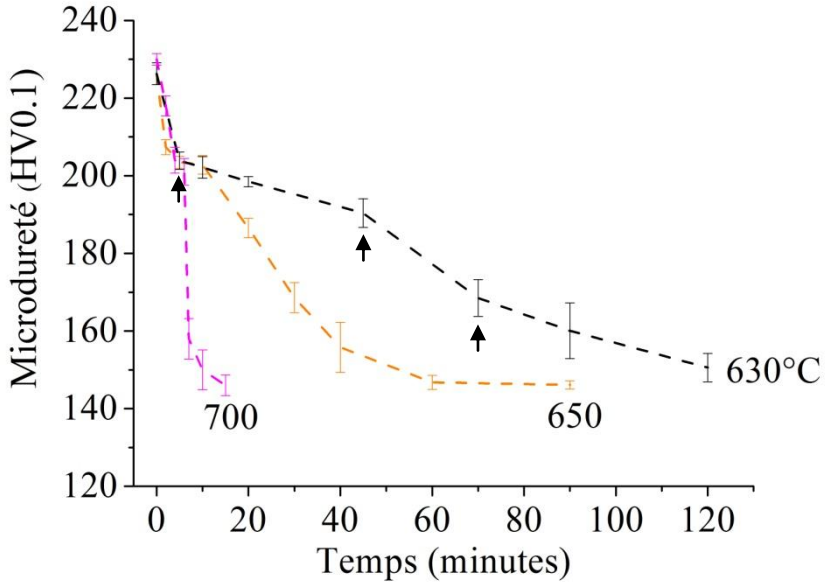


Figure IV.2 : Évolution de la valeur de microdureté du matériau écroui de 30% au cours de recuits aux trois températures, les éprouvettes examinées en EBSD sont illustrées par les flèches

A partir des informations liées à l'adoucissement ci-dessus, on décide de choisir la température 630°C comme température de référence pour l'étude du RIP parce que le matériau recristallise assez lentement à cette température (entre la cinquième minute et la 120eme minute) ; la courte incubation de 5 minutes permet de s'affranchir de l'artefact associé au début du plateau, où la température n'est pas encore stabilisée.

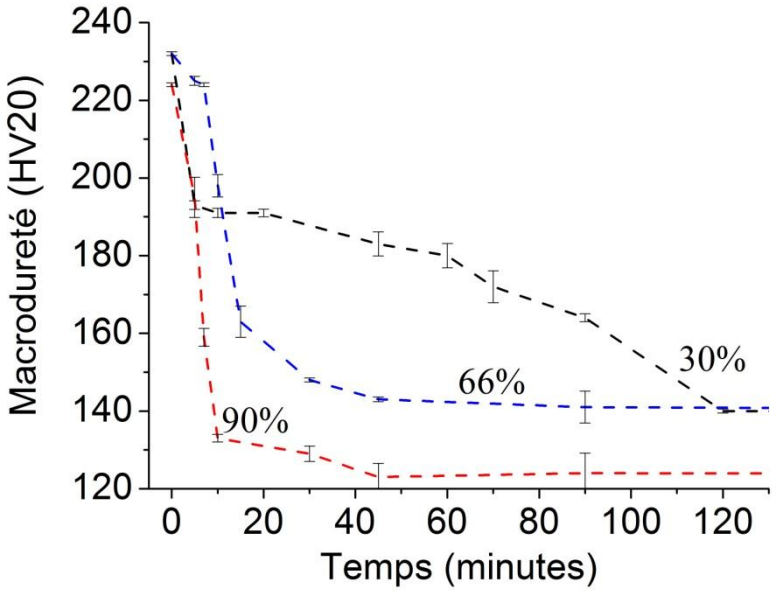


Figure IV.3 : Évolution de la valeur de macrodureté des matériaux écrouis de 30, 66 et 90% au cours d'un recuit à 630°C

Pour les matériaux écrouis de 66 et 90%, leurs adoucissements à 630°C sont également étudiés et les valeurs de macrodureté sont présentées sur la Figure IV.3. La courbe du matériau écroui de 30% n'est pas identique à celle affichée sur la Figure IV.2 car les données

sont respectivement obtenues par des mesures de microdureté et de macrodureté. L'effet de l'écrouissage sur l'adoucissement du matériau est évident : plus le niveau d'écrouissage est important, plus le matériau s'adoucit rapidement. Pour le matériau écroui de 90%, la chute de la dureté est considérable en une dizaine de minutes. De plus, sa valeur à l'état recuit est inférieure à celle du matériau écroui de 66% ou 30%, puis recuit. Ceci est peut-être lié à une caractéristique microstructurale induite par l'écrouissage initial important. Pourtant, à cause de l'épaisseur fine des éprouvettes, la préparation de l'éprouvette pour l'observation EBSD devient délicate et aucune observation microstructurale n'a été effectuée. Par conséquent, on n'a pas d'information microstructurale directe pour guider l'interprétation de la différence des valeurs de dureté.

Pour tous les résultats présentés dans cette section, la chute de la valeur de dureté pendant le recuit est *a priori* due non seulement à la recristallisation statique mais aussi à la restauration statique. C'est pour cette raison que l'on ne peut pas déduire directement la cinétique de recristallisation à partir des données de dureté. Les informations microstructurales sont donc nécessaires pour validation de la cinétique de recristallisation. C'est dans ce contexte que plusieurs éprouvettes sont examinées par EBSD. La section suivante présente les informations liées aux éprouvettes écrouies de 30% traitées pendant 5, 45 et 70 minutes à 630°C. La cartographie d'orientation de l'éprouvette traitée pendant 5 minutes permet de relever la microstructure associée à une chute de la dureté aux cinq premières minutes, et les deux autres cartographies des éprouvettes de 45 et 70 minutes permettent d'estimer les fractions volumiques des grains recristallisés, qui devraient *a priori* être nettement différentes les unes des autres.

IV.1.2.2. Microstructures liées à la recristallisation

Le logiciel d'analyse EBSD (OIM) dispose de plusieurs méthodes pour distinguer les grains recristallisés et des grains écrouis, puis obtenir la fraction volumique des grains recristallisés. La première consiste en l'Indice de Qualité (IQ). Ce paramètre est associé à la qualité du cliché de pseudo-Kikuchi détecté en un point. Lorsque le matériau est recristallisé ou restauré avec une densité de dislocations faible, cette qualité est notablement élevée. A l'inverse, quant au matériau écroui, cette qualité est dégradée par la présence de nombreuses dislocations. On note que la préparation de l'échantillon peut modifier également la valeur d'IQ à cause de l'écrouissage ou de l'oxydation de la surface. La seconde méthode consiste à calculer la valeur de « Grain Orientation Spread (GOS) » pour chaque grain. Cette dernière représente la moyenne des désorientations de chaque pixel d'un même grain par rapport à l'orientation moyenne de ce grain. Une faible valeur de GOS signifie une faible désorientation interne, correspondant aux grains recristallisés. A l'inverse, un grain restauré ou déformé possède une valeur de GOS élevée. La troisième méthode consiste en la moyenne des désorientations entre le pixel étudié et les pixels voisins (dans le même grain), connue comme « Kernel Average Misorientation » (KAM). La moyenne des désorientations couvrant au 3ème voisin est calculée (soit un rayon de 0,45 μm) dans notre étude. Une valeur faible de KAM est liée à une faible désorientation locale. En revanche, une valeur importante de KAM signifie une désorientation locale importante à l'intérieur des grains.

Les trois méthodes ont été utilisées dans cette étude. Dans la suite, nous ne présentons que les résultats d'IQ et de GOS parce que les résultats obtenus par GOS et KAM montrent toujours des fractions recristallisées analogues (environ 5% d'écart entre les deux). La Figure IV.4 représente respectivement les images en IQ et en GOS pour les éprouvettes après des recuits de 5, 45 et 70 minutes. La direction de laminage est perpendiculaire aux surfaces observées. Les lignes représentent les joints de grains : les bleues correspondent à une désorientation supérieure à 15° et les rouges à une désorientation entre 1° et 15°.

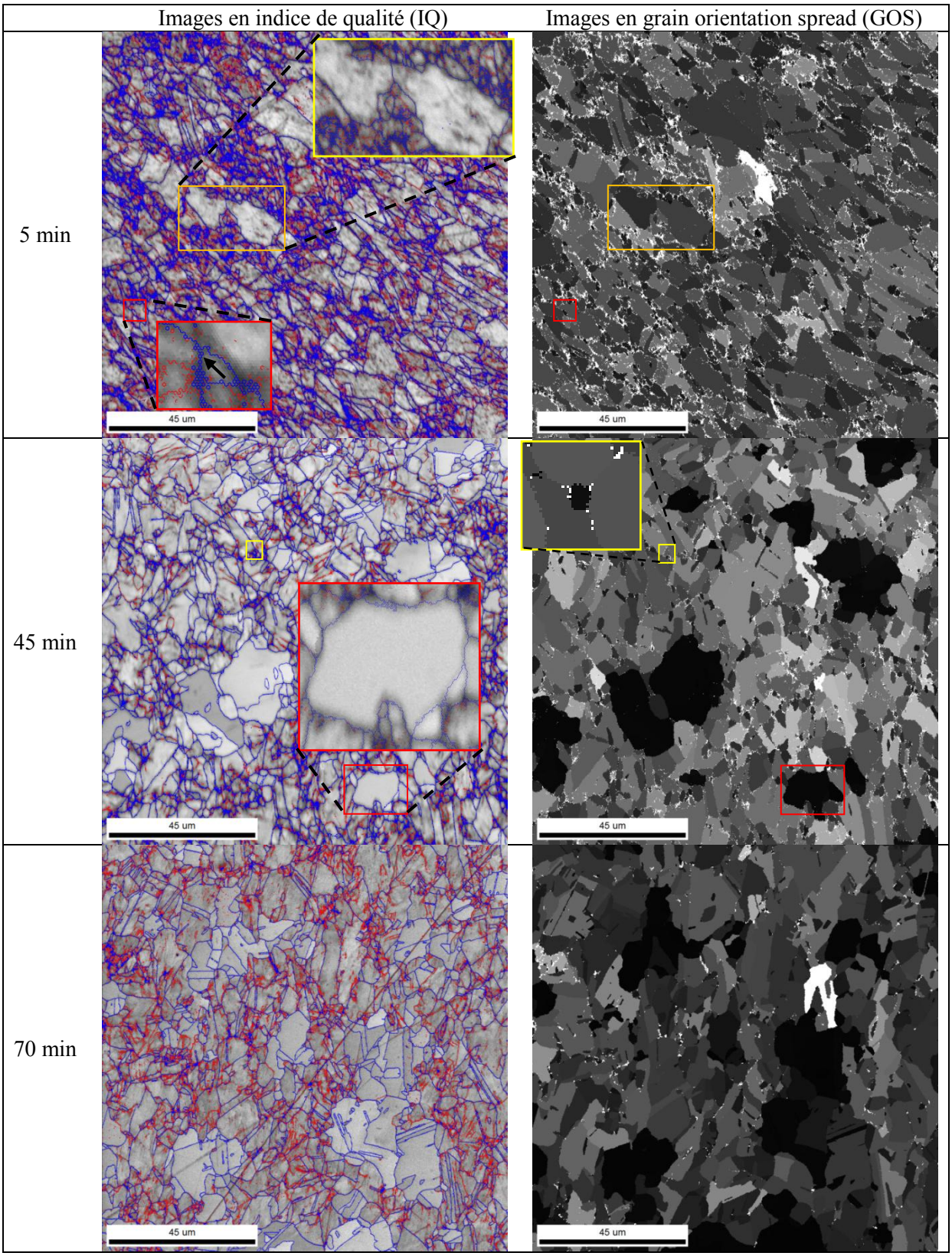


Figure IV.4 : Microstructures des éprouvettes laminée de 30% à froid puis après recuites à 630°C pour une durée de 5, 45 et 70 minutes. Les lignes bleues représentent les joints de grains dont la désorientation est supérieure à 15° et les rouges entre 1 et 15°, la direction de laminage est perpendiculaire aux sections observées

Pour l'éprouvette après un recuit de 5 minutes, l'image en IQ présente une microstructure écrouie. Ceci se traduit par une densité élevée de joints de grains de faible désorientation ainsi que par une direction préférentielle de l'allongement des grains. Pour les gros grains (le zoom jaune en haut), on peut également remarquer les sous-structures. Sur l'image en GOS à droite, on peut voir certains petits grains, néanmoins ce ne sont pas des petits grains recristallisés parce qu'une désorientation importante a été détectée dedans. Un grain avec peu de désorientations internes devrait apparaître de couleur noire sur ce type de cartographie. Par exemple, une désorientation supérieure à 2° a été identifiée le long de la flèche pour le petit grain (le zoom rouge en bas). Toutes ces évidences suggèrent que cette éprouvette n'a pas encore commencé à recristalliser et que la chute de la dureté au cours de cinq premières minutes n'est pas liée à la recristallisation, mais probablement due à la restauration.

Pour l'éprouvette après un recuit de 45 minutes, la microstructure présente une coexistence de grains recristallisés et de grains écrouis. Le zoom jaune en haut montre qu'un germe est détecté au niveau de joints des grains dans une jonction triple. De plus, on constate une croissance rapide de certains grains recristallisés aux dépens de la matrice écrouie (par exemple, dans le zoom rouge en bas) et très peu de grains d'une taille inférieure à 10 μm, et en tout cas pas de réseau de petits grains en collier autour des gros grains.

Pour l'éprouvette traitée pendant 70 minutes, les microstructures présentent également une coexistence des grains recristallisés et écrouis. Les caractéristiques microstructurales sont similaires à celles de l'éprouvette recuite pendant 45 minutes.

La répartition de valeur IQ et celle de la valeur GOS ont été étudiées et présentées sur la Figure IV.5. Afin d'obtenir précisément les fractions volumiques des grains recristallisés à partir de ces répartitions, un seuillage approprié est nécessaire en vue de distinguer les grains recristallisés des grains écrouis. Les paragraphes suivants présentent respectivement l'identification du seuil pour le cas IQ et GOS, ainsi que les fractions des grains recristallisés obtenues. Pour l'éprouvette recuite pendant 5 minutes, aucun grain recristallisé n'a été détecté sur la cartographie pour les raisons mentionnées plus haut et, par conséquent, toutes les données, qui sont liées aux grains écrouis, peuvent servir comme d'un seuil 100% non-recristallisé.

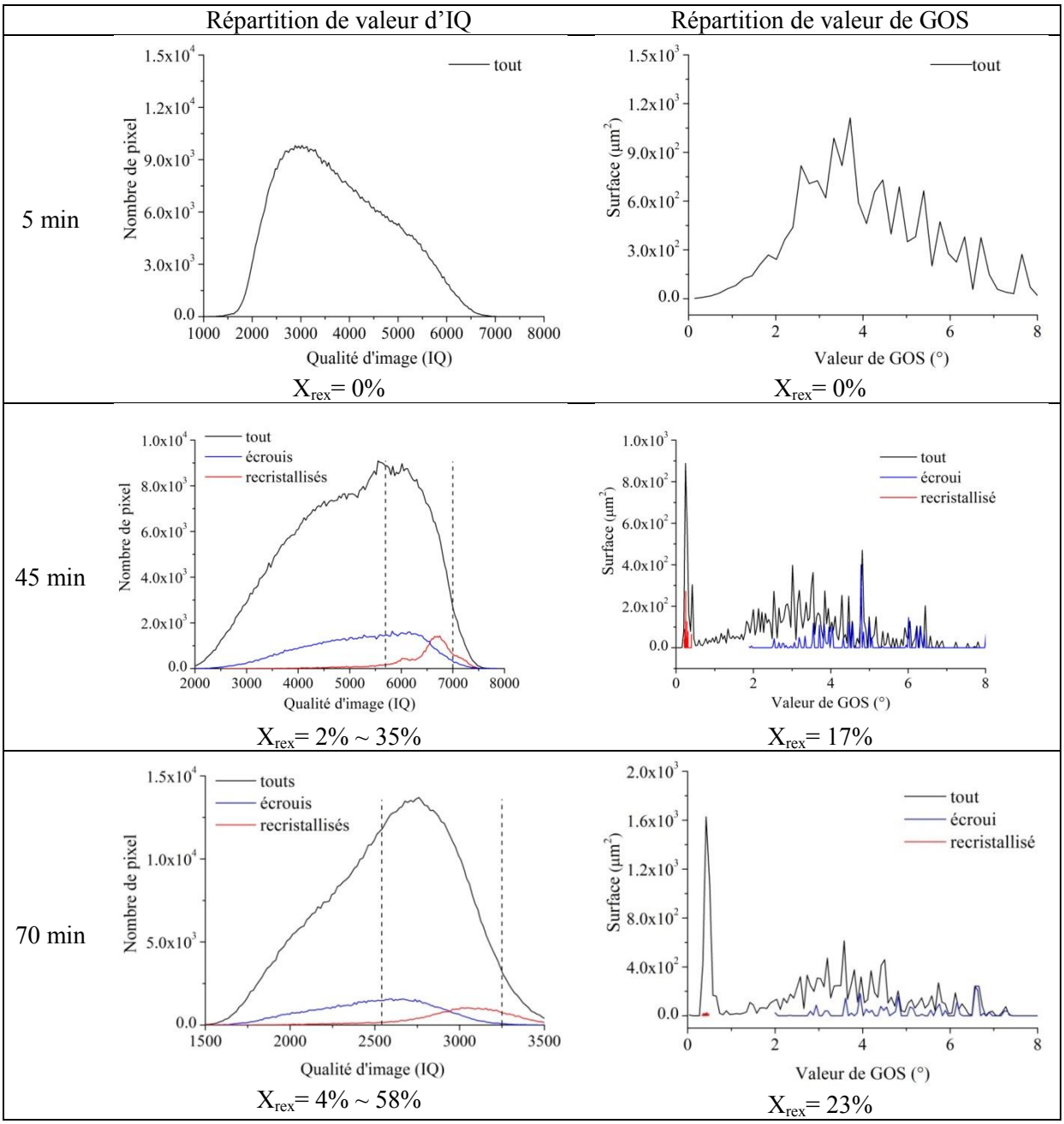


Figure IV.5 : Répartition de l'indice de qualité du pixel (IQ) et de la désorientation moyenne par grain (GOS) pour les éprouvettes traitées au préalable à 630°C pendant 5, 45 et 70 minutes

En termes d'IQ, le nombre de pixels est tracé en fonction de la valeur de l'indice de qualité. Les trois éprouvettes présentent une distribution de type quasi triangle. Afin d'identifier la fraction volumique des grains recristallisés, une valeur de seuil d'IQ est ici nécessaire, en distinguant les deux types de grains. La détermination de ce seuil, pour chaque éprouvette, a été tentée d'une manière manuelle. Selon la valeur d'IQ, on peut facilement identifier certains grains complètement recristallisés et écrouis. Ces grains nous permettent de construire deux sous-cartographies liées respectivement aux grains recristallisés et aux grains écrouis. Le nombre des grains sélectionnés pour la construction des cartographies doit être suffisant (le nombre des grains sélectionnés varie d'une à l'autre à cause du niveau de recristallisation différent) pour que les données soient représentatives. Pour chaque nouvelle cartographie

construite, le nombre de pixels est à nouveau tracé en fonction de la valeur d'IQ, comme le montrent les courbes rouges et bleues sur la Figure IV.5. Ces dernières présentent la distribution d'IQ respective des grains considérés réellement comme respectivement recristallisés et écrouis. Ensuite, à partir des distributions d'IQ de chaque type de grains, on définit un seuil correspondant. Par exemple, pour la distribution d'IQ des grains recristallisés (courbe rouge), on définit un seuil de 5700 et tous les grains possédant une valeur d'IQ supérieure à 5700 sont considérés comme grains recristallisés. De la même manière, on définit un autre seuil de 7000, qui distingue les deux types de grains. Par conséquent, deux seuils sont respectivement déterminés et les fractions recristallisées peuvent être donc estimées en utilisant la courbe d'IQ du matériau (courbe noire) et des deux seuils. Une valeur de la fraction recristallisée (X_{rex}) est obtenue entre 2 et 35% pour l'éprouvette traitée en 45 minutes et entre 4 et 58 % pour celle de 70 minutes. On remarque que l'incertitude de la fraction recristallisée est très importante, elle est essentiellement due à l'effet de la restauration sur la qualité des clichés d'EBSD.

Quant à la quantification par GOS, l'aire totale des surfaces des grains est tracée en fonction de leurs valeurs de GOS. Par la même méthode que précédemment, on estime la fraction recristallisée en utilisant la répartition de GOS et le seuil. La détermination du seuil est faite de la même manière que celle appliquée ci-dessus sur IQ. Pour les éprouvettes traitées pendant 45 et 70 minutes, certains grains considérés respectivement comme recristallisés ou comme écrouis ont été sélectionnés. Les courbes rouges et bleues sur la Figure IV.5 représentent respectivement la distribution de GOS des grains recristallisés et écrouis. On constate l'absence de superposition. Les grains recristallisés possèdent une valeur de GOS inférieure à 1° et la valeur de GOS des grains écrouis est supérieure à 2°. On peut supposer que le seuil est égal à 1° ou 2°. A l'aide de ce seuil, une fraction recristallisée de 17% est obtenue pour l'éprouvette recuite pendant 45 minutes et 23% pour l'éprouvette recuite pendant 70 minutes. Par ailleurs, on note que le seuil de 1° est assez proche de la limite de la mesure de la technique EBSD, de 0,5°.

Pour les éprouvettes traitées pendant 45 et 70 minutes, les fractions recristallisées obtenues par les deux méthodes IQ et GOS sont assez cohérentes, malgré l'incertitude sur les résultats issus de la première méthode. Les valeurs issues de la deuxième méthode basée sur GOS sont précises du fait d'une répartition de type bimodale, au lieu d'être monomodale comme c'est le cas pour IQ. De plus, dans les cartographies d'IQ, l'indice de qualité peut être également amélioré à cause de la restauration, qui réarrange les dislocations à l'intérieur des grains écrouis et éventuellement mène bien la distribution de chaque population à une distribution monomodale pour l'ensemble. Par ailleurs, on trouve également que certaines sous-structures des grains écrouis présentent une valeur d'IQ assez proche de celle des grains recristallisés. Comme la valeur d'IQ n'est pas un critère précis, on préfère donc utiliser les résultats de GOS et les fractions de 17% et 23% seront considérées comme les fractions surfaciques des grains recristallisés pour les deux éprouvettes. Par ailleurs, on note que, du fait que les grains recristallisés présentent une morphologie relativement équiaxe, on peut penser que les fractions obtenues par EBSD peuvent être considérées comme la fraction volumique des

grains recristallisés. Ceci pourrait être vérifié par EBSD sur un plan qui est perpendiculaire à celui observé ci-dessus.

IV.1.2.3. Cinétique de recristallisation

La cartographie d'orientation de l'éprouvette recuite pendant 5 minutes a confirmé que la chute importante de la dureté pendant les cinq premières minutes du recuit n'est pas liée à la recristallisation. C'est probablement la restauration qui entraîne cette réduction de dureté d'environ 30%. A partir de la cinquième minute, la chute de la dureté devient plus lente, ceci doit permettre de faire une hypothèse que la diminution de la dureté à partir de la cinquième minute soit due à la recristallisation, qui durerait alors deux heures. La cinétique de recristallisation peut être donc obtenue à partir des valeurs de macrodureté antérieurement présentées sur la Figure IV.3. Les valeurs de dureté de la 5ème minute et de la 120ème minute sont utilisées comme les valeurs de dureté associées respectivement au début et à la fin de la recristallisation. La fraction volumique de grains recristallisés, X_{rex} peut alors être estimée par l'équation suivante :

$$X_{rex} = \frac{(HV_i - HV_t)}{(HV_i - HV_f)} \qquad \text{(IV.1)}$$

avec :

- HV_i et HV_f , les valeurs de dureté respectivement au début et à la fin de la recristallisation ;
- HV_t la valeur de dureté après un recuit pour un temps donné t entre 5 et 120 minutes.

Avec cette méthode, la variation de X_{rex} est obtenue en fonction du temps de recuit. La Figure IV.6 présente la variation de fraction calculée à partir des valeurs de dureté ainsi que celles obtenues par l'observation EBSD. On constate que les valeurs de X_{rex} obtenues par les deux méthodes sont cohérentes. Ceci confirme que la variation de la dureté entre la 5ème minute et la 120ème est essentiellement due à la recristallisation. La courbe liée aux données de dureté sera utilisé comme donnée expérimentale pour modéliser la cinétique de recristallisation dans la suite de ce sous-chapitre.

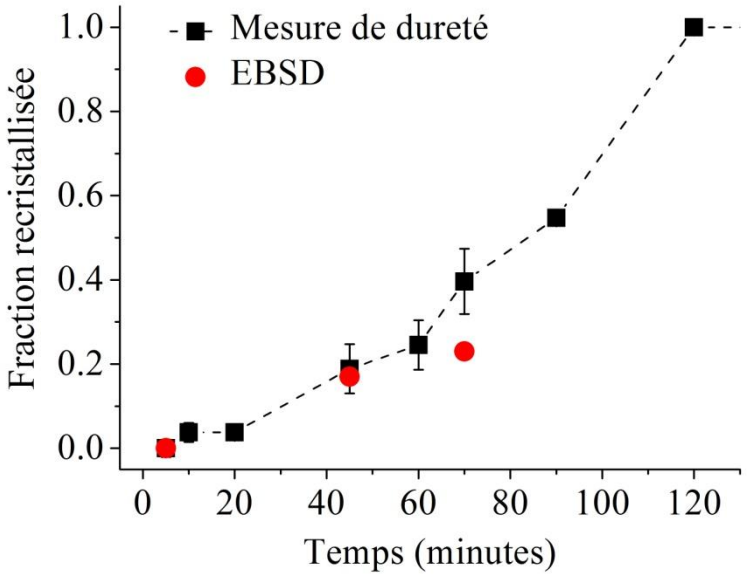


Figure IV.6 : Fraction volumique de grains recristallisés à 630°C obtenue par la mesure de dureté (courbe) et par l'observation EBSD (points ronds)

Pour le cas à 650°C, on fait l'hypothèse que la chute de la dureté pendant les cinq premières minutes est essentiellement due à la recristallisation, parce que cette chute est assez similaire à celle constatée à 630°C et suivie par une sorte d'arrêt. Par conséquent, la variation de X_{rex} à 650°C peut être obtenue en utilisant la même méthode ci-dessus. La Figure IV.7 présente l'évolution de la fraction volumique de grains recristallisés du matériau écroui de 30% à 630 et 650°C. De ces courbes, on peut estimer l'énergie d'activation de la recristallisation en utilisant le temps t_{50pct}, qui correspond à une fraction recristallisée de 50% (équation (II.2)). Une énergie d'activation de 240 kJ/mol est obtenue, se rapprochant de l'énergie d'activation de recristallisation statique de l'ordre de 300 kJ/mol citée dans de nombreuses études pour le domaine austénitique [Sellars et Whiteman, 1979, Saito *et al.*, 1985, Perdrix, 1987].

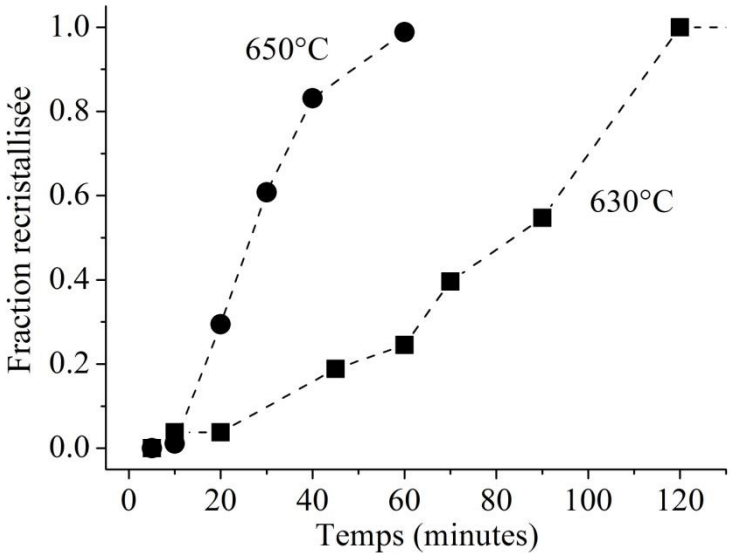


Figure IV.7 : Fractions volumiques de grains recristallisés en fonction du temps de recuit à 630 et 650°C pour le matériau écroui de 30%

Pour les matériaux écrouis de 66 et 90%, aucune observation microstructurale n'a été effectuée. De ce fait, on ne peut pas extraire la fraction volumique de grains recristallisés de la même manière citée ci-dessus, en l'absence de validation par des informations microstructurales. Grâce aux mesures de dureté, on connaît cependant le temps nécessaire pour obtenir la recristallisation complète. À 630°C, il faut respectivement une trentaine et une dizaine de minutes pour le matériau écroui de 66% et 90%. De ce fait, les matériaux écrouis commencent probablement à recristalliser pendant les cinq premières minutes, au moins pour le matériau écroui de 90%. Ces informations sont suffisantes pour une mise en évidence qualitative du RIP sur les matériaux à 630°C.

IV.1.3. Comportement viscoplastique pendant et après la recristallisation

Cette section présente les résultats liés au comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation. Les influences respectives de la contrainte appliquée, de la température, du niveau d'écrouissage initial et de l'anisotropie induite par l'écrouissage sont successivement abordées dans les sections suivantes.

IV.1.3.1. Effet de la contrainte

Éprouvettes écrouies de 30%, 630°C, testées en fluage sous 30, 50 et 70 MPa testées dans la direction de laminage

Les Figure V.8 (a1), (b1) et (c1) présentent la variation de la température et l'augmentation de la longueur des éprouvettes testées sous les trois charges à 630°C. Sous 70 MPa, certaines données à la fin du premier plateau sont hors du domaine de mesure de l'extensomètre laser. La mesure a été manuellement remise à zéro après le premier cycle pour être capable de suivre le deuxième cycle. Les Figure IV.8 (a2), (b2) et (c2) ne font apparaître que la déformation viscoplastique pendant les premiers et les deuxièmes plateaux où les données aux cinq premières minutes ont été retirées.

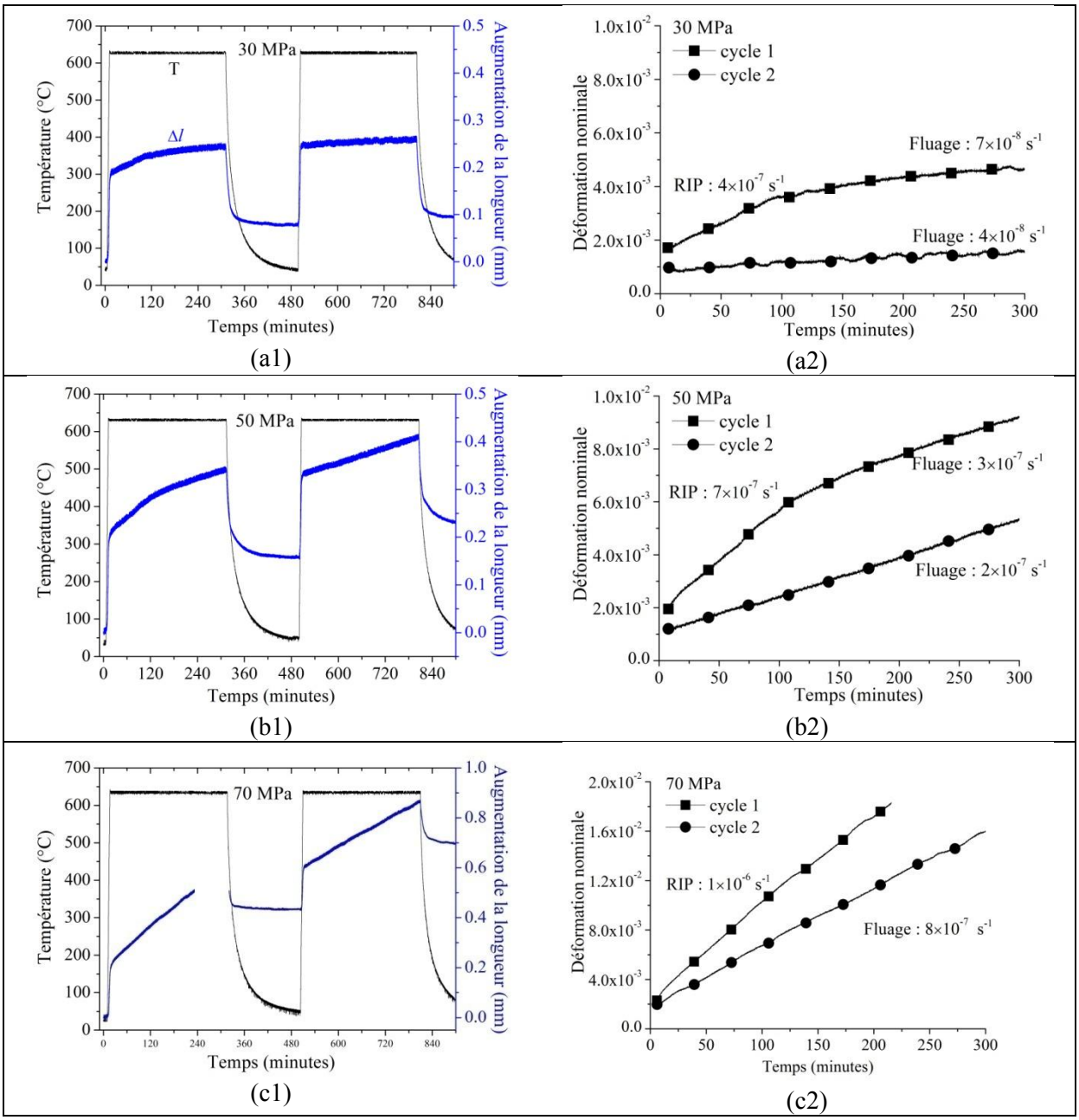


Figure IV.8 : (a1), (b1) et (c1) Variation de la température et augmentation de la longueur des éprouvettes sous 30 MPa, 50 MPa et 70 MPa, et (a2), (b2) et (c2) déformation viscoplastique du matériau pendant le premier et le deuxième plateaux

Dans les essais sous 30 et 50 MPa, on peut voir que le matériau flue rapidement pendant les 120 premières minutes du premier plateau et ensuite flue moins rapidement jusqu'à la fin du premier plateau et pendant le deuxième plateau. Les vitesses de déformation des 120 premières minutes et de la partie suivante sont quasiment constantes et leurs valeurs sont indiquées sur les Figure IV.8 (a2), (b2) et (c2). Pour le deuxième plateau, il n'apparaît qu'une vitesse de déformation constante. Les valeurs de la vitesse de déformation du deuxième plateau et celles de la fin du premier plateau sont quasiment identiques. Le rapport entre la vitesse de déformation pendant les 120 premières minutes et celle du deuxième plateau est de 10 sous 30 MPa et de 3,5 sous 50 MPa.

Rappelons que le temps de recristallisation complète, mesuré sans contrainte appliquée, est de 120 minutes à 630°C pour ce matériau écroui de 30%. Ce temps est évidemment identique à celui pendant lequel le matériau flue relativement rapidement au premier plateau. De ce fait, on peut penser que la déformation viscoplastique, accélérée pendant les 120 premières minutes du premier plateau, est liée au phénomène RIP, tandis que la déformation dans la partie suivante (les 180 dernières minutes du premier plateau et le deuxième plateau) est liée au comportement viscoplastique du matériau recristallisé.

Toutefois, pour l'essai sous 70 MPa, on ne constate qu'une seule vitesse de déformation, constante, pour chaque plateau. La valeur de la vitesse de déformation du premier plateau est supérieure d'environ 2 fois à celle du deuxième plateau. À l'opposé des cas sous 30 et 50 MPa, la déformation accélérée n'est pas visible pendant les 120 premières minutes du premier plateau. Ceci peut être lié à la contrainte appliquée assez importante. Selon [Thornton et Cahn, 1961, Winning et Schafer, 2006], la contrainte appliquée peut augmenter le niveau de la restauration puis retarder la cinétique de recristallisation. Par conséquent, l'accélération de la déformation dure plus de 120 minutes. Comme il manque des données expérimentales à la fin du premier plateau, on ne peut pas savoir quand l'accélération du fluage se termine au cours du premier plateau. Néanmoins, on peut penser que la vitesse de déformation supérieure du premier plateau est également associée au phénomène RIP.

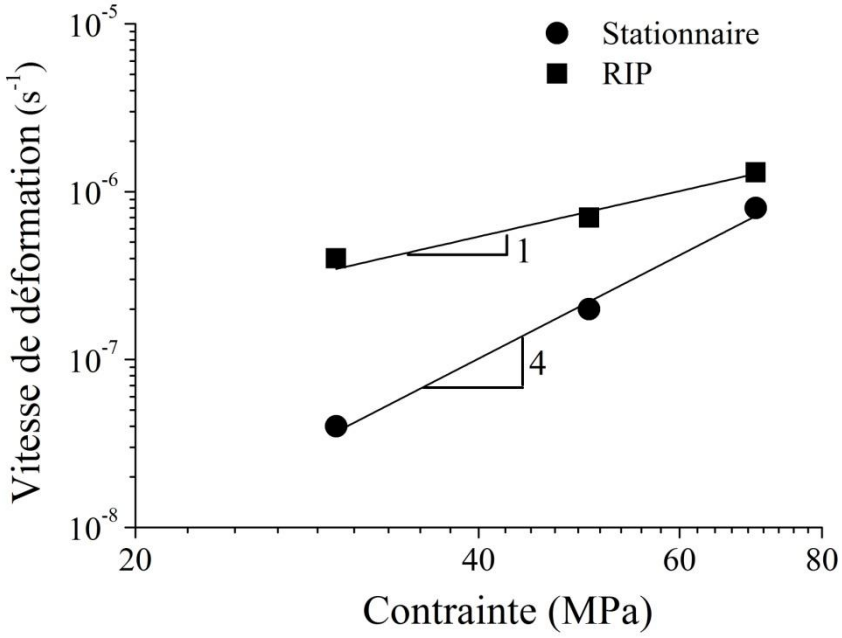


Figure IV.9 : Dépendance de la vitesse de déformation vraie vis-à-vis de la contrainte vraie

A partir des valeurs de la vitesse de déformation mesurées, la dépendance de la vitesse de déformation vis-à-vis de la contrainte vraie est étudiée. La Figure IV.9 montre cette dépendance pour le matériau pendant et après la recristallisation. Les données marquées comme « RIP » et « stationnaire » correspondent respectivement aux vitesses de déformation moyenne lors des 120 premières minutes du premier plateau et à celles en régime stationnaire

mesurées pendant le deuxième plateau. Sous la même sollicitation, le matériau flue plus rapidement pendant la recristallisation par rapport à celui déjà recristallisé. Le matériau recristallisé présente une relation de type loi puissance avec un exposant de 4, toutefois, le matériau en cours de recristallisation présente une vitesse de déformation proportionnelle à la contrainte appliquée. Ceci signifie que le comportement du RIP est moins sensible à la contrainte appliquée par rapport au fluage en régime stationnaire du matériau recristallisé.

Par ailleurs, on note que le matériau recristallisé possède immédiatement un comportement en régime stationnaire après la recristallisation sous charge. Ceci a été confirmé par les essais de fluage préliminaires sur des matériaux recuits à 630°C sans charge pendant deux heures. La vitesse de déformation obtenue est cohérente avec les résultats sur la Figure IV.9.

IV.1.3.2. Effet de la température

Éprouvettes écrouies de 30%, testées en fluage à 630 et 650°C, sous 50 MPa dans le sens de laminage

La Figure IV.10 (a) présente les résultats expérimentaux de l'éprouvette laminée de 30% puis testée en fluage sous 50MPa à 650°C. Pour le deuxième plateau, certaines données de l'augmentation de longueur sont hors du domaine de mesure. Ceci ne gêne pas l'étude du comportement viscoplastique du matériau recristallisé car ce dernier est évident à la fin du premier plateau. La Figure IV.10 (b) présente la déformation viscoplastique du premier plateau lorsque les éprouvettes fluent à 630 et 650°C sous 50 MPa. Rappelons que la cinétique de recristallisation du matériau écroui de 30% à 630 et 650°C a été identifiée (Figure IV.7) et le matériau recristallise complètement en environ une heure à 650°C et deux heures à 630°C.

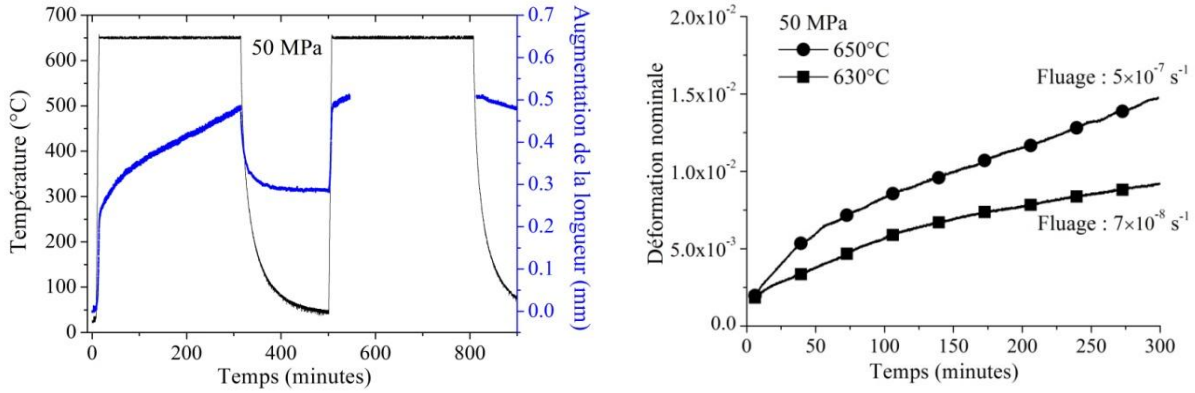


Figure IV.10 : (a) Variation de la température et augmentation de la longueur de l'éprouvette écrouie de 30% puis testée en fluage sous 50 MPa à 650°C, (b) déformation viscoplastique pendant le premier plateau de ce même essai

Pour comparer accélération de la déformation et recristallisation plus en détail, on trace l'évolution de la vitesse de déformation en fonction du temps lors du premier cycle pour les deux températures (Figure IV.11). On remarque une décroissance importante de la vitesse de déformation à 650°C pendant les 60 premières minutes. Ce temps est cohérent avec le temps

nécessaire à la recristallisation complète à 650°C. De ce fait, on déduit que l'accélération de la déformation pendant les 60 premières minutes est très probablement liée au RIP.

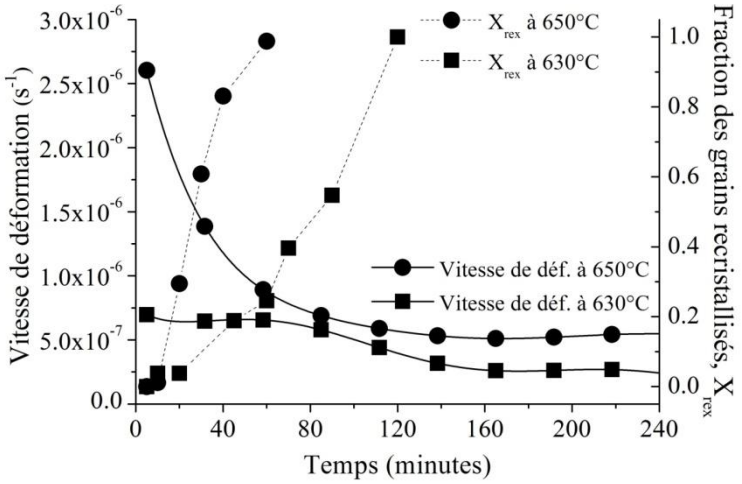


Figure IV.11 : Évolution de la vitesse de déformation des éprouvettes écrouies de 30%, à 630℃ et 650°C sous 50 MPa pendant le premier plateau et superposition de la cinétique de recristallisation correspondante

A partir des courbes présentées sur la Figure IV.11, on essaie d'identifier l'énergie d'activation de la déformation viscoplastique. Toutefois, on souligne le fait que l'énergie d'activation est généralement obtenue en utilisant les données liées à l'état stationnaire. À l'opposé, un matériau en cours de la recristallisation est dans un état non stationnaire. De ce fait, afin de s'affranchir de cette difficulté, l'énergie d'activation est estimée en utilisant les données correspondant à une même fraction recristallisée. Trois fractions X_{rex} de 30%, 50%, 100% sont choisies et les valeurs de la déformation correspondant à ces trois fractions sont utilisées pour l'estimation. L'énergie d'activation obtenue est de 330 kJ/mol à 30%, 270 kJ/mol à 50% et 240 kJ/mol pour le matériau recristallisé. On note que l'énergie d'activation est calculée en utilisant les données obtenues à deux températures proches, il existe probablement une incertitude considérable. Toutefois, la valeur obtenue peut quand même qualitativement indiquer le régime de déformation viscoplastique. Les valeurs obtenues sont proches de celles liées au fluage dislocations. D'après Frost [Frost et Ashby, 1982], les valeurs de l'énergie d'activation pour le nickel sont d'environ 170 kJ/mol pour le fluage en régime de Coble et 280 kJ/mol pour le fluage dislocations « haute température », régimes qui nous intéressent ici. Combiné à l'exposant de contrainte, ceci suggère que le régime de déformation viscoplastique se trouve dans le domaine du fluage dislocations « haute température ».

IV.1.3.3. Effet du niveau d'écrouissage initial

<u>Éprouvettes écrouies de 30, 66 et 90%</u>, puis testées en fluage à 630°C, sous 50 MPa dans la direction de laminage

Le comportement viscoplastique des matériaux écrouis à des niveaux différents est mis en évidence sous 50 MPa à 630°C (Figure IV.12). Comme le montre cette figure, la déformation viscoplastique des matériaux écrouis de 66% et 90% commence par une décroissance de la vitesse de déformation respectivement pendant les 30 et 15 premières minutes jusqu'à l'état stationnaire. Rappelons que le temps nécessaire à la recristallisation complète des matériaux écrouis de 66% et 90% est de l'ordre de 30 et 10 minutes, respectivement, à 630°C. Cette coïncidence des deux temps caractéristiques de ces essais suggère que cette déformation accélérée est liée au phénomène RIP. A cause du manque d'informations microstructurales, on ne sait pas quand commence la recristallisation. Par conséquent, l'accélération de la déformation ne peut pas être associée à la cinétique de recristallisation sur une même échelle de temps.

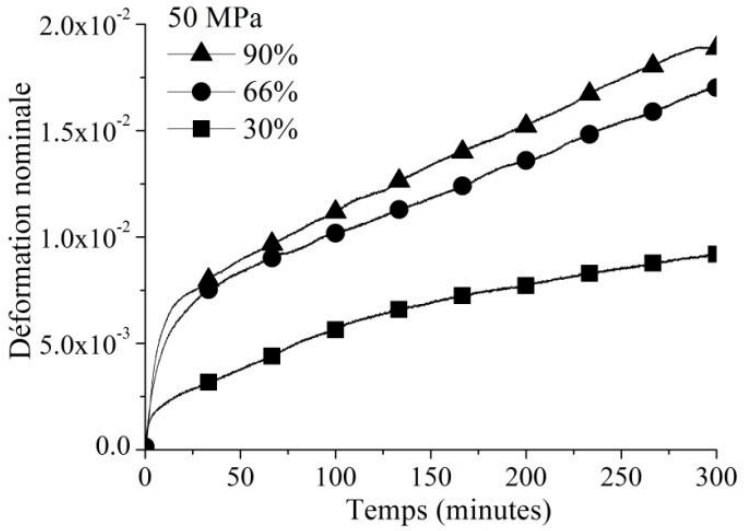


Figure IV.12 : Déformation viscoplastique des matériaux écrouis de 30%, 66% et 90% puis testés en fluage à 630°C sous 50 MPa, pendant le premier plateau

En ce qui concerne l'état stationnaire de ces trois éprouvettes, elles possèdent respectivement une valeur constante de la vitesse de déformation dès que les matériaux ont complètement recristallisé. A l'état stationnaire, les éprouvettes initialement écrouies de 66% et 90% fluent 3 fois plus rapidement que celle initialement écrouie de 30%. Ceci devrait être lié à la résistance du matériau à la déformation viscoplastique. En fait, les résultats de la mesure de macrodureté indiquent que plus le niveau d'écrouissage initial est élevé, plus la valeur de dureté du matériau recristallisé est basse.

L'influence du niveau d'écrouissage sur le RIP s'exprime non seulement via la vitesse de déformation, mais aussi via la cinétique de recristallisation. Par exemple, dans le cas de l'écrouissage de 90%, le matériau non seulement flue rapidement mais aussi recristallise

rapidement, en l'espace d'une dizaine de minutes à 630°C. De plus, comme la vitesse de déformation n'est pas constante pendant la recristallisation, on ne peut pas identifier l'influence du niveau d'écrouissage sur la vitesse de déformation. De ce fait, on préfère quantifier l'effet du RIP à l'aide de la déformation viscoplastique totale liée au RIP. Pour cela, une méthode approchée est utilisée. On rappelle qu'une même éprouvette est successivement soumise à deux cycles de fluage sous la même sollicitation. Le premier plateau consiste en l'ensemble du RIP et du fluage stationnaire ; le deuxième ne comporte que le fluage stationnaire. Comme la vitesse de la déformation pendant la recristallisation est plus élevée que celle de fluage stationnaire, on peut penser que la différence de la déformation entre le premier et le deuxième plateaux est essentiellement due à l'effet du RIP. Le Tableau IV.3 regroupe la déformation viscoplastique mesurée à la fin du premier et du deuxième plateaux, et aussi les différences entre les deux.

Tableau IV.3 : Déformations viscoplastiques totale observée sur les trois éprouvettes à la fin du premier et du deuxième plateau et aussi les différences entre les deux plateaux

Taux d'écrouissage	Déformation		
	1^{er} plateau	$2^{ème}$ plateau	1^{er} plateau - $2^{ème}$ plateau
30%	0.84%	0.38%	0.46%
66%	1.55%	1.02%	0.53%
90%	1.88%	1.16%	0.72%

Pour le deuxième plateau, la déformation totale des matériaux initialement écrouis de 66% et 90% est supérieure de 3 fois environ par rapport à celle du matériau initialement écroui de 30%. Ceci est dû à une valeur de la vitesse de déformation différente, qui est liée à la résistance du matériau à la déformation viscoplastique citée ci-dessus. Lorsque l'on regarde la différence entre le premier et le deuxième plateaux, on peut remarquer une augmentation de la déformation liée au RIP avec le taux d'écrouissage initial. Ceci indique que l'écrouissage favorise le phénomène RIP sous les conditions explorées. Afin d'interpréter cet effet sur la déformation liée au phénomène RIP, une étude de la cinétique de la recristallisation est d'abord nécessaire, qui nous permet d'évaluer l'effet de cette dernière sur la vitesse de déformation pendant la recristallisation.

IV.1.3.4. Effet de l'anisotropie induite par l'écrouissage

Éprouvettes écrouies de 30%, sollicitées sous 50 MPa dans le sens de laminage et le sens transverse

Deux éprouvettes, qui sont prélevées dans la même tôle laminée de 30% mais respectivement dans la direction de laminage et dans la direction transverse, ont été testées à 630°C sous 50 MPa. La Figure IV.13 montre que les réponses des éprouvettes au cours du premier et du deuxième plateaux sont quasiment identiques entre les deux directions de sollicitation. Les ondulations observées sur l'éprouvette sollicitée dans le sens transverse sont un artefact de l'essai. Le résultat suggère que l'effet de l'anisotropie induite par le laminage sur la déformation viscoplastique pendant la recristallisation n'est pas visible.

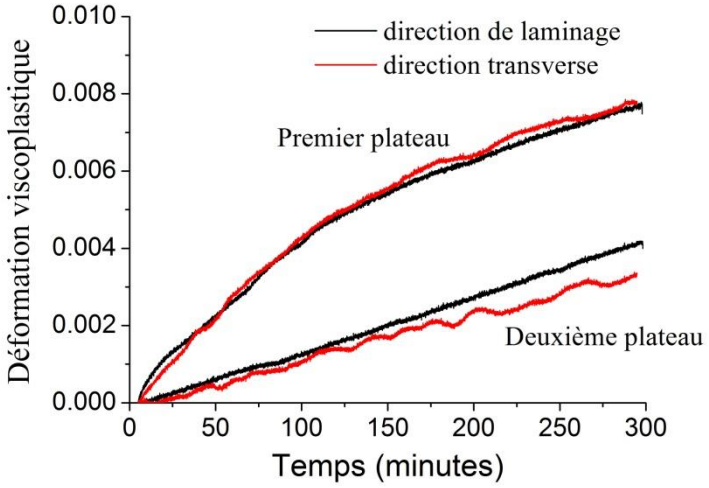


Figure IV.13 : Déformation viscoplastique des éprouvettes écrouies de 30% puis testées en fluage à 630°C sous 50 MPa, appliqués dans la direction de laminage ou la direction transverse

IV.1.4. Conclusions

Les traitements thermiques interrompus, suivis par l'examen métallographique et l'observation microstructurale ont permis d'étudier la cinétique et les mécanismes d'adoucissement du matériau aux températures intermédiaires. Ceci a permis d'identifier la température la plus favorable pour l'étude du RIP, en cohérence avec la cinétique de recristallisation. Le phénomène RIP a été mis en évidence lors d'essais de fluage sous différentes conditions de sollicitation.

En ce qui concerne les caractéristiques liée à la recristallisation, on retiendra les points suivants :

- A 630°C, l'adoucissement du matériau est dû à la fois à la restauration et à la recristallisation. Pour le matériau écroui de 30%, la recristallisation joue un rôle essentiel lors du recuit et entraîne 70% de la réduction de la dureté ;

- Les microstructures présentent d'une part, une coexistence des grains écrouis et de grains recristallisés (recristallisation discontinue), et d'autre part une croissance de grains rapide ;

- La cinétique de recristallisation dépend fortement des conditions d'écrouissage et de la température de recristallisation. A l'opposé, l'influence de la contrainte inférieure à 50 MPa sur la cinétique de recristallisation est négligeable.

En ce qui concerne le comportement viscoplastique, on retiendra les points suivants :

- Le matériau pendant la recristallisation à 630°C présente une vitesse de déformation constante, qui est supérieure de plusieurs fois à celle en régime stationnaire du matériau recristallisé sous la même sollicitation ;

- La vitesse de déformation pendant la recristallisation est proportionnelle à la contrainte appliquée, moins sensible à la contrainte par rapport à l'état stationnaire du matériau recristallisé (loi en puissance 4) ;

- L'influence des conditions d'écrouissage sur le phénomène RIP a été étudiée sous les conditions explorées : l'écrouissage favorise le phénomène RIP et aucun effet d'anisotropie induite par l'écrouissage n'a été détecté ;

- Pour le matériau recristallisé, l'énergie d'activation obtenue et la dépendance de vitesse de déformation vis-à-vis de la contrainte montrent conjointement un régime stationnaire de fluage dislocations « haute température ». Aucun comportement en régime transitoire n'a été détecté dans les conditions explorées.

IV.2. Étude du RIP après la pré-déformation à chaud

Ce sous-chapitre est consacré à une campagne expérimentale visant à mettre en évidence le phénomène RIP juste après une pré-déformation à chaud dans les conditions de sollicitation assez proches de celles de laminage à chaud. L'ensemble de la pré-déformation et de la déformation assistée par la recristallisation est donc réalisé de manière isotherme. Les informations liées à la recristallisation ont été d'abord obtenues par trois approches expérimentales, impliquant des essais de relaxation, des essais de fluage interrompus suivis par les caractérisations microstructurales et des essais de double-passe (IV.2.2). Les résultats nous ont permis de sélectionner les conditions *a priori* les plus favorables pour l'étude du RIP. Dans un deuxième temps, le comportement viscoplastique assisté par la recristallisation a été étudié à trois températures sous charge constante. Le comportement viscoplastique du matériau recristallisé, mentionné dans le chapitre bibliographique comme cause potentielle du RIP, a été également étudié et comparé avec le comportement du matériau au cours de la recristallisation (IV.2.3). La section 0 est dédiée à la confirmation de l'effet RIP en intercage du laminoir, avant la conclusion IV.2.5.

IV.2.1. Protocoles des essais expérimentaux

Tous les essais décrits dans ce sous-chapitre ont été effectués dans le cadre d'un projet du programme d'échanges PROCORE, à l'aide d'un simulateur thermomécanique Gleeble 1500D sous vide primaire en utilisant des éprouvettes cylindriques de 15 mm de longueur et 10 mm de diamètre. Le chauffage de l'éprouvette est assuré par effet Joule. Un thermocouple soudé à mi-longueur permet de mesurer et de piloter la température au cours des essais. L'éprouvette est déformée en compression pour ne pas être gêné par la striction,

l'endommagement et la rupture. Les variations de la longueur et du diamètre des éprouvettes ont été respectivement mesurées via le déplacement des mors dans la direction axiale de l'éprouvette et par un extensomètre diamétral positionné à mi-longueur. La précision des mesures du diamètre (résolution de 0,4 μm) est bien meilleure que celle des mesures des déplacements des mors, qui ont été affectées par la dilatation thermique de la machine. Une feuille de graphite lubrifiante a été placée entre l'échantillon et chaque mors de compression afin de limiter la mise en tonneau des éprouvettes, grâce à une réduction du frottement (voir Annexe B.)

La Figure IV.14 illustre l'ensemble des histoires thermomécaniques imposées dans cette campagne d'essais, composés d'une pré-déformation à chaud suivie par différents types d'essais pour des objectifs différents.

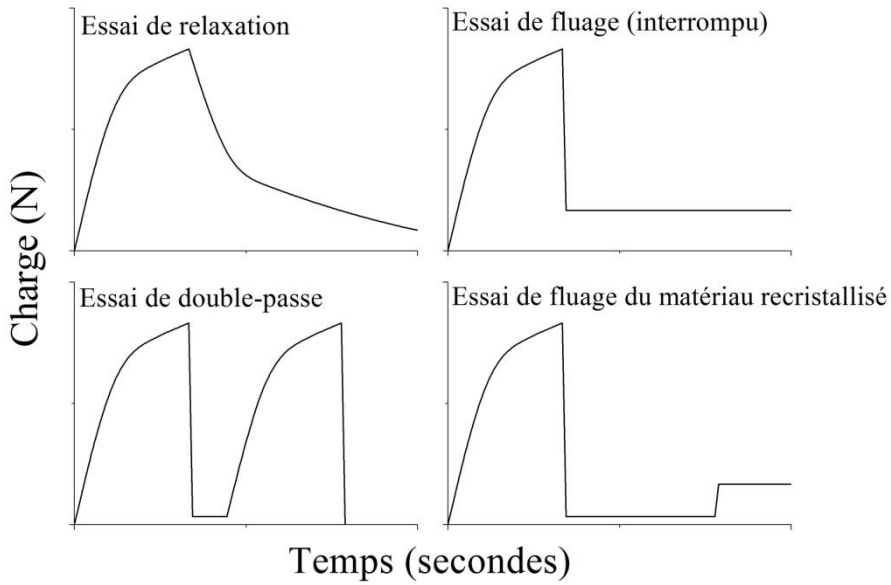


Figure IV.14 : Schéma de l'ensemble des histoires thermomécaniques effectuées visant à comprendre le phénomène RIP après la pré-déformation à chaud

Avant la pré-déformation, sous une charge contrôlée, faible, en compression, les éprouvettes ont été d'abord chauffés à 30°C/s jusqu'à une température donnée et la température maintenue pendant 10 s afin de l'homogénéiser dans l'éprouvette. Ensuite, les éprouvettes ont été déformées de 30% en compression axiale à une vitesse de déformation donnée. Le choix de la valeur de 30% de la pré-déformation est motivé par le fait que 30% est la valeur critique pour déclencher la recristallisation dynamique d'un alliage similaire Fe32%Ni à 1000°C et à 2×10^{-3} s^{-1} [Han, 2011]. Après cette pré-déformation, les éprouvettes ont été déchargées en l'espace de deux secondes jusqu'à une faible charge compressive (à part pour les essais de relaxation de contrainte, pour lesquels le déplacement des mors est maintenu constant juste après la pré-déformation). Ce déchargement de deux secondes a dû être pris en compte dans l'analyse de la cinétique de recristallisation à 950 et à 1050°C, où la recristallisation a lieu assez rapidement.

Après le déchargement, différentes histoires thermomécaniques ont été imposées à l'éprouvette pour l'étude de la recristallisation ainsi que pour l'étude du RIP. Pour l'étude de la recristallisation, trois approches expérimentales ont été utilisées pour obtenir la cinétique et les mécanismes de recristallisation : des essais de relaxation, des essais de fluage interrompus suivis par les observations microstructurales et des essais de double-passe en compression. Dans l'étude du RIP, le comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation est étudié par différents essais de fluage. Les sections suivantes décrivent plus en détail les protocoles expérimentaux des essais cités ci-dessus. L'ensemble des essais avec les conditions expérimentales est regroupé dans le Tableau IV.4.

Tableau IV.4 : Conditions expérimentales utilisées pour l'étude de la recristallisation et l'étude du comportement viscoplastique pendant et après recristallisation

Pré-déformation à chaud de 30%		Essais thermomécaniques				
		Étude de la recristallisation			Étude du comportement viscoplastique	
T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	Essais de relaxation	Essais de fluage interrompus après :	Essais de double-passe avec un temps d'intervalle de :	Essais de fluage assisté par la recristallisation sous une contrainte nominale de :	Essais de fluage du matériau recristallisé sous une contrainte nominale de :
850	0,01	oui	30 s, 90 s, 200 s et 20 minutes sous 20 MPa	-	20, 33, 47 MPa	47 MPa
	0,1	oui	-	-	-	-
	0,4	oui	-	-	-	-
900	0,4	oui	-	-	-	-
950	0,4	oui	-	4 s 12 s	20, 47, 72 MPa	47 MPa
1050	0,4	oui	-	-	20, 43 MPa	-

Afin de confirmer que les résultats expérimentaux obtenus sont liés au comportement du matériau et non à un artefact, certaines études complémentaires ont été effectuées. Le déplacement des tiges de l'extensomètre a été examiné à 650°C sous charge très faible (quelques MPa), une déformation quasiment nulle a été obtenue à la fin de 15 minutes. Ceci suggère que les tiges n'ont pas glissé au fur et à mesure du temps et que l'éventuel échauffement de l'extensomètre au cours de l'essai n'a conduit à aucune dérive de mesure. La couche d'oxyde à la surface des éprouvettes a été également mesurée ; son épaisseur est assez faible pour que l'effet de changement du volume (à cause de l'oxydation) sur la mesure de la déformation viscoplastique soit négligeable (Annexe B.3). L'influence de la mise en tonneau sur la déformation viscoplastique dans le sens diamétral a été étudiée en utilisant la méthode des éléments finis, les résultats montrent que l'effet de la mise en tonneau sur la distribution de la contrainte est relativement limité (Annexe B.4).

IV.2.1.1. Essais dédiés à l'étude de la recristallisation

Les essais de relaxation ont été effectués dès le début de la campagne expérimentale puisqu'ils permettent une estimation immédiate de la cinétique de recristallisation, sans examen métallographique, en utilisant seulement une éprouvette pour une condition de pré-déformation donnée. Cette méthode a été choisie en raison des contraintes de durée de la campagne expérimentale sur la machine Gleeble. La charge a été enregistrée en fonction du temps, en maintenant les mors fixes lorsque la pré-déformation de 30% était atteinte.

Pour les essais de fluage interrompus, après la pré-déformation, une contrainte nominale compressive de 20 MPa a été appliquée pendant un temps donné, suivi par une trempe à l'eau. La valeur de 20 MPa est une des valeurs choisies pour les essais RIP, afin d'évaluer l'influence de la contrainte sur la cinétique de recristallisation. Par ailleurs, on note que les courbes de fluage issues des essais de fluage interrompus aux différents temps sous la même sollicitation sont similaires (l'écart en déformation est de quelques pourcents de la déformation totale interrompue), démontrant une bonne reproductibilité des essais.

Les microstructures des éprouvettes ont été examinées dans la section parallèle à l'axe de compression par EBSD et MET. Les protocoles de préparation des éprouvettes pour l'EBSD et le MET sont détaillés dans les annexes C. 1. et C. 2. . Pour l'EBSD, les cartographies avec une taille de $200 \times 200\ \mu m^2$ ont été obtenues en utilisant un pas de balayage de 0.5 μm. Une procédure de nettoyage standard (dilatation morphologique des grains, définis par une tolérance de désorientation de 5° et un nombre minimum de pixels de 2 par grain) a été appliquée.

Pour les essais de double-passe en compression, après la pré-déformation, les éprouvettes ont été d'abord recuites sous une charge quasiment nulle pendant un temps donné. Ensuite, une seconde déformation à chaud a été effectuée dans les mêmes conditions que la première pré-déformation. À cause des deux déformations successives importantes, l'extensomètre n'a pas été utilisé car la variation du diamètre de la section à mi-longueur dépassait la limite de mesure de l'extensomètre. De ce fait, la déformation a été calculée à partir des données des déplacements des mors dans la direction de compression. Dans la courbe contrainte-déformation, la valeur de déformation a été corrigée en prenant en compte la déformation élastique des mors sous charge (voir l'annexe B. 2. pour plus de détails). La contrainte a été calculée en supposant une déformation homogène dans la direction de compression au cours des deux compressions à chaud (sans prendre en compte la mise en tonneau).

IV.2.1.2. Essais consacrés à l'étude du comportement viscoplastique

Le comportement viscoplastique assisté par la recristallisation a été évalué immédiatement après la pré-déformation, en appliquant une contrainte nominale constante en compression comprise entre 20 et 70 MPa. Pour une pré-déformation donnée, trois niveaux de contrainte ont été respectivement appliqués à trois éprouvettes différentes. Pour chaque essai, une durée de 20 minutes a été choisie afin de limiter l'oxydation. La contrainte vraie dans la direction de

chargement diminuait au fil du temps du fait de l'augmentation de la section. Les contraintes vraies compressives à mi-longueur ont été calculées à partir de la charge appliquée et de la section instantanée mesurée à l'aide de l'extensomètre (Pour la section à mi-longueur, l'ensemble des éprouvettes ayant bien gardé une section circulaire pendant la pré-déformation et le fluage, ceci assure que la section a pu être obtenue par la mesure du diamètre). La déformation viscoplastique du matériau dans la direction diamétrale a été déduite de la variation locale de diamètre mesurée par l'extensomètre.

Le comportement viscoplastique du matériau recristallisé a été évalué lorsque les éprouvettes ont été complètement recristallisées après la pré-déformation. Un temps de recuit complet de 20 minutes a été choisi, à partir des résultats sur la cinétique de recristallisation. Quant à la contrainte appliquée, une contrainte nominale de 50 MPa a été choisie.

IV.2.2. Mécanisme et cinétique de recristallisation

IV.2.2.1. Cinétique de recristallisation estimée par les essais de relaxation

Après une pré-déformation donnée, la charge de compression a été mesurée en fixant les déplacements des mors et l'évolution de la contrainte correspondante est illustrée sur la Figure IV.15 (a) et (b) sur une échelle de temps logarithmique. Pour les essais à 850°C (Figure IV.15 (a)), les vitesses de pré-déformation, à savoir 0,01 et 0,44 s^{-1} affectent évidemment la cinétique de relaxation des contraintes. La courbe correspondant à la vitesse de 0,01 s^{-1} présente une forme typique de celles rencontrées dans la littérature, composée de trois étapes distinctes notées I, II et III. La diminution de la contrainte est relativement lente au cours de la première et de la troisième étapes, néanmoins plus rapide pendant la deuxième. Ces caractères ont été mentionnés sur des métaux austénitiques sous des conditions analogues [Karjalainen, 1995, Vervynckt *et al.*, 2010]. Cependant, ils sont moins visibles sur les courbes avec une vitesse de pré-déformation de 0,1 et 0,44 s^{-1}.

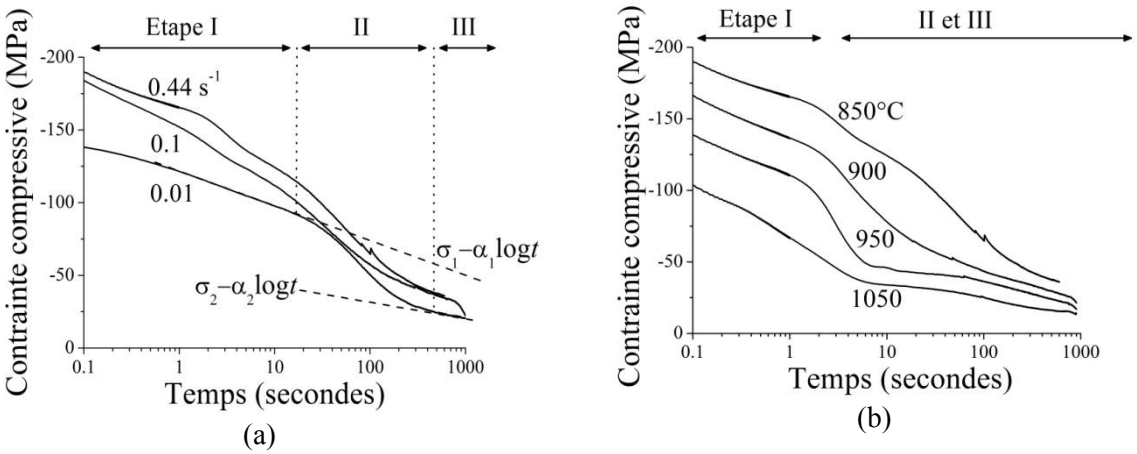


Figure IV.15 : Relaxation de contrainte après pré-déformations à chaud (a) à 850°C sous différentes vitesses de pré-déformation et (b) à 0,44 s^{-1} à différentes températures

La Figure IV.15 (b) montre l'influence de la température sur la relaxation de contrainte après une pré-déformation de 30% à 0,44 s^{-1}. Pour les températures de 850, 900 et 950°C, la réduction de la contrainte devient importante à partir de la deuxième seconde après la pré-déformation et la contrainte est complètement relaxée en 10 s pour 950°C, elle n'est relaxée qu'à la fin de l'essai à 850 et 900°C. Pourtant, pour 1050°C, la contrainte décroît rapidement immédiatement après la pré-déformation et relaxe complètement en moins de 10s. Cette diminution rapide de la contrainte au début de la relaxation pourrait être due à la recristallisation métadynamique, qui peut avoir lieu tout de suite après la pré-déformation sans période d'incubation et adoucir le matériau considérablement. [Djaic et Jonas, 1973, Sakai *et al.*, 1988, Taylor et Hodgson, 2011].

Karjalainen [Karjalainen, 1995] a associé un ensemble de processus physiques aux trois étapes mentionnées ci-dessus. D'après lui, la première et la troisième étapes sont respectivement liées à la relaxation du matériau écroui et du matériau recristallisé, et la deuxième étape correspond au comportement du matériau au cours de la recristallisation. De plus, Karjalainen avance que la réduction de la contrainte du matériau écroui et du matériau complètement recristallisé peut être approximativement décrite par une fonction logarithme décimal comme les équations marquées sur la Figure IV.15 (a), qui correspondent à des droites dans cette représentation. Quant au matériau en cours de recristallisation, la réduction de contrainte rapide proviendrait de l'augmentation de la fraction volumique des grains recristallisés. Sous cette hypothèse, la réduction de la contrainte pendant la deuxième étape est décrite par l'équation (IV.2) qui utilise une loi des mélanges. Les indices 1 et 2 se réfèrent respectivement à la population des grains écrouis et à celle des grains recristallisés.

$$\sigma_{mesure} = (1 - X_{rex})(\sigma_1 - \alpha_1 logt) + X_{rex}(\sigma_2 - \alpha_2 logt) \qquad \text{(IV.2)}$$

avec :

- σ_1, σ_2, α_1 et α_2, les paramètres du modèle utilisés pour décrire la relaxation de contrainte de chaque population, et sont obtenus par ajustement des parties logarithmiques des courbes de relaxation (étape 1 et 3)
- σ_{mesure} est la contrainte mesurée pendant la relaxation

En inversant l'équation (IV.2) et en utilisant la valeur de la contrainte obtenue pendant l'étape 2, X_{rex} est obtenue en fonction du temps :

$$X_{rex}(t) = \frac{[(\sigma_1 - \alpha_1 \log t) - \sigma_{mesure}]}{[(\sigma_1 - \alpha_1 logt) - (\sigma_2 - \alpha_2 logt)]} \qquad \text{(IV.3)}$$

A l'aide de la méthode ci-dessus, on a estimé les fractions recristallisées en fonction du temps, comme le montre la Figure IV.16, en utilisant les données expérimentales issues de certaines courbes de relaxation (à 850°C et 0,01s^{-1}, à 900°C et 0,4s^{-1}, à 1050°C et 0,4s^{-1}) puisqu'elles présentent trois étapes distinctes. Pour les autres courbes où les trois étapes ne sont pas distinctes, le dépouillement des données est assez délicat.

Pour ces courbes avec les étapes distinctes, les fractions recristallisées obtenues nous permettent d'évaluer les conditions expérimentales les plus favorables pour l'étude du RIP avec les critères suivants. D'abord, une cinétique de recristallisation appropriée est attendue pour que la mise en évidence du RIP soit nette. Ceci se traduit par une recristallisation qui commence au moins deux secondes après la pré-déformation (après le stade de décharge) et finit avant 1000 s (avant la fin de l'essai) afin de limiter l'oxydation. Deuxièmement, les conditions de sollicitation (pré-déformation et fluage) doivent être les plus proches possibles de celles du laminage pour obtenir des résultats les plus réalistes possibles vis-à-vis de l'application industrielle. Par conséquent, trois conditions de la pré-déformation sont choisies ci-dessous et la cinétique de recristallisation correspondante est présentée sur la Figure IV.16,

- une pré-déformation de 30% à 850°C et à 0,01 s^{-1} (on l'appelle la ***condition A*** dans la suite), qui permet les observations microstructurales *ex situ* grâce à la cinétique de recristallisation relativement lente. De plus, on devrait pouvoir étudier le comportement viscoplastique du matériau écroui à chaud, pendant le temps d'incubation. A l'opposé, le fait que la recristallisation dure relativement longtemps peut empêcher la détermination du comportement viscoplastique du matériau complètement recristallisé, du fait que le temps d'essai est limité par l'oxydation.

- Une pré-déformation de 30% à 950°C et à 0,44 s^{-1} (***condition B***), qui est assez proche de celle de l'emprise du laminoir. On pourra évaluer la déformation viscoplastique pendant la recristallisation (en dix secondes après la pré-déformation) ainsi que le comportement viscoplastique du matériau recristallisé. Néanmoins, on n'a pas accès au début du phénomène RIP à cause de la durée de l'étape de déchargement.

- Une pré-déformation de 30% à 1050°C et à 0,44 s^{-1} (***condition C***), qui est aussi proche de celles de laminage. De plus, le matériau recristallise complètement en cinq secondes, temps similaire à celui passé par la tôle dans l'intercage F1-F2. Ceci nous permet de bien quantifier la contribution de RIP à la variation géométrique du produit. Cependant, on n'a pas accès aux deux premières secondes à cause du déchargement, où une fraction de recristallisation importante de 80% est atteinte.

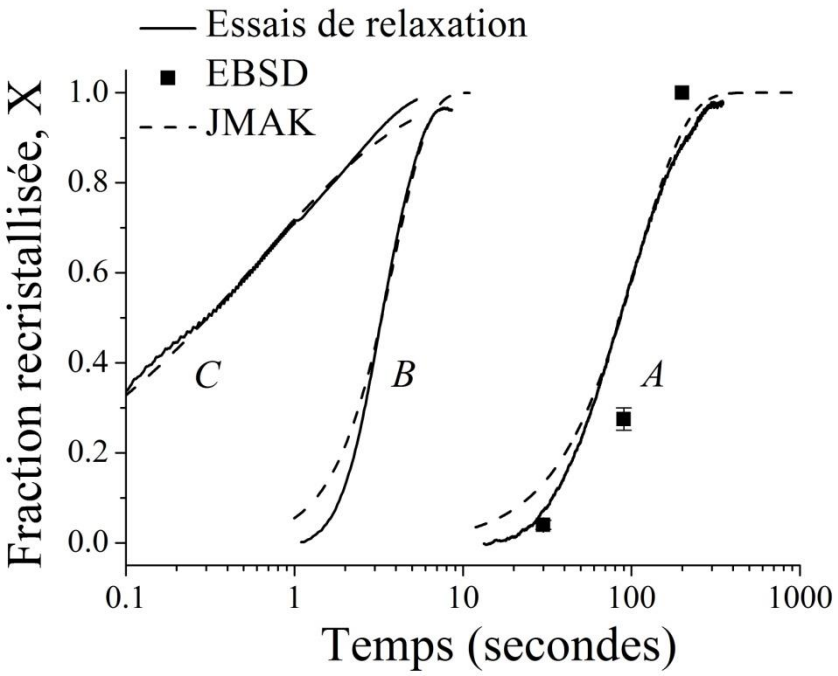


Figure IV.16 : Fraction volumique des grains recristallisés en fonction du temps obtenue par les essais de relaxation (courbes) après la pré-déformation sous les conditions A, B et C. Les symboles carrés et les lignes pointillées correspondent aux fractions respectivement mesurée par EBSD et calculée par la relation JMAK. L'écart en fraction recristallisée détecté entre les trois mesures est inférieur à 25%

Sur la Figure IV.16, on peut voir que les deux courbes à 850 et 950°C présentent une forme sigmoïdale typique, qui peut être décrite correctement par la relation JMAK, où l'exposant *n* vaut 1,5 pour 850°C et 2,1 pour 950°C. Ces exposants sont proches de ceux mentionnés par la littérature pour la recristallisation statique [Devadas *et al.*, 1991, Roucoules *et al.*, 1994, Karjalainen, 1995]. Pourtant, si on utilise cette relation JMAK pour prédire la cinétique de recristallisation à 1050°C, l'exposant obtenu, 0,5, est anormalement faible par rapport aux valeurs issues de la littérature. Ceci peut être expliqué par la réduction de contrainte très rapide lors de la première étape à 1050°C, probablement due à la recristallisation métadynamique.

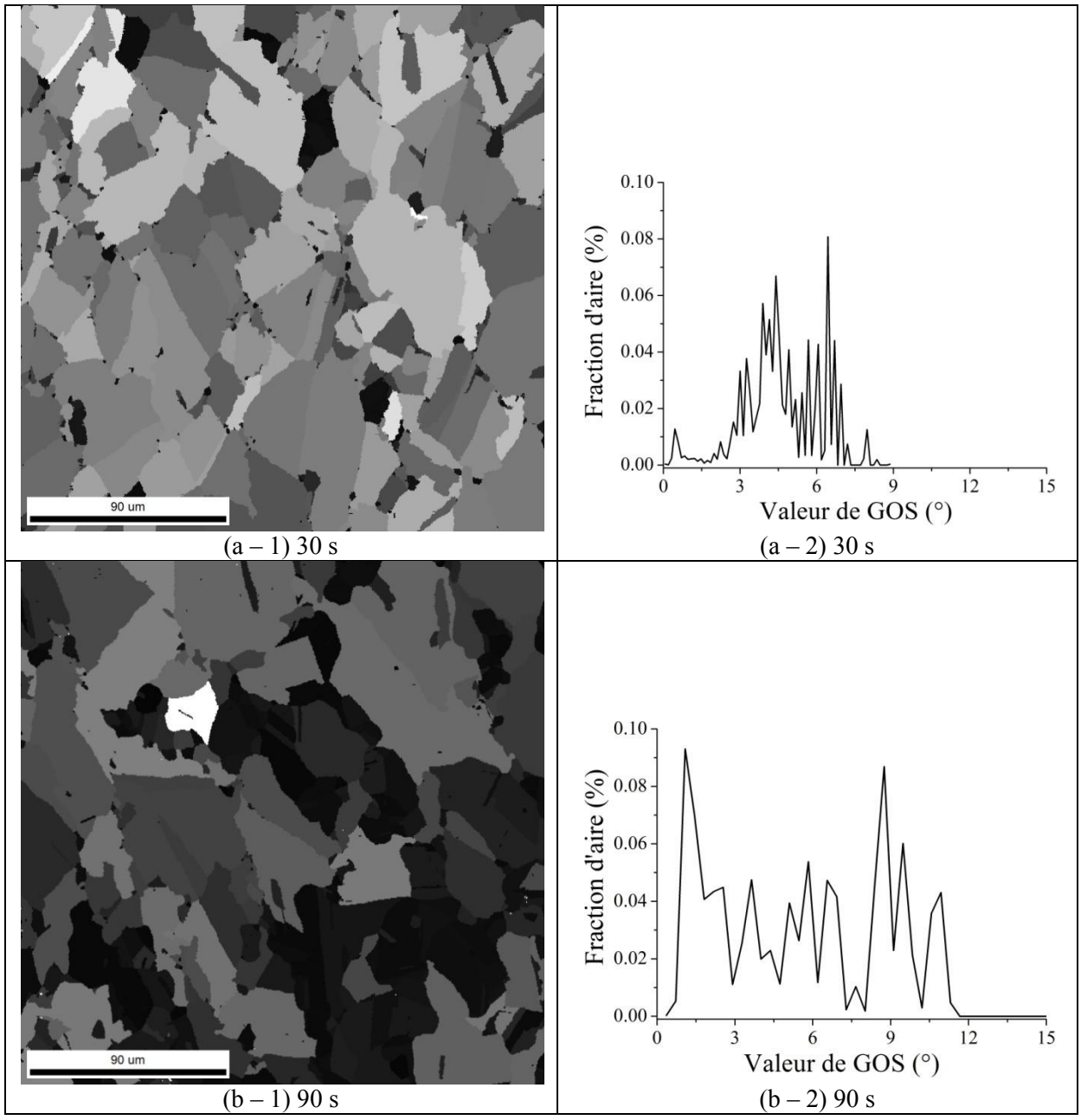
Les sections suivantes sont consacrées à la confirmation des résultats ci-dessus par les deux autres approches. Étant donné que la cinétique de recristallisation est relativement lente sous la condition A à 850°C, des essais de fluage interrompus suivis par des caractérisations microstructurales ont été menés dans cette condition A, visant à vérifier les fractions volumiques recristallisées et aussi à obtenir des informations microstructurales liées à la recristallisation. Pour la condition B à 950°C, le matériau recristallise assez rapidement, en une dizaine de secondes. Ceci a motivé d'utilisation d'une méthode expérimentale assez rapide, à savoir les essais de double-passe. Pour la condition C à 1050°C, comme le matériau recristallise très rapidement (en l'espace de quelques secondes), nous n'avons pas de moyen expérimental adéquat pour la confirmation.

IV.2.2.2. Caractérisation microstructurale après les essais de fluage interrompus

Après la pré-déformation sous la condition A, les essais de fluage ont été effectués sous une contrainte nominale de 20 MPa pendant une durée de 30, 90 et 200 s puis interrompus par une trempe à l'eau suivie par des caractérisations microstructurales. Le choix de ces trois durées est fait en vue de vérifier la fraction des grains recristallisés au début, pendant et à la fin de la recristallisation d'après les résultats de relaxation. A l'échelle de l'ESBD, les cartographies montrent des microstructures partiellement recristallisées après un fluage de 30 et 90 s et une microstructure complètement recristallisée pour 200 s. Comme nous nous intéressons à la fraction volumique de recristallisation et aux caractères microstructuraux au début de la recristallisation, les paragraphes suivants ne présentent que les caractérisations des éprouvettes après fluage pendant 30 et 90 s. Les Figure IV.17 (a) et (b) présentent leurs cartographies en « Grain Orientation Spread » (GOS).

Pour l'éprouvette observée après 30 s de fluage, l'image GOS révèle que des grains recristallisés (gris foncé) sont formés aux joints de grains écrouis (gris clair). Ceci suggère un processus de recristallisation discontinue. De plus, on note que certains grains recristallisés possèdent une taille de grain proche de celle des grains écrouis, de l'ordre de 20 µm, impliquant une croissance de grains rapide dès le début de la recristallisation. Pour l'éprouvette de 90 s, on a observé de nombreux grains recristallisés avec une taille de grain de l'ordre de 30 à 40 µm. Toutes les caractéristiques citées ci-dessus sont en accord avec celles observées à 630°C pour l'alliage Fe41%Ni laminé à froid (Figure IV.4) et les résultats de la littérature sur du nickel pur à 1000°C [Richardson *et al.*, 1966].

Afin de préciser la fraction volumique de grains recristallisés de chaque éprouvette, on utilise à nouveau la méthode décrite dans le chapitre précédent via une répartition de valeur GOS (Figure IV.17 (a -2) et (b – 2)). Un seuil de la valeur GOS est nécessaire afin de distinguer les deux populations de grains (recristallisés et écrouis). La détermination de ce seuil est faite de la même manière que l'analyse sur Fe41%Ni. La valeur critique obtenue se trouve entre 1 et 2° pour l'éprouvette maintenue 30 s et entre 4 et 5° pour l'éprouvette maintenue 90 s. La différence entre les deux valeurs critiques doit être liée à une croissance de la densité de dislocations à cause du fluage (non nul) au cours du maintien ; par conséquent, la valeur critique de 90 s est supérieure à celle de 30 s. A partir de la répartition de valeur de GOS et les seuils, la fraction recristallisée est de 3 et 5% pour 30 s et 25 et 30% pour 90 s. Du fait de la morphologie équiaxe des grains, on peut penser que la fraction volumique est égale à la fraction surfacique mesurée. Ces résultats sont cohérents avec les fractions recristallisées estimées par les essais de relaxation de contrainte, comme le montre la Figure IV.16.



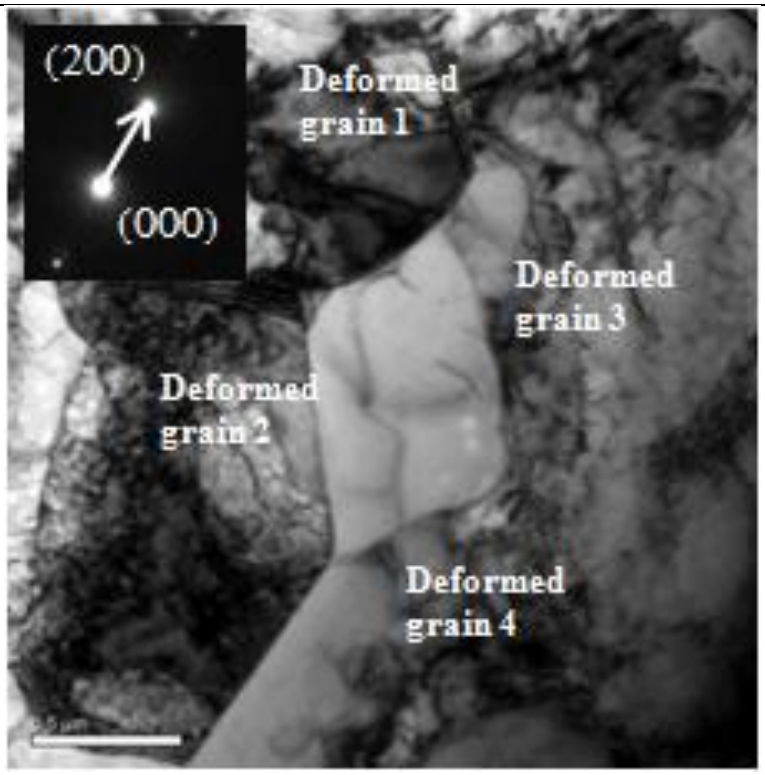
(a – 1) 30 s (a – 2) 30 s

(b – 1) 90 s (b – 2) 90 s

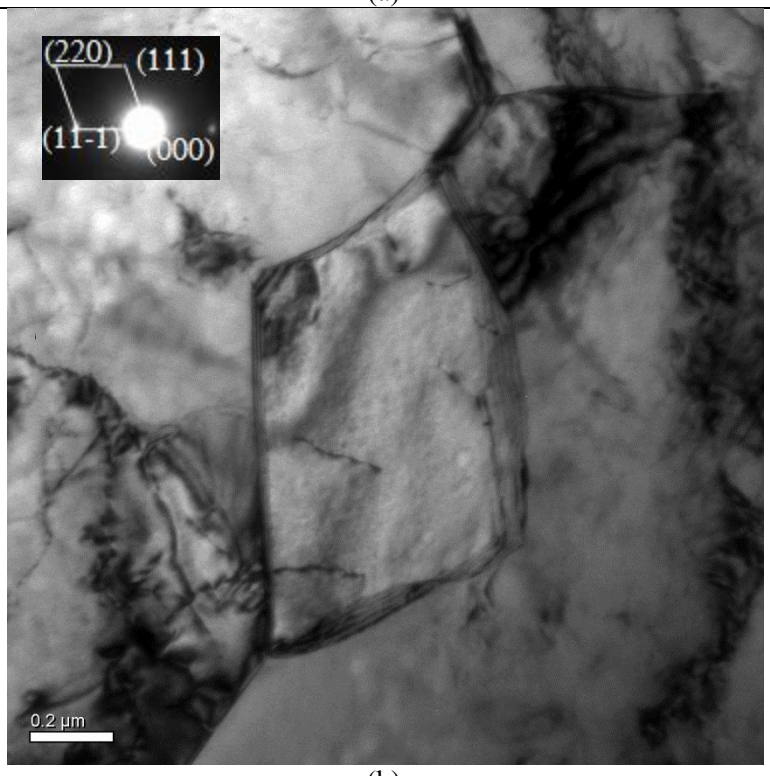
Figure IV.17 : Images en GOS des éprouvettes après un essai de pré-déformation, puis fluage à 850°C interrompu après (a - 1) 30 s et (b - 1) 90 s, et répartitions de la valeur GOS correspondantes (a - 2) et (b - 2)

Afin de relever les caractéristiques microstructurales non observables par EBSD, à savoir la structure de dislocations et la présence éventuelle de tout petits grains aux joints entre grains écrouis, des observations par microscopie électronique à transmission (MET) ont été menées sur les deux éprouvettes partiellement recristallisées. Les images des sous-microstructures révèlent de petits grains au début de la recristallisation, appelés ici « germes » pour l'éprouvette traitée 30 s, mais aucun germe n'a été détecté pour l'éprouvette traitée 90 s. Pour l'éprouvette traitée 30 s, l'un des germes typiques est montré sur les Figure IV.18 (a) et (b). On peut voir que ce germe possède une faible densité de dislocations. Il est formé aux joints de grains et complètement entouré par les grains écrouis où des forêts de dislocations sont bien visibles. Ceci confirme à nouveau le mode de recristallisation discontinue. Il convient de

souligner qu'on n'a pas observé de germes proches l'un de l'autre, formant une structure en collier dans les joints de grains écrouis.



(a)



(b)

Figure IV.18 : Images de MET en champ clair sur une même zone de l'éprouvette après un essai de fluage pendant 30 s

En plus des microstructures partiellement recristallisées, on s'intéresse également à la microstructure à la fin de l'essai de fluage pendant 20 minutes dans le but d'examiner la croissance des grains ainsi qu'un possible effet de la texture (s'il y en a une) sur le comportement viscoplastique du matériau. La Figure IV.19 montre la cartographie d'orientations ainsi que les figures de pôles (zones d'iso-densité de la fonction de distribution des orientations cristallines), les couleurs de la cartographie codant la normale à l'échantillon dans le triangle standard du cristal. Les figures de pôles montrent un matériau quasiment non texturé sauf la présence des certaines orientations préférentielles, qui sont associées aux gros grains. Ceci n'est pas pareil que les observations rapportées sur un matériau recristallisé après écrouissage important (>80%) à froid, où la présence de la composante de texture cube ({100} <001>) est importante dans un alliage FeNi [Julliard *et al.*, 2000, Caleyo *et al.*, 2001]. Cette dernière est la conséquence d'une germination orientée et d'une croissance des grains orientée, associées à l'écrouissage important à froid. A l'opposé, pour le matériau écroui de 30% à chaud dans notre étude, on peut penser que le matériau n'est pas significativement texturé et l'effet de la texture sur le comportement viscoplastique n'est donc pas pris en compte.

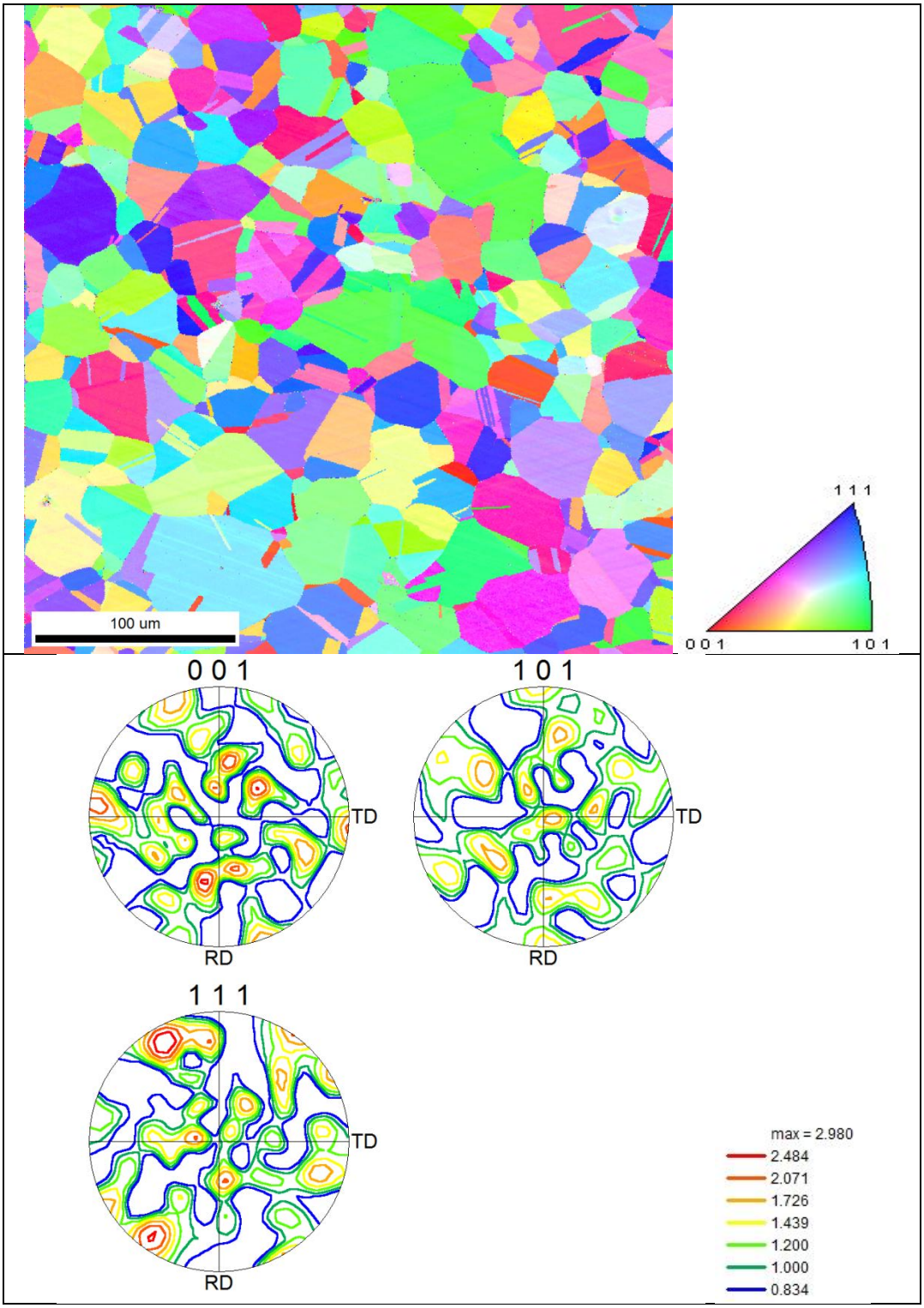


Figure IV.19 : Cartographie d'orientation d'une éprouvette après recristallisation à 850°C sous 20 MPa pendant 20 minutes, trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure, la direction de compression à chaud (idnetique à la direction de laminage) est perpendiculaire au plan observé

IV.2.2.3. Adoucissement mesuré par des essais de double-passe

L'adoucissement du matériau après la pré-déformation sous la condition B a été étudié par des essais de double-passe avec deux temps d'interpasse de 4 et 12 s (y compris le temps de déchargement de 2 s). Les courbes contrainte-déformation des deux passes sont présentées sur la Figure IV.20. Parce que les deux courbes de la première passe sont associées à la même sollicitation avec l'état du matériau identique, l'écart en contrainte pour une déformation donnée est faible et de l'ordre de quelques MPa. De ce fait, la reproductibilité des résultats est satisfaisante et seule une première passe est présentée.

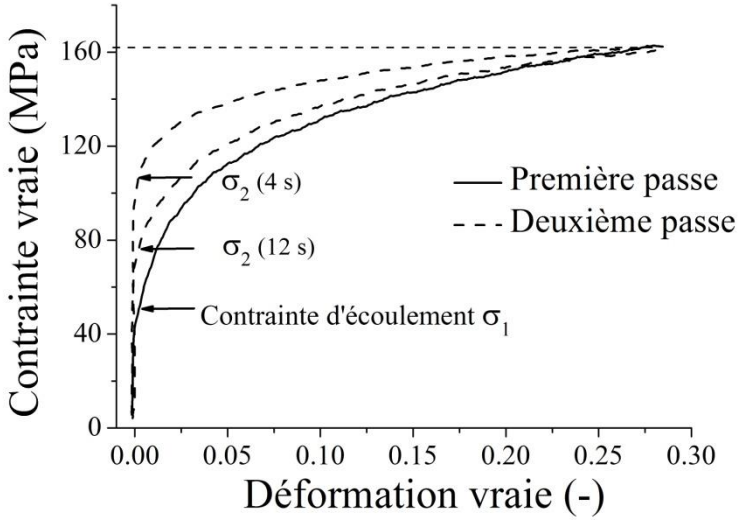


Figure IV.20 : Courbes de chargement des essais de double-passe avec des temps d'interpasse de 4 et de 12 secondes

Le taux d'adoucissement est estimé par la méthode déjà utilisée par de nombreuses études [Sakai *et al.*, 1988, Taylor et Hodgson, 2011], sous la forme de l'équation (IV.4) :

$$S_f = \frac{(\sigma_m - \sigma_2)}{(\sigma_m - \sigma_1)} \qquad \text{(IV.4)}$$

Dans l'équation ci-dessus :

- σ_1 et σ_2 sont respectivement la contrainte d'écoulement correspondant à la déformation de 0.2% pendant la première et la deuxième passes ;
- σ_m est la contrainte d'écoulement à la fin de la première passe, juste avant le déchargement

Les valeurs de σ_1 et σ_m sont respectivement égales à 50 et 162 MPa, et σ_2 vaut 76 MPa pour 4 s et 106 MPa pour 12 s. Le taux d'adoucissement obtenu est de 0,50 après un recuit de 4 s et de 0,77 pour 12 s. Comme la recristallisation est la source essentielle d'adoucissement du matériau, les taux d'adoucissement suggèrent une recristallisation importante pendant les dix premières secondes. Rappelons que la cinétique de recristallisation obtenue à 950°C par les essais de relaxation (Figure IV.16) prédit une fraction recristallisée d'environ 0,7 et 1 pour les deux temps d'interpasse d'intérêt. Les résultats issus de deux types d'essais sont assez cohérents, confirmant que le matériau recristallise complètement en une dizaine de secondes à

950°C après la pré-déformation sous la condition B. Cependant, les fractions recristallisées ne peuvent pas être obtenues à partir des essais de double-passe parce que la restauration peut également contribuer à l'adoucissement du matériau, en relaxation comme en double-passe, ce que l'on n'a pas vérifié.

IV.2.3. Comportement viscoplastique

IV.2.3.1. Comportement viscoplastique au cours de la recristallisation

Le comportement viscoplastique a été étudié aux trois températures sous des charges constantes, lors d'essais de fluage juste après la pré-déformation sous les conditions A, B et C. Les Figure IV.21 (a1), (b1) et (c1) montrent la déformation et la vitesse de déformation obtenues sous sur une échelle de temps linéaire. Les Figure IV.21 (a2), (b2) et (c2) présentent les mêmes vitesses de déformation mais sur une échelle de temps logarithmique, avec la cinétique de recristallisation estimée par les essais de relaxation. Certaines données expérimentales manquent dans la Figure IV.21 à cause d'un bruit élevé lié à une oscillation de la charge appliquée par la Gleeble.

Sur les Figure IV.21 (a1), (b1) et (c1), on peut remarquer que les vitesses de déformation commencent par croître puis décroissent jusqu'à la fin des essais. Pour chaque température, les vitesses de déformation atteignent leur maximum après un temps constant après la pré-déformation, quelle que soit la contrainte appliquée. Lorsque les vitesses de déformation sont présentées avec la cinétique de recristallisation (les figures de droite), on note que les accélérations de déformation se situent essentiellement pendant la recristallisation. Ce couplage entre l'augmentation de la vitesse de déformation et la cinétique de recristallisation met bien en évidence le phénomène RIP. Par ailleurs, pour les essais à 850°C, l'augmentation de la vitesse de déformation a également été observée pendant le temps d'incubation d'environ 10 s avant la recristallisation.

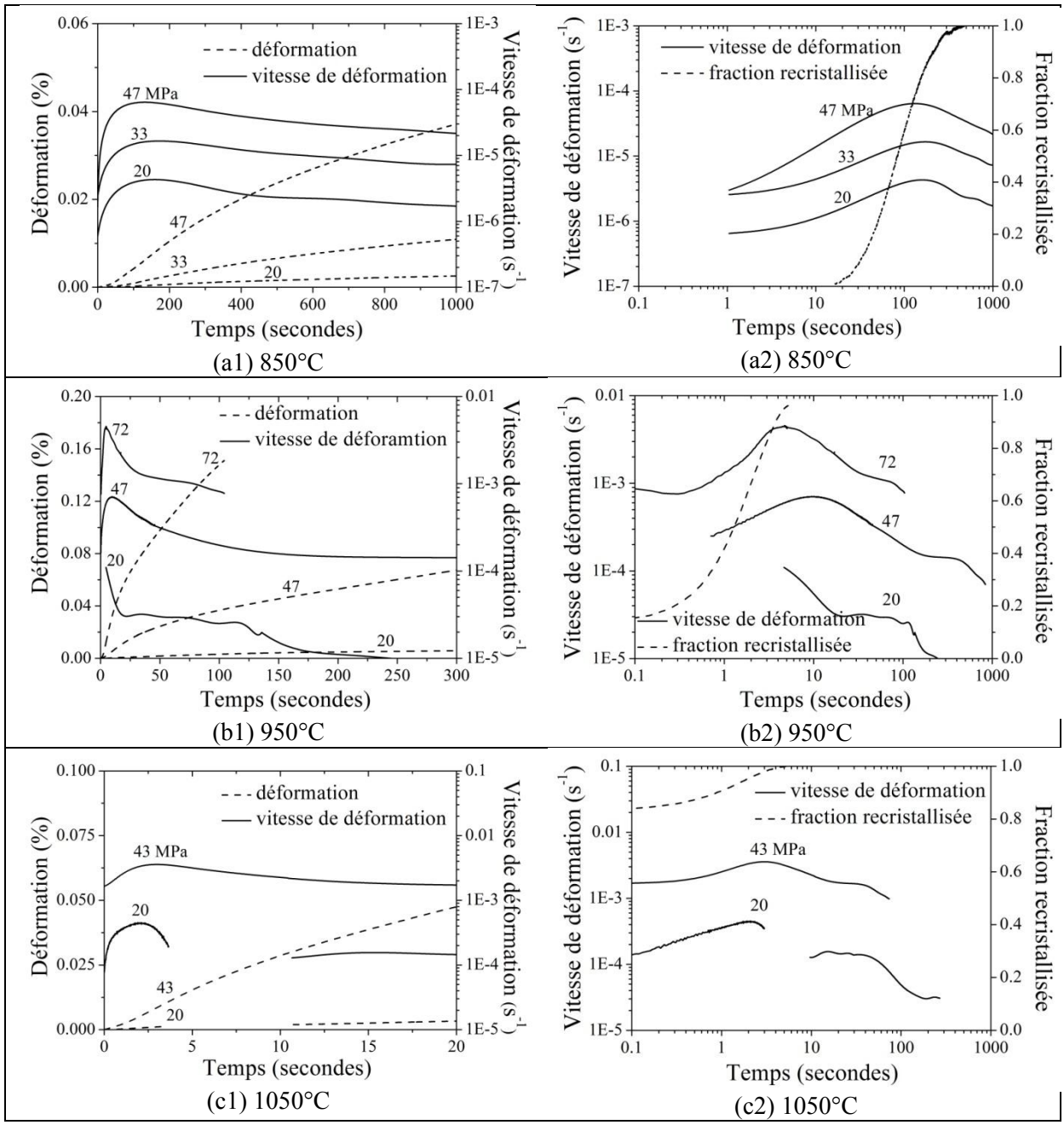
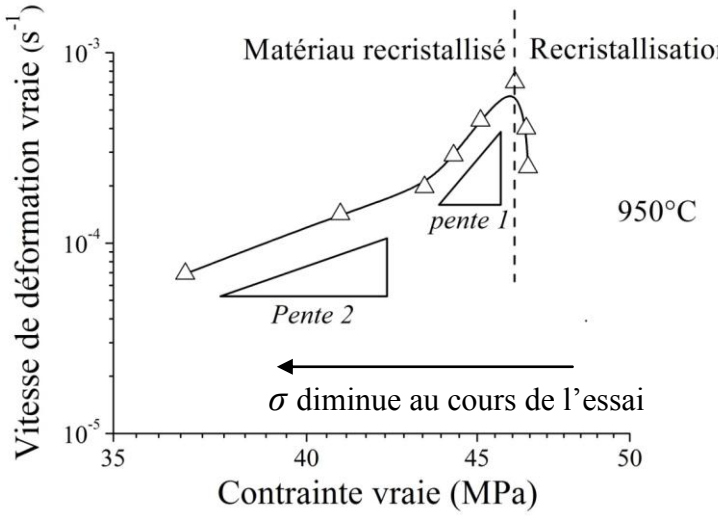


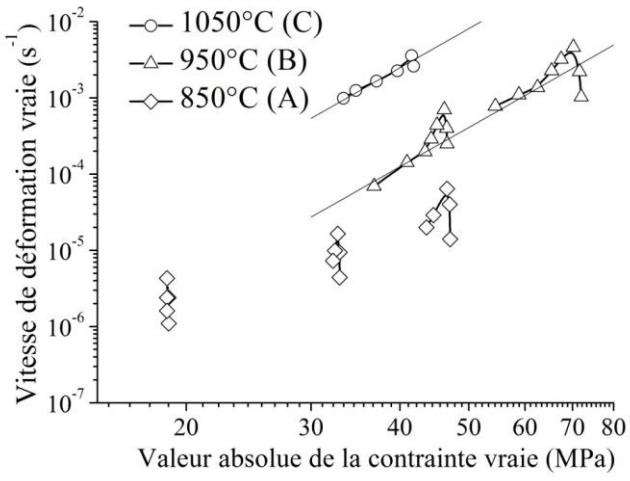
Figure IV.21 : Déformation et vitesses de déformation pendant et après la recristallisation ((a1) et (a2)) à 850°C après la pré-déformation sous la condition A, ((b1) et (b2)) à 950°C après la pré-déformation sous la condition B et ((c1) et (c2)) à 1050°C après la pré-déformation sous la condition C

Pendant les essais de fluage en compression, les contraintes vraies diminuent au fil du temps à cause de l'augmentation de section des éprouvettes. Afin de bien caractériser le comportement viscoplastique pendant et après la recristallisation, les valeurs de la contrainte vraie sont nécessaires. Pour cela, on a extrait certaines données expérimentales représentatives des données présentées sur la Figure IV.21. Les contraintes vraies à mi-longueur sont calculées en divisant les charges appliquées par les sections instantanées. Les valeurs de la contrainte sont présentées avec les vitesses de déformation vraies diamétrales mesurées par l'extensomètre sur les Figure IV.22 (a) et (b).

La Figure IV.22 (a) présente le comportement viscoplastique pendant et après la recristallisation à 950°C sous une contrainte nominale de 47 MPa (50 MPa visés). Le déroulement d'un essai est suivi en lisant ces courbes de droite à gauche. Les trois premiers points correspondent au comportement viscoplastique pendant la recristallisation, les points suivants sont associés au matériau recristallisé. On peut voir que la vitesse de déformation croît considérablement pendant la recristallisation même si la contrainte vraie diminue légèrement. Après, lorsque la recristallisation est complète, la vitesse de déformation décroît avec deux pentes successives différentes. La première pente implique une décroissance rapide ; elle est suivie par la deuxième pente, moins élevée, jusqu'à la fin de l'essai. L'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte peut être exprimée par une relation de type loi puissance avec un exposant de 15 pour la première pente et 5 pour la deuxième.



(a)



(b)

Figure IV.22 : Comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation (a) à 950°C (condition B) sous une contrainte nominale de 47 MPa et (b) sur l'ensemble des essais

Des comportements analogues ont également été identifiés dans les autres cas, comme le montre la Figure IV.22 (b). Pour la condition A (850°C), l'augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation est visible. Cependant, on ne peut trouver qu'une

seule pente de la décroissance des vitesses de déformation car l'essai a été arrêté avant le passage dans l'éventuel deuxième régime de fluage du matériau. Lorsque le matériau est sous 20 MPa, les parties de la croissance et de la décroissance sont quasiment superposées parce que la variation de la contrainte est quasiment nulle à cause de la déformation de fluage faible. Pour 1050°C, l'accélération de la déformation est relativement courte parce que la recristallisation est très rapide. La décroissance de la vitesse de déformation du matériau recristallisé est marquée par la ligne droite dont la pente est de l'ordre de 5.

Pour 950°C, le comportement sous une contrainte nominale de 72 MPa possède les mêmes caractères que celui mentionné à propos de la Figure IV.22 (a). De plus, on note que la deuxième pente de la décroissance est également de l'ordre de 5, marquée par la ligne droite. Ceci confirme que cette pente correspond au comportement viscoplastique du matériau en régime stationnaire. Par conséquent, on peut estimer la vitesse de déformation du matériau en régime stationnaire et la comparer avec celle liée au RIP sous une même contrainte. Pour les deux courbes obtenues à 950°C, la vitesse de déformation en régime stationnaire est inférieure de 2 ou 3 fois à la vitesse de déformation maximum liée au RIP sous les mêmes contraintes vraies.

Une énergie d'activation peut être estimée en utilisant les données du fluage en régime stationnaire à 950 et 1050°C dans une même gamme de contrainte (entre 36 et 40 MPa) correspondant aux deux droites de pente 5. La valeur obtenue est de 300 ± 15 kJ/mol. Cette valeur est proche de l'énergie d'activation de la diffusion dans le réseau (Q_v=284 kJ/mol pour le nickel pur et 280 kJ/mol pour un acier inoxydable 316 [Frost et Ashby, 1982]) mais loin de celle de la diffusion le long des joints de grains statiques (Q_b=115 kJ/mol pour le nickel pur et 167 kJ/mol pour l'acier inoxydable 316).

IV.2.3.2. Comportement viscoplastique du matériau recristallisé

Le comportement du matériau complètement recristallisé a été étudié lorsque le matériau a été recuit complètement après la pré-déformation. Les températures de 950 et 850°C et la contrainte nominale de 47 MPa sont choisies, pour que les résultats obtenus puissent être comparés avec les résultats des essais RIP pour lesquels l'effet RIP est assez évident. Les Figure IV.23 (a) et (b) présentent respectivement la déformation viscoplastique du matériau recristallisé aussi bien que celle du matériau en cours de recristallisation, à 850 et 950°C, sur une échelle du temps cohérente avec chaque cinétique de recristallisation.

Les résultats obtenus à ces deux températures présentent certains points communs. D'abord, les matériaux recristallisés possèdent un comportement typique du stade transitoire de fluage et la vitesse de déformation décroît avec le temps du fait d'une augmentation de la densité de dislocations. De plus, pour les deux températures, la déformation associée au fluage transitoire est supérieure à celles du RIP au début de l'essai, puis les deux courbes se croisent à un moment donné. Toutefois, on peut dire que les niveaux de déformation des deux types de courbes sont assez proches.

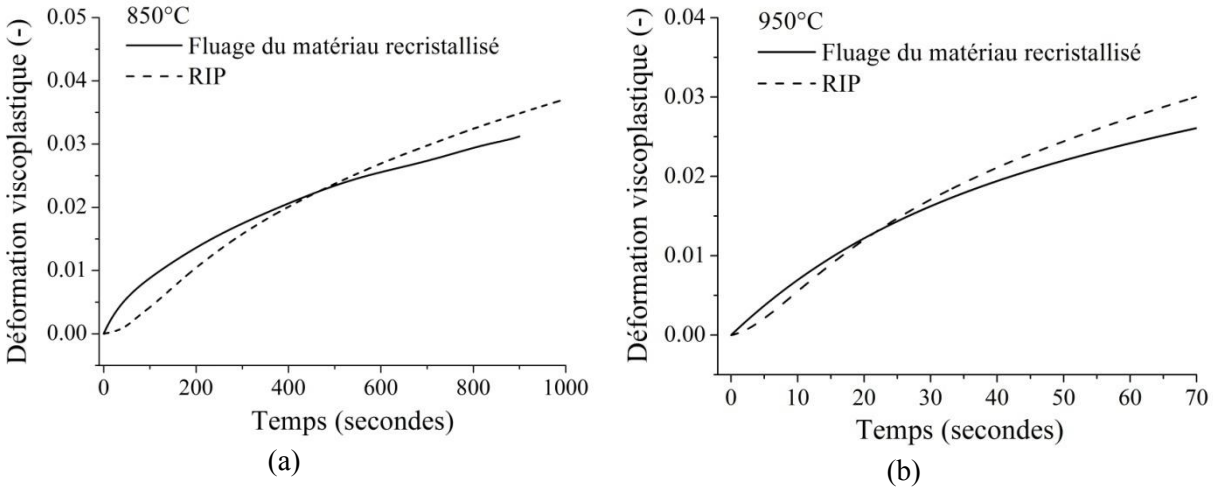


Figure IV.23 : Fluage en régimes transitoire et stationnaire du matériau complètement recristallisé et fluage assisté par la recristallisation (RIP) à (a) 850 et (b) 950°C

Afin de mettre en lumière les points communs cités, l'évolution de la vitesse de déformation est tracée sur une échelle de temps logarithmique sur la Figure IV.24. On peut remarquer que la valeur de la vitesse de déformation du matériau recristallisé est supérieure à celle du matériau en cours de recristallisation. Les courbes se croisent un peu avant que la vitesse pour l'essai RIP atteigne sa valeur maximale. Dès que les courbes du RIP atteignent leurs valeurs maximales, les valeurs des deux types de courbes sont proches et les évolutions sont similaires jusqu'à la fin des essais.

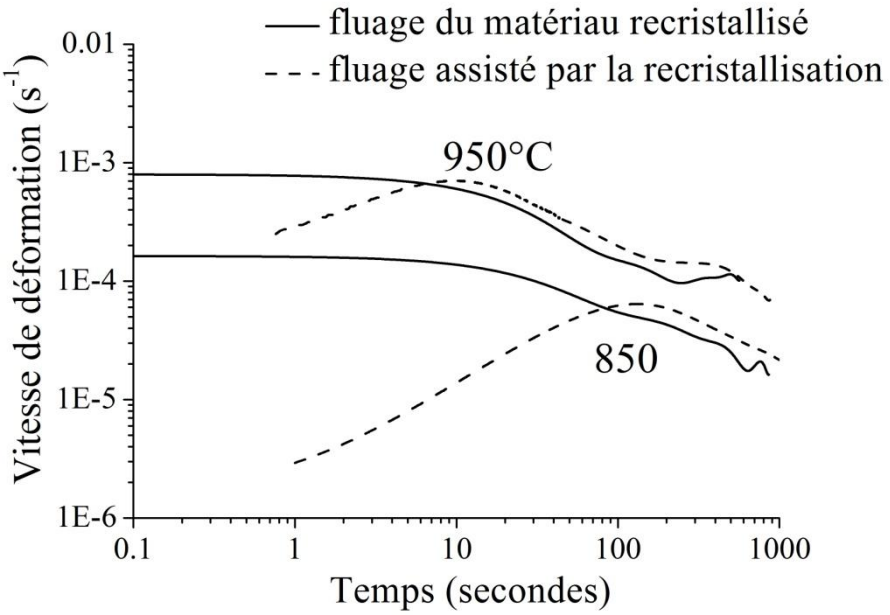


Figure IV.24 : Vitesses de déformation du matériau recristallisé et du matériau en cours de recristallisation à 850 et 950°C sous une contrainte nominale de 47 MPa

IV.2.4. Contribution du phénomène RIP en intercage

Les essais expérimentaux ci-dessus sont effectués dans des conditions proches de celles du laminoir. De ce fait, la contribution du phénomène RIP à la réduction de la largeur des tôles en intercage peut être confirmée en utilisant les données obtenues dans cette étude. Pour l'estimation de l'effet du RIP en intercage F1-F2 (voir le Tableau I.1 pour le détail des conditions), on utilise les données obtenues à 950°C et 1050°C sous une contrainte de 47 MPa après une pré-déformation de 30% à 0,44 s^{-1}. On se restreint dans cette estimation à une durée de 5 secondes, qui est semblable au temps en intercage F1-F2. Les Figure IV.25 (a) et (b) présentent respectivement la vitesse de déformation et la déformation aux deux températures.

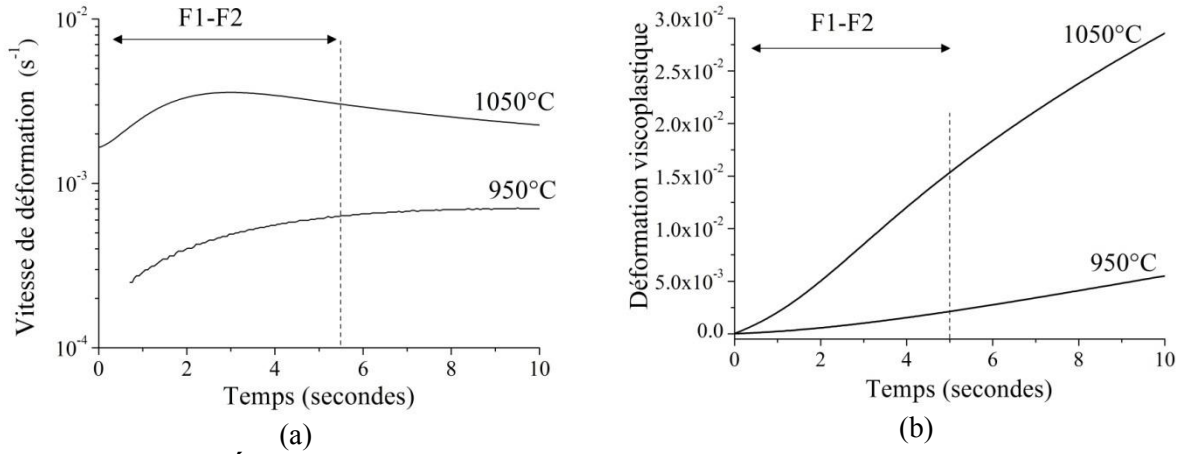


Figure IV.25 : (a) Évolution de vitesse de déformation assistée par la recristallisation sous 47 MPa à 950 et 1050°C après une pré-déformation dans la condition B et C, et (b) déformation viscoplastique correspondante

Sur la Figure IV.25 (a), on remarque une augmentation continue de la vitesse de déformation à 950°C ainsi que le passage par un maximum à 1050°C pendant les cinq premières secondes. Quantitativement, au bout de cinq secondes, la déformation viscoplastique atteint 0,2% à 950°C et 1,5% à 1050°C. En supposant une largeur initiale de 1000 mm, on obtient une réduction de largeur entre 2 et 15 mm dans un domaine de température entre 950 et 1050°C. On rappelle que la réduction de la largeur a été mesurée en l'intercage F1-F2 sur deux aciers à faible teneur en carbone [Mitzushima, 1996] (se référer au contexte industriel dans le Chapitre I). Sous une contrainte de traction de 30 MPa, des réductions de largeur de 2 et de 7 mm ont été respectivement identifiées à 1000°C pour les deux aciers cités. Les ordres de grandeur de la réduction entre la mesure industrielle et celle estimée à partir des résultats de cette étude sont donc cohérents. Pourtant, comme mentionné dans la section II.2.1, les conditions de sollicitation en intercage sont plus complexes que celles utilisées ici. De ce fait, les résultats issus de cette étude ne donnent qu'une estimation sous une contrainte de traction simple. Ceci ne peut être utilisé directement pour l'évaluation d'une situation réelle en intercage.

IV.2.5. Conclusions

La présente campagne expérimentale avait pour but, d'une part, de mettre en évidence le comportement viscoplastique lié au phénomène RIP juste après la pré-déformation à chaud dans des conditions les plus proches possible de celles du laminage à chaud, et d'autre part, d'étudier les caractéristiques microstructurales qui lui sont associées et le comportement en fluage du matériau recristallisé. Le comportement viscoplastique a été étudié dans un domaine de température entre 850 et 1050°C et sous une contrainte comprise entre 20 et 70 MPa.

En ce qui concerne la recristallisation après la pré-déformation à chaud, on retiendra les points suivants :

- La recristallisation est la cause principale de l'adoucissement du matériau aux hautes températures après la pré-déformation. De ce fait, l'essai de relaxation peut être considéré comme l'approche expérimentale la plus efficace pour une mesure rapide de la cinétique de recristallisation des alliages considérés sous certaines conditions de sollicitation

- Les caractéristiques microstructurales de l'alliage Fe36%Ni pendant la recristallisation sont similaires à celles observées sur l'alliage Fe41%Ni à 630°C : une coexistence de grains écrouis et de grains recristallisés et une croissance de grains rapide. Le matériau recristallisé est non texturé

- La cinétique de recristallisation dépend fortement des conditions de pré-déformation et de la température. L'influence de la contrainte sur la cinétique de recristallisation est négligeable pour l'alliage Fe36%Ni dans les conditions étudiées. De ce fait, la cinétique de recristallisation peut être correctement décrite par la relation de JMAK

En termes du comportement viscoplastique du matériau, on retiendra les points suivants :

- Le comportement viscoplastique au cours de la recristallisation peut s'exprimer par une augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation, suivie par une décroissance de la vitesse de déformation jusqu'à l'état stationnaire

- La vitesse de déformation maximum liée au RIP est supérieure de plusieurs fois par rapport à celle du matériau complètement recristallisé en régime stationnaire

- Le matériau recristallisé possède un comportement en fluage transitoire susceptible de jouer un rôle important dans le phénomène de RIP

IV.3. Discussion des résultats expérimentaux

Ce sous-chapitre a pour but de comparer les résultats de deux campagnes d'essais pour mettre en lumière les points importants, visant à révéler les informations les plus importantes et à formuler au premier ordre les hypothèses pour l'interprétation du phénomène RIP. Les résultats liés à la recristallisation, incluant les caractéristiques microstructurales et la cinétique de recristallisation, sont d'abord discutés (IV.3.1). Ensuite, les caractéristiques associées au comportement viscoplastique du matériau sont abordées.

IV.3.1. Recristallisation

IV.3.1.1. Microstructure

Les microstructures des matériaux (Fe36%Ni et Fe41%Ni) partiellement recristallisés montrent la coexistence de deux populations des grains (écrouis et recristallisés), suggérant que la recristallisation discontinue est le mécanisme de recristallisation prépondérant du matériau dans les conditions étudiées. Ceci est cohérent avec le mécanisme de recristallisation du nickel pur [Richardson *et al.*, 1966]. A notre connaissance, le phénomène RIP n'a pas été rapporté à ce jour accompagné par la recristallisation continue. Les germes sont toujours formés aux joints de grains écrouis et les grains recristallisés grossissent aux dépens des grains écrouis. Pour les deux matériaux, la croissance des grains est rapide, ce qui suggère que la diffusion aux joints de grains est limitée. Aucune microstructure en collier (impliquant un chemin continu de petits grains dans la microstructure) n'a été détectée par ESBD ni par MET.

IV.3.1.2. Cinétique de recristallisation

Devadas [Devadas *et al.*, 1991] indique que la cinétique de recristallisation dépend fortement des conditions de la pré-déformation et la température de la recristallisation. Ceci est évident dans notre étude et le matériau recristallise rapidement en l'espace de quelques secondes à une quinzaine de minutes pour les hautes températures (850, 950 et 1050°C) et de l'ordre de quelques heures selon le niveau de l'écrouissage pour 630°C.

Par ailleurs, plusieurs auteurs [Thornton et Cahn, 1961, Winning et Schafer, 2006] évoquent le fait que les contraintes appliquées pendant les recuits peuvent accélérer fortement le processus de restauration, induisant un retard de la recristallisation de matériaux comme l'Al-2%Mg et le cuivre. A l'opposé, l'effet de la contrainte sur la cinétique de recristallisation s'est avéré très faible dans les conditions de sollicitation explorées.

Pour l'étude à 630°C, la cinétique de recristallisation ne change pas sous une charge inférieure à 50 MPa. L'accélération de la déformation liée au RIP sous 30 et 50 MPa a lieu dans le même intervalle de deux heures, qui est en accord avec le temps nécessaire à la recristallisation complète sans charge appliquée. Pour le cas sous 70 MPa, la cinétique de

recristallisation semble être plus lente par rapport à celle sous 30 et 50 MPa et la déformation accélère probablement sur plus de deux heures. Ceci reste à confirmer du fait que certaines données expérimentales n'ont pu être acquises lors des essais de fluage.

Aux hautes températures entre 850 et 1050°C, le fait que l'influence de la contrainte sur la cinétique soit faible se traduit par plusieurs phénomènes. Premièrement, les fractions recristallisées mesurées via différents types d'essais sont cohérentes, alors que les éprouvettes ont été soumises à différents niveaux de contraintes. Plus précisément, les contraintes diminuent d'une valeur initiale d'environ 200 MPa à une valeur faible de 50 MPa pendant les essais de relaxation, et elles sont respectivement maintenues à une valeur constante de 20 MPa et quasiment nulle dans les essais de fluage interrompus et les essais de double-passe. Deuxièmement, l'effet de la contrainte sur la cinétique de recristallisation peut également être révélé par les résultats des essais de fluage assisté par la recristallisation. Pour chaque température, les vitesses de déformation atteignent leurs valeurs maximum au bout d'un temps quasiment constant après la pré-déformation quel que soit le niveau de contrainte. Tous ces éléments suggèrent que, dans les conditions expérimentales étudiées, l'effet de la contrainte sur la cinétique de recristallisation est négligeable.

De ce fait, dans l'étude du phénomène RIP, la cinétique de recristallisation peut être décrite correctement par la relation JMAK (se référer au chapitre bibliographique, équation (II.2)), où la cinétique de recristallisation ne dépend que de la température pour une condition de pré-déformation donnée.

IV.3.2. Comportement viscoplastique associé au phénomène RIP

IV.3.2.1. Couplage entre la cinétique de recristallisation et l'accélération de la déformation

On note que ce couplage se traduit par deux faits. D'abord, la durée de l'accélération de la déformation liée au RIP est bien cohérente avec le temps nécessaire à la recristallisation complète. Deuxièmement, pour des cinétiques de recristallisation différentes, les formes de l'évolution de la déformation viscoplastique diffèrent. Pour le cas avec une cinétique de recristallisation très lente (matériau écroui de 30% à 630°C), la vitesse de déformation pendant la recristallisation est quasiment constante. Pour les cas avec une cinétique de recristallisation rapide, la vitesse de déformation augmente rapidement en l'espace de quelques minutes ou secondes jusqu'à la fin de la recristallisation. Ceci confirme que la cinétique de recristallisation joue probablement un rôle important dans le phénomène RIP, en déterminant l'évolution de la déformation.

IV.3.2.2. Ordre de grandeur de la vitesse de déformation

L'ordre de grandeur de la vitesse de déformation liée au RIP est une caractéristique importante à retenir. La vitesse de déformation dépend des conditions de sollicitation et aussi

de l'état du matériau, on préfère donc décrire l'ordre de grandeur en utilisant le rapport entre la vitesse de déformation liée au RIP et celle du matériau recristallisé en régime stationnaire sous la même sollicitation.

Pour les cas à 630°C du matériau écroui de 30%, le matériau présente une vitesse de déformation quasiment constante pendant et après la recristallisation. Ce rapport est donc facilement obtenu, qui est respectivement égal à 3 et 10 sous 50 et 30 MPa. Pour les essais de fluage aux hautes températures, la vitesse de déformation augmente puis diminue, respectivement pendant et après la recristallisation, au lieu d'être constante. Afin d'estimer ce rapport, on fait une approximation en comparant la vitesse de déformation maximum du RIP avec la vitesse de fluage du matériau recristallisé en régime stationnaire. A 950°C sous une contrainte comprise entre 47 et 74 MPa, ce rapport se trouve entre 2 et 3. Les deux rapports identifiés dans les deux domaines de température sont proches. Ces rapports sont également du même ordre de grandeur que ceux rapportés dans la littérature, 7 pour le plomb pur à 100°C sous 3 MPa et 10 pour l'or à 860°C sous 3 MPa [Gifkins, 1958, Hardwick *et al.*, 1961].

Par ailleurs, on note que, pour les hautes températures, l'ordre de grandeur de la vitesse de déformation liée au RIP est assez proche de celui relatif au matériau recristallisé, en régime de fluage transitoire. De plus, les formes de l'évolution de la déformation sont similaires après la recristallisation, jusqu'à la fin des essais. Pourtant, pour les essais de fluage à 630°C, le matériau recristallisé ne présente que le régime de fluage stationnaire. Ceci suggère que l'effet RIP peut intervenir en régime transitoire comme en régime stationnaire dans les essais de fluage. Cette remarque est cohérente avec les données expérimentales de la littérature (Figure II.1 et Figure II.3).

IV.3.2.3. Influence des conditions de pré-déformation

Il semble que l'influence des conditions de pré-déformation sur le phénomène RIP s'exprime de manière indirecte. La cinétique de recristallisation, qui dépend des conditions de pré-déformation et affecte la forme de l'évolution de la déformation liée au RIP, traduit l'influence de la pré-déformation. Parmi les conditions de pré-déformation, on note l'effet du niveau d'écrouissage sur la déformation totale liée au RIP. Dans l'étude à 630°C, on a trouvé que plus le niveau d'écrouissage est important, plus la déformation totale liée au RIP est élevée.

Quant à un effet direct de la pré-déformation sur le RIP, on a étudié l'effet de l'anisotropie induite par l'écrouissage sur le RIP et les résultats montrent une influence négligeable. Ceci peut être expliqué par l'absence de modification importante de la texture après un écrouissage faible (de 30%). Pour le cas d'un écrouissage important (>80%), le matériau recristallisé pourrait présenter une texture cube marquée [Julliard *et al.*, 2000, Caleyo *et al.*, 2001], l'effet de l'anisotropie sur le RIP devient peut-être visible. Aucun essai n'a été effectué à ce jour pour le confirmer parce que l'on voulait étudier le phénomène du RIP sur les matériaux non texturés, qui est le cas le plus simple et nous permet d'identifier les mécanismes au premier

ordre. Afin de juste mettre en évidence l'effet de l'anisotropie, un essai de fluage dans le sens travers sur une éprouvette pré-écrouie de 90% pourrait être utile.

IV.3.2.4. Influence des conditions de sollicitation pendant la recristallisation

La température affecte l'évolution de la déformation liée au RIP de manière indirecte, via la cinétique de recristallisation. A 630°C, l'énergie d'activation de la déformation viscoplastique pendant la recristallisation est identifiée pour une fraction recristallisée donnée, les valeurs sont de l'ordre de 300 kJ/mol, suggérant que le régime de déformation pendant la recristallisation se trouve dans le domaine du fluage dislocations.

L'influence de la contrainte sur la cinétique de recristallisation est négligeable dans les conditions de sollicitation explorées. La contrainte influence donc la déformation viscoplastique pendant la recristallisation d'une manière directe. A 630°C, la vitesse de déformation est quasiment constante pendant la recristallisation, la valeur est proportionnelle à la contrainte appliquée. Sous la même sollicitation, le matériau recristallisé présente une relation de type loi puissance avec un exposant de 4. Ceci signifie que le comportement du RIP est moins sensible à la contrainte que la déformation viscoplastique en régime stationnaire dans les conditions explorées. Ce type de relation est similaire à celle mentionnée dans les études de l'effet TRIP [Leblond, 1989]. Pour les hautes températures, la vitesse de déformation évolue beaucoup pendant et après la recristallisation, on ne peut pas établir simplement la dépendance de la vitesse de déformation vis-à-vis de la contrainte appliquée.

IV.3.2.5. Régime de fluage du matériau recristallisé

Quant au régime stationnaire du matériau recristallisé, pour les deux matériaux (Fe36%Ni et Fe41%Ni), les exposants de loi puissance (4 et 5) et l'énergie d'activation (240 kJ/mol et 300 kJ/mol) suggèrent que le fluage stationnaire dans les conditions étudiées est typique d'un régime de fluage dislocations.

Les valeurs des exposants sont similaires à celles du nickel pur en régime stationnaire de fluage dislocations [Frost et Ashby, 1982]. La vitesse de déformation viscoplastique du Fe41%Ni et du Fe36%Ni recristallisé peut être approximativement prédite par une loi puissance en utilisant des données du nickel pur (la nuance la plus proche) [Frost et Ashby, 1982]. Ceci constitue une méthode simple pour l'estimation de la vitesse de déformation du matériau recristallisé en régime stationnaire. Cette méthode a été utilisée lors du développement d'une loi de comportement phénoménologique (Sous-Chapitre V.1).

IV.3.2.6. Fluage en régime transitoire

En termes de mécanismes sous-jacents du RIP, le fluage en régime transitoire des grains recristallisés [Gifkins, 1958] et le fluage par diffusion aux joints de grains [Han *et al.*, 2008] sont respectivement mentionnés comme causes principales. Les résultats issus des deux campagnes expérimentales nous permettent de vérifier les deux interprétations citées. Cette

section et la section suivante abordent respectivement la contribution de ces deux types de fluage au phénomène RIP.

Le fluage dislocations domine la déformation viscoplastique du matériau recristallisé à l'état stationnaire. Ceci nous permet de penser que le matériau pourrait présenter un régime transitoire lorsqu'il vient de recristalliser complètement, bien que le régime transitoire du matériau à 630°C ne soit pas visible. Pour l'étude à 950°C, on a clairement observé deux pentes différentes après la recristallisation. La première pente juste après la recristallisation possède une valeur supérieure à celle de la deuxième, probablement liée au comportement de fluage en régime transitoire. Ceci a été validé par l'étude du comportement viscoplastique du matériau complètement recristallisé (Figure IV.24). Les résultats montrent que la vitesse de déformation maximum liée au RIP est du même ordre de grandeur que celle du matériau en régime transitoire. De plus, les formes de l'évolution de la déformation sont similaires après la recristallisation.

Ces remarques nous permettent de formuler des premières hypothèses quant aux mécanismes sous-jacents du RIP, du moins à haute température. Elles impliquent que, pendant la recristallisation, les grains recristallisés possèdent un comportement en fluage transitoire avec une vitesse de déformation élevée car la densité de dislocations est quasiment nulle dans les nouveaux grains recristallisés qui apparaissent. Par conséquent, la déformation facile des grains recristallisés augmente la vitesse de la déformation globale du matériau. L'accélération de la déformation pendant la recristallisation serait donc une conséquence du comportement viscoplastique des grains recristallisés et aussi de l'augmentation de la fraction volumique des grains recristallisés. Après la recristallisation, la décroissance de la vitesse de déformation peut être expliquée par l'écrouissage des grains recristallisés au fur et à mesure de la déformation. Ceci est la base des lois de comportement présentées dans le chapitre de modélisation.

IV.3.2.7. Diffusion aux joints de grains

Coble [Coble, 1961] indique que le fluage de diffusion aux joints de grains est important pour les métaux avec des petites tailles de grains aux hautes températures. Han [Han *et al.*, 2008] avance que la diffusion aux joints des germes au début de la recristallisation doit être considérable et entraîne une déformation viscoplastique non négligeable, qui serait la cause du RIP. Les détails correspondants ont déjà été donnés dans la section II.1.2.

Les caractérisations microstructurales du Fe36%Ni et Fe41%Ni révèlent cependant certains points communs, qui nous permettent de penser que la diffusion aux joints de germes est assez limitée au début de la recristallisation. Premièrement, la matière aux joints des germes est probablement soumise à une contrainte inférieure à la contrainte appliquée du fait que les germes sont entourés par des grains écrouis. Si le germe se trouvait à côté d'autres germes, au lieu d'être entouré par des grains déformés, par exemple, si on avait affaire à une microstructure en collier, alors l'effet de la diffusion aux joints de grains sur la déformation viscoplastique pourrait être significatif. Toutefois, ce type de structure n'a été observé ni à

l'échelle du MET, ni par EBSD dans les conditions étudiées. Deuxièmement, la contribution de la diffusion aux joints de grains est limitée à cause d'une croissance rapide de ces grains.

Pour quantifier la contribution éventuelle de la déformation liée au régime de Coble, nous revenons à nouveau aux données du fluage du nickel [Frost et Ashby, 1982] et la vitesse de la déformation par diffusion aux joints de grains peut être obtenue par l'équation (II.7). Pour l'étude à 630°C sur le matériau écroui de 30%, nous avons identifié expérimentalement que la taille de grains recristallisés moyenne est de l'ordre de 10 µm pendant la recristallisation. Selon les observations des germes en MET (Figure IV.18), on peut supposer que la taille de germes soit de l'ordre de 1 µm au début de la recristallisation. Pour le cas à 630°C sous 50 MPa, la vitesse de déformation calculée, liée au régime de Coble, est égale à 2×10^{-9} s^{-1}. Cette dernière est inférieure à la vitesse du RIP, qui est de 2×10^{-7} s^{-1} sous la même sollicitation.

De ces divers éléments, on conclut que la diffusion aux joints de grains n'est pas le mécanisme majeur du RIP sous les sollicitations utilisées, bien que l'effet RIP varie linéairement avec la contrainte appliquée. Ceci est également supporté par l'énergie d'activation mesurée pendant la recristallisation de l'ordre de 300 kJ/mol, deux fois plus que celle liée à la diffusion aux joints de grains, qui est de l'ordre de 150 kJ/mol.

IV.4. Conclusions de l'étude expérimentale

Ce chapitre avait pour objet de mettre en évidence expérimentalement le comportement viscoplastique lié au phénomène RIP et de révéler les caractéristiques microstructurales qui lui sont associées. Conformément à la méthodologie définie dans le chapitre précédent, deux campagnes expérimentales ont été effectuées sous des conditions de sollicitations différentes. Les essais thermomécaniques et les observations microstructurales ont mené aux résultats essentiels suivants :

- La recristallisation sous charge non seulement entraîne l'adoucissement des matériaux, mais aussi modifie leur comportement viscoplastique. Il en résulte une déformation supplémentaire, dans un grand domaine de température entre 630°C et 1050°C, sous une contrainte faible entre 20 et 70 MPa. Ceci a confirmé que la réduction de largeur des tôles en intercage du laminoir à chaud est essentiellement due au phénomène RIP

- Ce comportement viscoplastique assisté par la recristallisation dépend des conditions de pré-déformation (via la cinétique de recristallisation) et aussi de la sollicitation appliquée pendant la recristallisation. Le phénomène RIP a été observé en régime stationnaire pour les basses températures et en régime transitoire pour les hautes températures. Pour les deux domaines de température, la vitesse de déformation liée au RIP est supérieure de 3 à 10 fois à celle du matériau recristallisé en régime de fluage stationnaire

- Les microstructures liées au RIP montrent une coexistence des grains écrouis et de grains recristallisés. Ces derniers sont formés aux joints des grains écrouis et grossissent rapidement aux dépens de la matrice. Aucune texture significative n'est détectée sur le matériau recristallisé après un écrouissage de 30%

- Les interprétations du phénomène RIP issues de la littérature ont été testées en utilisant les résultats de cette étude : la diffusion le long des joints de grains n'est pas la cause principale du phénomène RIP. Pourtant, la contribution du comportement viscoplastique des grains recristallisés au phénomène RIP pourrait être considérable

Chapitre V : Modélisation

Ce chapitre a pour objectif de développer des lois de comportement, visant à comprendre le phénomène RIP et à le prédire dans un grand domaine des conditions de sollicitation. C'est dans ce contexte que deux lois de comportement différentes sont développées : la première est une loi de comportement phénoménologique visant à confirmer dans un premier temps le mécanisme principal du RIP. La deuxième est une loi de comportement à variables internes où la microstructure est traitée comme celle d'un matériau homogène qui évolue selon les lois évolutives des variables internes. Cette deuxième loi de comportement est enfin utilisée pour la prédiction de l'ensemble de la pré-déformation et du fluage assisté par la recristallisation.

Il est à noter que, pour les deux lois de comportement, les travaux d'identification des paramètres et de validation des lois de comportement sont effectués en s'appuyant sur les résultats expérimentaux obtenus aux hautes températures (présentés dans le Sous-chapitre IV.2) et cela pour deux raisons. D'abord, ces résultats expérimentaux présentent relativement beaucoup de détails par rapport à ceux obtenus à la température la plus basse, favorisant la validation des lois de comportement. Par exemple, le comportement viscoplastique du matériau à 850 et 950°C sous certaines conditions montre bien l'accélération et le ralentissement de la déformation pendant et après la recristallisation, qui contraste avec la vitesse de déformation quasiment constante observée à 630°C. De plus, les résultats obtenus aux hautes températures nous intéressent particulièrement car ces conditions expérimentales sont plus proches de l'application.

Les Sous-chapitres V.1et V.2 sont, respectivement, consacrés à la première et à la deuxième loi de comportement. Pour chaque sous-chapitre, les objectifs spécifiques sont d'abord donnés, suivis par le cadre de modélisation utilisé et les hypothèses prises pour la formulation de chaque loi de comportement. Ensuite, la formulation des équations et l'identification des paramètres sont abordées, suivies par la prédiction des résultats expérimentaux. Les résultats de modélisation de ces deux lois de comportement sont discutés ensemble dans le Sous-chapitre IV.3.

V.1. Loi de comportement phénoménologique

V.1.1. Objectifs

La formulation de cette loi de comportement a pour objectif de comprendre le phénomène RIP, en traitant le matériau comme composé de deux populations des grains (grains écrouis et grains recristallisés) et en homogénéisant le comportement du matériau en fonction des propriétés mécaniques de chaque population de grains. Par ailleurs, cette loi de comportement a également pour objectif de décrire d'une manière relativement simple la déformation associée au phénomène RIP sur l'ensemble des aciers et ainsi à faciliter son application dans un contexte industriel.

La Figure V.1 rappelle les résultats expérimentaux du phénomène RIP et du fluage du matériau complètement recristallisé en régime transitoire, où les microstructures fluent sous une charge constante à une température donnée après la pré-déformation à chaud (Sous-chapitre IV.2). Ces résultats expérimentaux suggèrent que, pendant la recristallisation, l'augmentation de la vitesse de déformation (courbes continues) pourrait être essentiellement liée au comportement viscoplastique des grains recristallisés. Ce dernier peut être approximativement estimé par le comportement du matériau complètement recristallisé (courbes discontinues). Afin de confirmer quantitativement cette hypothèse, la loi de comportement phénoménologique envisagée ici doit prendre en compte les données expérimentales issues du comportement du matériau complètement recristallisé (courbes discontinues) et être capable de reproduire l'accélération de la déformation pendant la recristallisation (courbes continues).

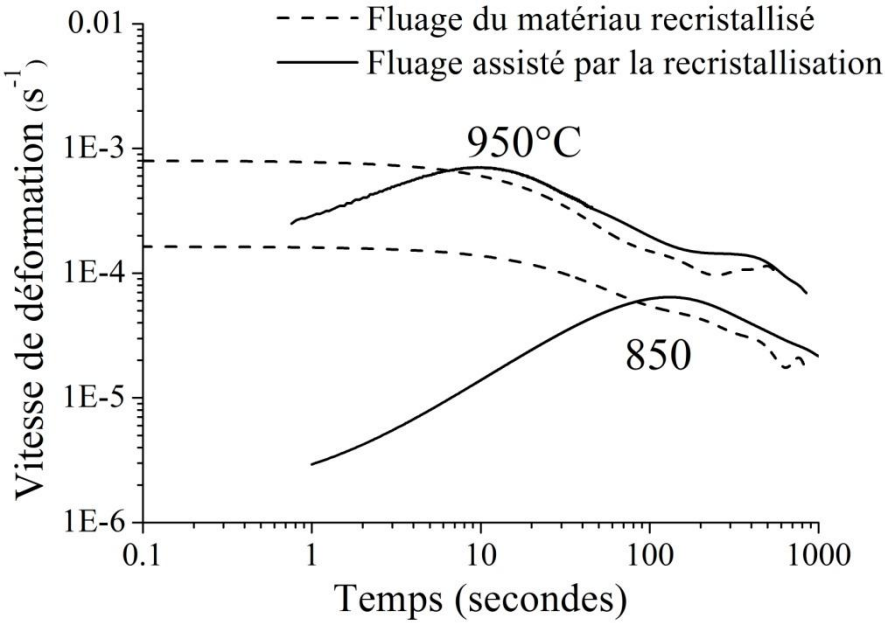


Figure V.1 : Évolution de la vitesse de déformation du matériau pendant la recristallisation et du matériau complètement recristallisé en fonction du temps sous une contrainte nominale de 47 MPa à deux températures

V.1.2. Cadre de la modélisation

Le cadre de modélisation pour la loi de comportement phénoménologique est établi à partir des observations expérimentales lors des essais aux hautes températures (Sous-chapitre IV.2). Le Tableau V.1 résume l'ensemble des caractéristiques expérimentales identifiées précédemment et des informations prises en compte dans cette modélisation.

Tableau V.1 : Caractéristiques expérimentales observées et cadre de la modélisation pour établir la loi de comportement phénoménologique

Caractéristiques expérimentales	Cadre de la modélisation
La recristallisation et l'écrouissage sont les phénomènes dominants observés pendant le phénomène RIP	Seuls les phénomènes de recristallisation et d'écrouissage seront pris en compte dans la loi de comportement
Deux populations de grains (recristallisés et écrouis) coexistent pendant la recristallisation Les ordres de la grandeur de la vitesse de déformation pendant la recristallisation (courbes continues sur la Figure V.1) et de la vitesse de déformation du matériau complètement recristallisé (courbes discontinues) sont assez proches	Ceci justifie l'hypothèse que le matériau est composé de deux populations de grains, chacun possède un comportement viscoplastique bien identifié, et que le comportement de l'ensemble peut être obtenu par une méthode d'homogénéisation
Lorsque le matériau est complètement recristallisé à la fin d'un essai de RIP, il présente un comportement viscoplastique (courbes continues après les pics) assez similaire à celui du matériau recristallisé (courbes discontinues)	Ceci motive de supposer que le comportement viscoplastique de la population de grains recristallisés peut être décrit par le comportement du matériau complètement recristallisé sous la même sollicitation
L'influence de la taille de grains sur le comportement viscoplastique des grains recristallisés, même pendant la recristallisation est faible du fait d'une croissance rapide des grains	A noter que ce type de comportement viscoplastique n'est pas affecté par la taille moyenne des grains recristallisés
Le matériau écroui juste avant la recristallisation, composé seulement de grains écrouis, présente une vitesse de déformation très faible (le point de départ des courbes continues) par rapport à celle des matériaux complètement recristallisés sous la même sollicitation	Ceci suggère que les grains écrouis possèdent une résistance forte au fluage par rapport aux grains recristallisés. De ce fait, on peut supposer une vitesse de déformation constante et faible pour les grains écrouis
L'effet de la contrainte sur la cinétique de recristallisation est négligeable dans le domaine de contraintes exploré	Comme le couplage entre la cinétique de recristallisation et la déformation viscoplastique n'est pas fort, la relation Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) est donc une solution simple pour la description de l'évolution de la fraction volumique des grains recristallisés après une pré-déformation donnée

A partir des hypothèses prises ci-dessus, les expressions fonctionnelles pour la loi de comportement phénoménologique peuvent être d'abord établies. La loi d'écoulement pour la microstructure homogénéisée peut s'exprimer comme suit,

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} = \hat{\dot{\tilde{\varepsilon}}}^{vp}\left(\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{unrex}, \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{rex}, X_{rex}\right) \tag{V.1}$$

où X_{rex} est la fraction volumique des grains recristallisés, et $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}{}_{unrex}$ et $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}{}_{rex}$ sont respectivement la vitesse de déformation équivalente de la population des grains écrouis et des grains recristallisés. L'équation (V.1) a la forme d'une loi d'homogénéisation où la vitesse de déformation du matériau est exprimée en fonction de la vitesse de déformation de chaque population et de la fraction volumique des grains recristallisés.

A son tour, la loi d'écoulement viscoplastique de la population des grains recristallisés peut s'exprimer fonctionnellement en fonction du temps, t, de la température T, et de la contrainte équivalente de von Mises, $\tilde{\sigma}$:

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{rex} = \hat{\dot{\tilde{\varepsilon}}}^{vp}_{rex}\left(\tilde{\sigma}, T, t\right) \tag{V.2}$$

Ici, on considère que le comportement viscoplastique des grains recristallisés peut être décrit par le comportement du matériau complètement recristallisé, qui est en fonction des conditions de sollicitation et du temps.

La vitesse de déformation viscoplastique des grains écrouis est supposée indépendante du temps et sa valeur est constante pour une température et une contrainte données :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{unrex} = \hat{\dot{\tilde{\varepsilon}}}^{vp}_{unrex}(\tilde{\sigma}, T)\,. \tag{V.3}$$

La fraction recristallisée X_{rex} est décrite par la relation de JMAK. Cette dernière est largement utilisée pour la description de la cinétique de recristallisation statique et métadynamique. La loi d'évolution de la fraction volumique des grains recristallisés, $\dot{X}_{rex}$, est exprimée de la manière suivante :

$$\dot{X}_{rex} = \hat{\dot{X}}_{rex}\left(T, X_{rex}\right) \tag{V.4}$$

Pour une pré-déformation donnée, X_{rex} est fonction seulement de la température et du temps, et sa forme évolutive $\dot{X}_{rex}$ dépend donc de la température et de X_{rex}.

V.1.3. Formulation

La formulation de la loi de comportement phénoménologique concerne les équations fonctionnelles (V.1), (V.2) et (V.4). Ici, la loi d'homogénéisation (équation (V.1)) est concrétisée en utilisant une loi des mélanges et en supposant que la contrainte est homogène dans le matériau. En fait, ceci implique une estimation de la borne supérieure de la vitesse de déformation. Ce point sera discuté avec les résultats. Par ailleurs, on a aussi pris en compte le fait que les grains recristallisés au début de la recristallisation fluent ensuite moins rapidement par rapport aux grains qui viennent de recristalliser car le taux d'écrouissage des premiers, du fait du fluage ultérieur, est plus important que celui des derniers. En d'autres termes, comme l'illustre la Figure V.2, pour un temps donné t, le matériau recristallisé antérieurement ($t' < t$) possède une vitesse de déformation différente de celle du matériau nouvellement recristallisé. Pour le matériau recristallisant au temps t, son comportement viscoplastique (en fluage) est considéré comme égal à celui du matériau recristallisé tout au début de fluage.

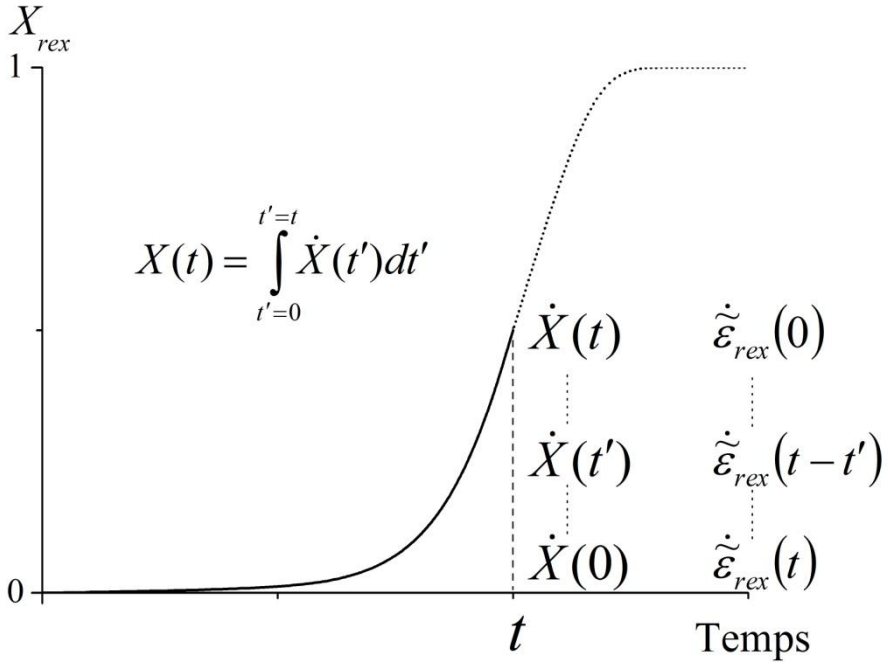


Figure V.2 : Prise en compte de l'effet d'écrouissage sur la vitesse de déformation des grains recristallisés. Pour un temps donné *t*, un grain recristallisé antérieurement (*t'<t*) possède une vitesse de déformation plus faible par rapport à celle d'un grain vient de recristallisé ($\dot{\tilde{\varepsilon}}_{rex}^{vp}(t-t') < \dot{\tilde{\varepsilon}}_{rex}^{vp}(0)$)

De ce fait, la loi d'homogénéisation (V.1) peut s'exprimer par une équation qui comporte un produit de convolution entre la cinétique de recristallisation et la vitesse de déformation des grains recristallisés. Ainsi,

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}(t) = \left(1 - X_{rex}(t)\right)\dot{\tilde{\varepsilon}}_{unrex}^{vp} + \int_{t'=0}^{t'=t} \dot{X}_{rex}(t')\dot{\tilde{\varepsilon}}_{rex}^{vp}(t-t')dt' \qquad \text{(V.5)}$$

Dans l'équation (V.5), le premier et le deuxième termes de droite représentent, respectivement, la contribution de la vitesse de déformation des grains écrouis et celle des grains recristallisés. Lorsque X_{rex} augmente de 0 à 1 pendant la recristallisation, la contribution des grains recristallisés devient de plus en plus importante, bien que certains d'entre eux soient déjà un peu écrouis.

La loi d'écoulement viscoplastique des grains recristallisés (V.2) tient compte de l'écrouissage progressif au cours du fluage des grains recristallisés et décrit l'évolution de la vitesse de déformation viscoplastique en fonction du temps lors des stades transitoire et stationnaire du fluage. Cette évolution peut être décrite par une forme simple selon Garofalo [Garofalo, 1960],

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{rex}(t) = \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{ss} + \left(\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{i} - \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{ss}\right) e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad \text{(V.6)}$$

en fonction de,

- $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{ss}$, la vitesse de déformation viscoplastique stationnaire (ss : steady-state, qui dénote un équilibre entre l'écrouissage et la restauration des dislocations)
- $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{i}$, la vitesse de déformation viscoplastique initiale (t=0, écrouissage nul)
- τ, un temps caractéristique, correspondant au temps où la valeur de la vitesse de déformation atteint une valeur égale à $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{i} \times e^{-1} \approx \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}_{i} \times 0.36$

La Figure V.3 montre schématiquement l'évolution de la vitesse de déformation viscoplastique décrite par l'équation (V.6) pour les grains recristallisés lors des stades primaire et secondaire de fluage.

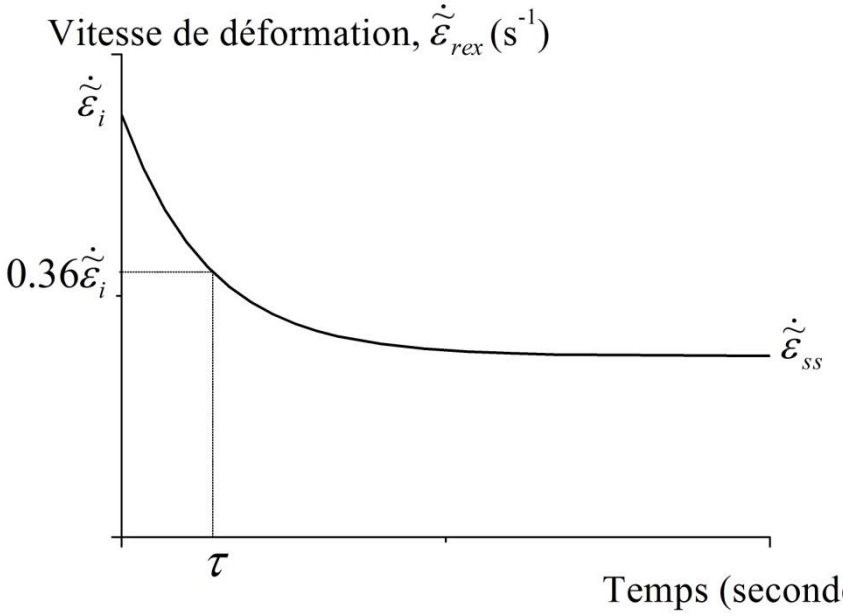


Figure V.3 : Évolution schématique de la vitesse de déformation viscoplastique (équivalente) du matériau complètement recristallisé en fonction du temps sous une charge constante à une température donnée

Dans l'équation (V.6), le terme $\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}$ peut être décrit par une loi puissance (avec tous les paramètres déjà présentés dans la section (II.2.2) [Frost et Ashby, 1982]),

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}(t) = \frac{A_1 D_v \mu b}{k_B T}\left(\frac{\tilde{\sigma}}{\mu}\right)^N \qquad \text{(V.7)}$$

Comme précisé précédemment (section II.2.1), la description de la variation de la fraction volumique des grains recristallisés est faite par la relation JMAK :

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-B\left(\frac{t}{t_{50pct}}\right)^n\right) \qquad \text{(V.8)}$$

V.1.4. Identification des paramètres

Les paramètres de la loi de comportement à identifier sont tout d'abord les paramètres utilisés dans la loi d'écoulement des grains recristallisés (Eq. (V.6)) et la relation JMAK (Eq. (V.8)). La méthode d'identification est expliquée dans la suite de cette section et l'ensemble des paramètres avec les valeurs correspondantes sont synthétisés dans le Tableau V.2. Pour la vitesse de déformation des grains écrouis (Eq. (V.3)), étant donné que peu de données expérimentales sont disponibles, sa valeur est donc directement prise comme la vitesse de déformation expérimentale avant l'accélération de la déformation (par exemple, valeur pour t < 1 s pour les courbes continues de la Figure V.1).

Tableau V.2 : Paramètres utilisés dans la loi de comportement phénoménologique

	Grains recristallisés								Grains écrouis	JMAK	
T (°C)	$\dot{\tilde{\varepsilon}}_i^{vp}$ (ii) (s^{-1})	τ (ii) (s)	$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}$ A_1 (i)	D_0 (i) (m^2/s)	μ (i) (GPa)	b (i) (m)	N (i)	Q_{vp} (i) (kJ/mol)	$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{unrex}^{vp}$ (ii) (s^{-1}) sous $\tilde{\sigma}$	t_{50pct} (ii) (s)	n (ii)
850	$1{,}6\times10^{-4}$	70	3×10^{-6}	2×10^{-4}	55	$2{,}5\times10^{-10}$	4.6	284	$1{,}7\times10^{-6}$ sous 47 MPa	86	1,5
950	$7{,}9\times10^{-4}$	30							1×10^{-4} sous 47 MPa	3,2	2,1

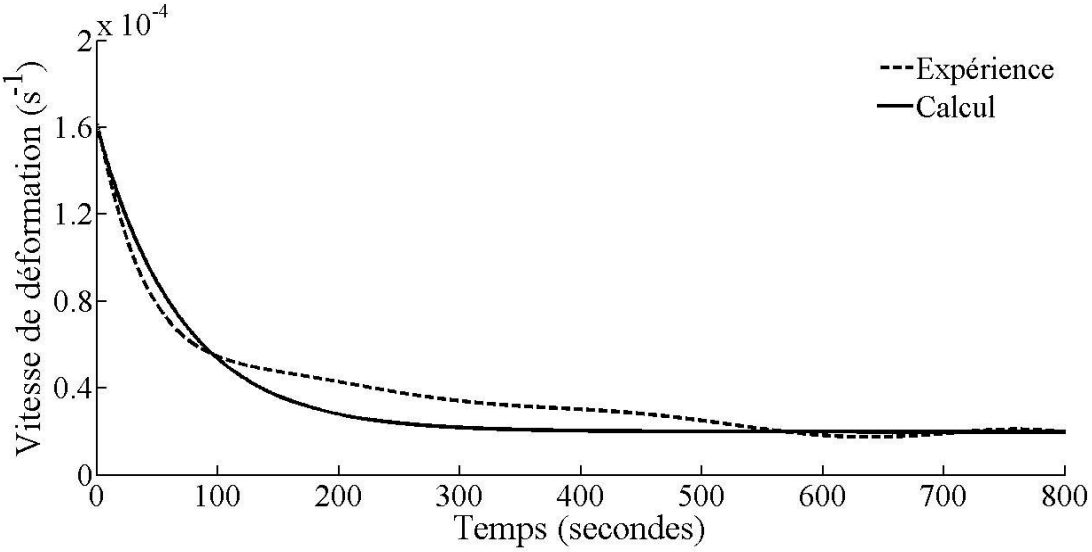
(i) Données physiques du nickel pur issues des cartes de mécanismes de la déformation [Frost et Ashby, 1982]
(ii) Données identifiées au cours de cette étude

V.1.4.1. Loi d'écoulement des grains recristallisés

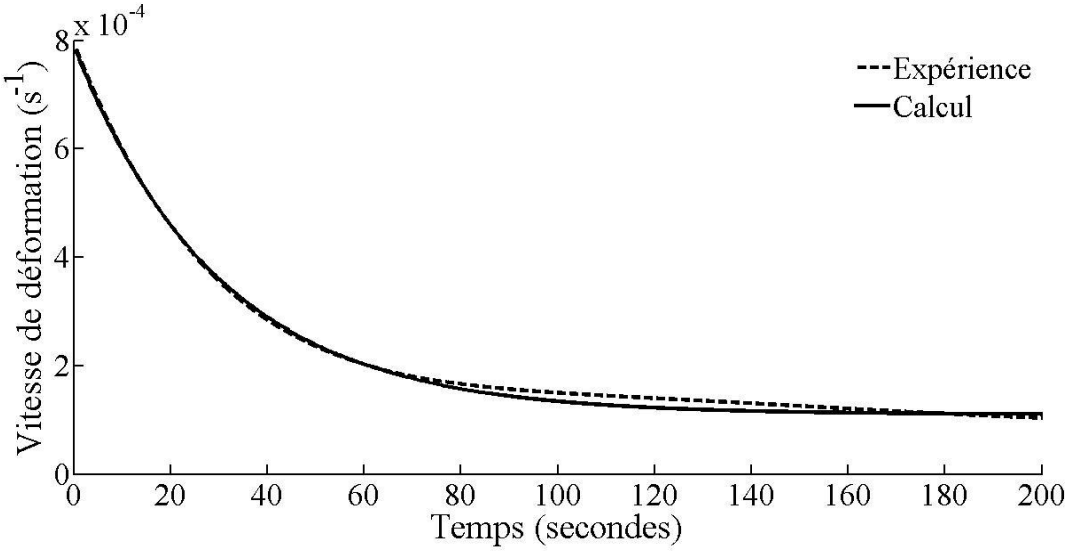
Dans l'équation (V.6), la loi d'écoulement des grains recristallisés dépend de $\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}$, $\dot{\tilde{\varepsilon}}_i^{vp}$ et τ. Pour $\dot{\tilde{\varepsilon}}_{ss}^{vp}$, la valeur est obtenue par la loi puissance (Eq. (V.7)) en utilisant les paramètres du nickel pur [Frost et Ashby, 1982]. Pour $\dot{\tilde{\varepsilon}}_i^{vp}$ et τ, leurs valeurs dépendent des conditions de sollicitation et des paramètres intrinsèques au matériau. Comme la caractérisation du fluage transitoire n'est pas au centre de ce modèle et dû au fait que nous n'avons pas beaucoup de données expérimentales, les valeurs de $\dot{\tilde{\varepsilon}}_i^{vp}$ sont prises directement à partir des données expérimentales disponibles, à savoir la vitesse de déformation viscoplastique initiale du

matériau complètement recristallisé (voir courbes discontinues dans la Figure V.1). De plus, les valeurs de τ sont obtenues par l'ajustement des courbes de fluage transitoire du matériau recristallisé.

Lorsque l'ensemble des paramètres dans l'équation (V.6) sont identifiés, la déformation viscoplastique du matériau recristallisé à 850 et 950°C sous une contrainte nominale de 50 MPa est reproduite. Les Figure V.4 (a) et (b) présentent les résultats des calculs sur une échelle de temps linéaire, accompagnés par les données expérimentales. A noter dans la Figure V.1, les mêmes courbes (lignes discontinues) ont été représentées sur une échelle de temps logarithmique. La cohérence entre les données expérimentales et les résultats des calculs confirme la validité des paramètres correspondants, y compris ceux pris à partir des données de la littérature sur le nickel pur.



(a) 850°C



(b) 950°C

Figure V.4 : Comparaison entre les valeurs mesurées et calculées de la vitesse de déformation viscoplastique du matériau recristallisé en régime transitoire sous 47 MPa à (a) 850 et (b) 950°C

V.1.4.2. Relation JMAK

Dans l'équation (V.8), l'exposant d'Avrami n pour la recristallisation statique a été déterminé par plusieurs auteurs [Devadas *et al.*, 1991, Roucoules *et al.*, 1994], avec une valeur entre 1 et 2. Dans cette étude, les valeurs de n obtenues par l'ajustement des prédictions sur les courbes expérimentales, sont cohérentes avec celle de la littérature (1.5 et 2.1 dans le Tableau V.2). Quant au temps t_{50pct}, plusieurs auteurs [Roucoules *et al.*, 1994, Cho et Yoo, 2001, Taylor et Hodgson, 2011] ont montré que t_{50pct} est fonction des conditions de pré-déformation (niveau et vitesse de déformation) et de la température de recristallisation. Dans la loi de comportement phénoménologique, les valeurs expérimentales t_{50pct} sont directement utilisées parce que cette loi de comportement ne concerne que le fluage. Dans la loi de comportement à variables internes (Sous-chapitre V.2), t_{50pct} sera paramétré en fonction des conditions de pré-déformation puisque cette loi de comportement vise à produire l'ensemble de la pré-déformation et du fluage. La Figure V.5 montre la fraction volumique des grains recristallisés en fonction du temps, prédite par la relation JMAK, comparée à celle obtenue par les essais de relaxation. La bonne cohérence entre les données expérimentales et les résultats des calculs montre la validité des valeurs identifiées n et t_{50pct}.

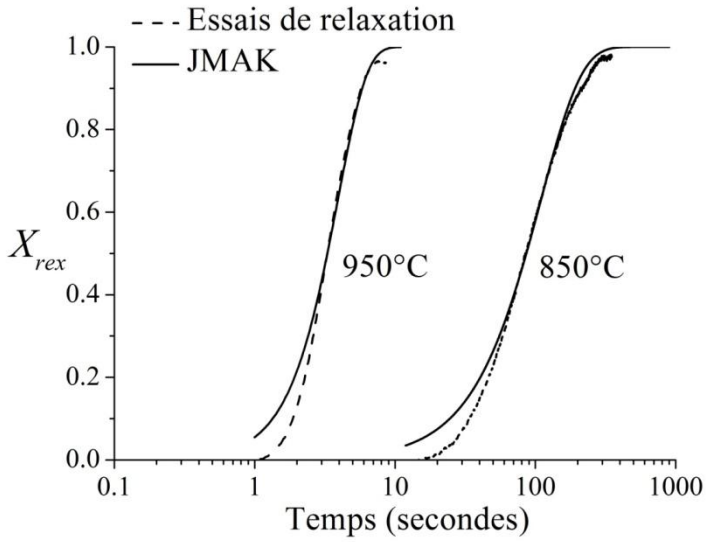
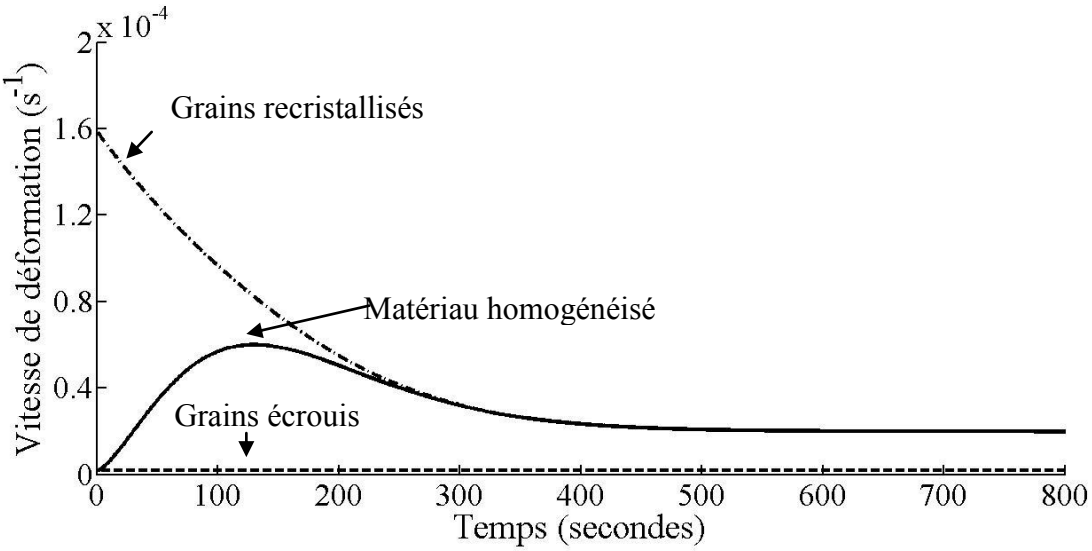


Figure V.5 : Comparaison entre les fractions volumiques des grains recristallisés mesurées et calculées en fonction du temps après une pré-déformation de 30% à 850 et 950°C

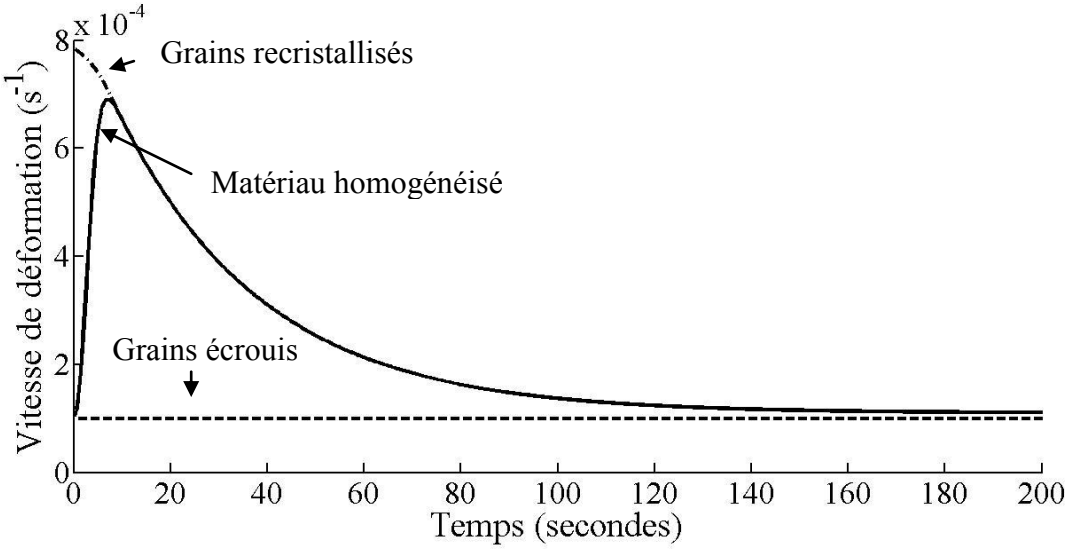
V.1.5. Prédiction du comportement du matériau en cours de la recristallisation

Les Figure V.6 (a) et (b) montrent la vitesse de déformation viscoplastique prédite par la loi de comportement décrite précédemment, pendant et après la recristallisation sous une contrainte nominale de 47 MPa à 850 et 950°C. Les courbes labellisées « Grains recristallisés » et « Grains écrouis » correspondent, respectivement, à la vitesse de déformation viscoplastique « globale » des deux populations de grains (le premier et le deuxième termes de l'équation (V.5)). La courbe labellisée « Matériau homogénéisé » représente la vitesse de déformation viscoplastique totale. On peut remarquer une

augmentation, puis une décroissance de la vitesse de déformation totale à chaque température. L'accélération de la déformation est due au fait que la contribution des grains recristallisés devient de plus en plus importante car la fraction volumique X_{rex} augmente de 0 à 1. Lorsque X_{rex}=1 à la fin de la recristallisation, la vitesse de déformation viscoplastique commence à décroître du fait de l'écrouissage de tous les grains qui sont déjà recristallisés.



(a) 850°C



(b) 950°C

Figure V.6 : Prédiction de la vitesse de déformation viscoplastique des grains recristallisés, des grains écrouis et du matériau homogénéisé, pendant et après la recristallisation sous 47 MPa à (a) 850 et (b) 950°C

La Figure V.7 montre l'évolution de la vitesse de déformation viscoplastique totale, comparée avec les données expérimentales obtenues sous les conditions considérées. On peut constater que, bien qu'il y ait des écarts pendant et après la recristallisation, l'accélération de la déformation est qualitativement bien reproduite et les valeurs de la vitesse de déformation viscoplastique maximum sont très proches. Ces résultats permettent de confirmer l'hypothèse

que le comportement viscoplastique des grains recristallisés joue un rôle important dans le phénomène RIP et contribue au premier ordre à l'accélération de la déformation.

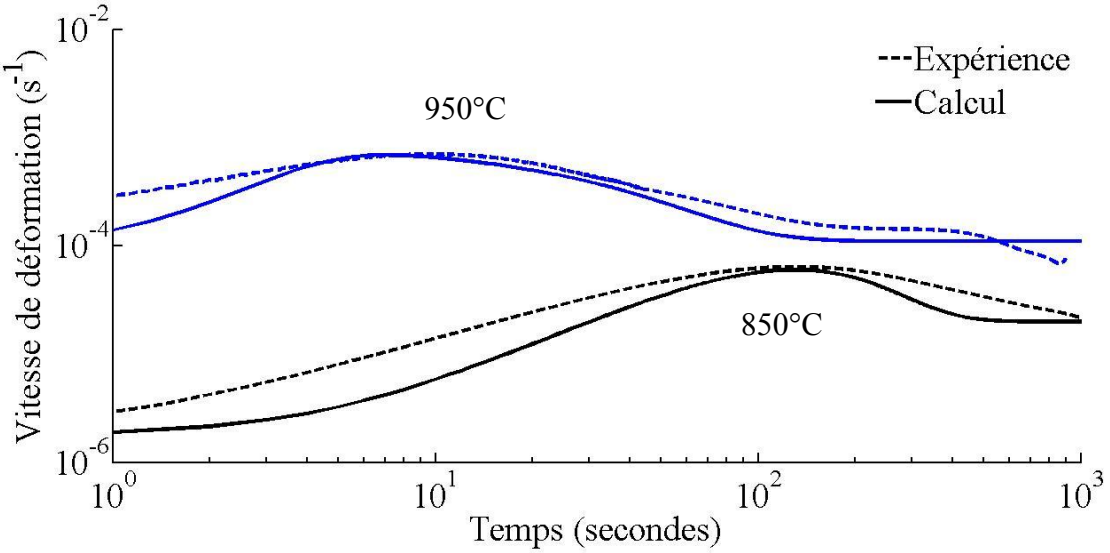


Figure V.7 : Comparaison entre les vitesses de déformation viscoplastique mesurées et calculées en fonction du temps sous 47 MPa à 850 et 950°C

Il convient de souligner que les résultats des calculs présentés ci-dessus peuvent surestimer la vitesse de déformation viscoplastique à cause de deux raisons. D'abord, la loi des mélanges utilisée, qui suppose une contrainte uniforme appliquée sur l'ensemble des grains, donne comme estimation une borne supérieure des vitesses de déformation. En réalité, les grains recristallisés sont soumis à une contrainte plus faible par rapport aux grains écrouis, au moins au début de la recristallisation parce que les premiers sont entourés et protégés par les derniers (voir les observations MET et EBSD dans le Sous-Chapitre IV.2). De plus, toute contrainte interne liée à la pré-déformation n'est pas prise en compte. Ce type de contrainte pourra éventuellement réduire la contrainte effective subie par les grains et faire diminuer la vitesse de déformation viscoplastique. C'est pour ces deux raisons que les résultats des calculs constituent une surestimation de la vitesse de déformation.

Les déformations viscoplastiques mesurées par les essais et prédites par la loi de comportement phénoménologique sont montrées sur la Figure V.8. Un écart d'environ 25% en déformation est observé avant la fin de la recristallisation à 950°C ($t < 6$ s) et de 20% à 850°C ($t < 200$ s). Après la recristallisation, ces écarts continuent à augmenter légèrement jusqu'à l'état stationnaire parce que la vitesse de déformation viscoplastique est toujours sous-estimée. La cause de ces écarts est discutée dans le Sous-chapitre V.3 avec les résultats de la loi de comportement à variables internes.

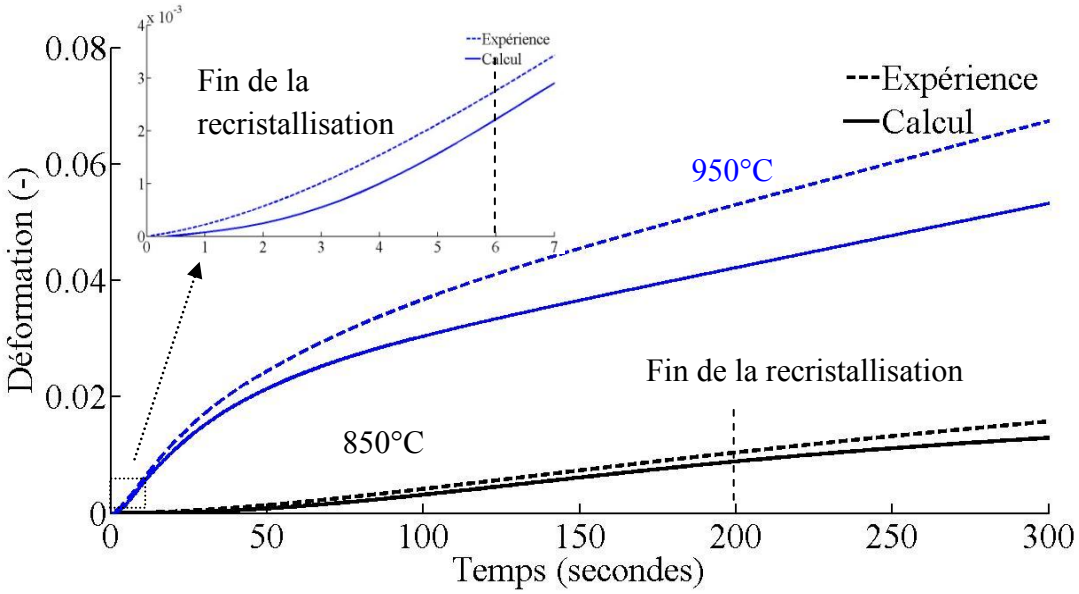


Figure V.8 : Comparaison entre les déformations viscoplastiques mesurées et calculées en fonction du temps pour les essais de fluage sous 47 MPa à 850 et 950°C

V.1.6. Conclusions

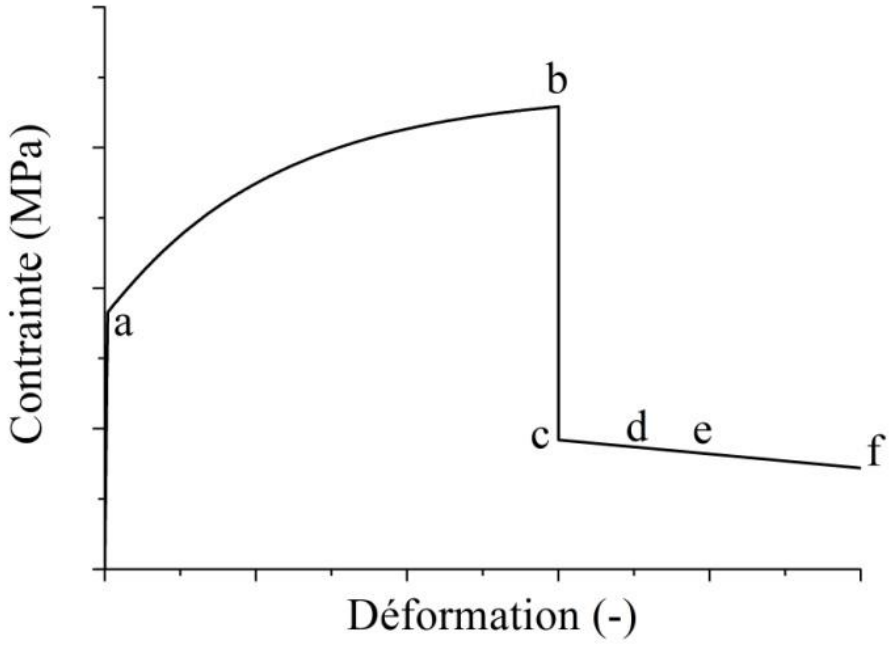
Afin d'identifier la cause principale du phénomène RIP, une loi de comportement phénoménologique basée sur une homogénéisation des propriétés de deux populations de grains a été développée. Les résultats des calculs ont confirmé, pour la première fois, que le comportement viscoplastique des grains recristallisés joue un rôle essentiel dans l'accélération de la déformation observée macroscopiquement pendant le phénomène du RIP.

V.2. Loi de comportement à variables internes

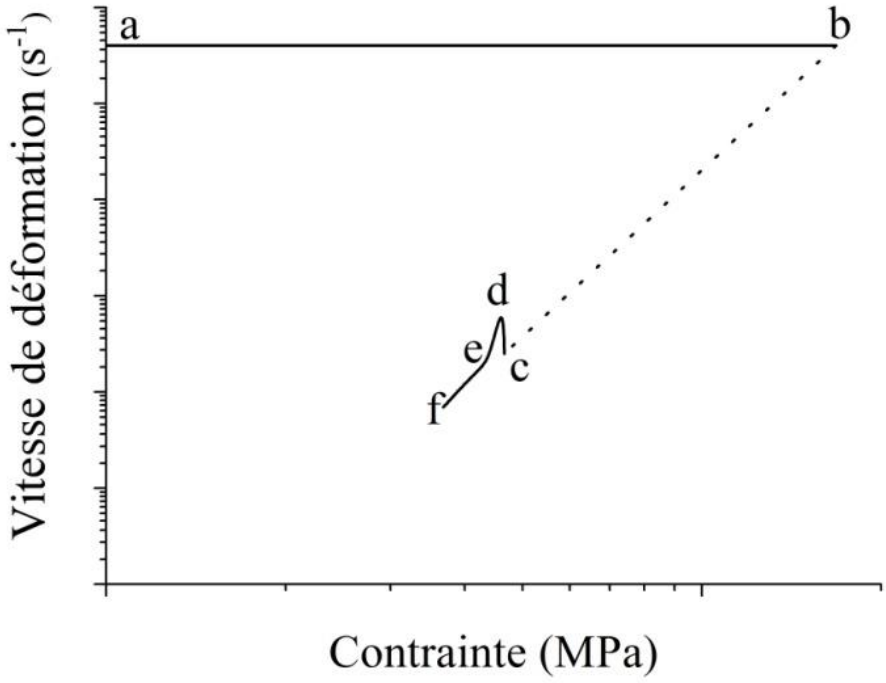
V.2.1. Objectifs

Une fois que la cause principale du phénomène RIP a été confirmée par la loi de comportement phénoménologique, il est nécessaire maintenant de formuler une autre loi de comportement, plus physique et plus intuitive, pour permettre une interprétation des mécanismes responsables du phénomène RIP et pour le prédire sous des conditions de sollicitation plus variées. Dans ce but, une approche constitutive basée sur des variables internes représentatives des caractéristiques microstructurales sera utilisée. De plus, cette loi de comportement vise également à prendre en compte les différents états microstructuraux résultants de la prédéformation à chaud. De ce fait, une nouvelle loi inspirée par la physique de la déformation offrira un meilleur potentiel d'application pour la prédiction de l'ensemble des procédés de laminage à chaud : la déformation dans l'emprise et le fluage assisté par la recristallisation en intercage. La base d'information et de données expérimentales sur laquelle cette nouvelle formulation repose sera celle déjà présentée dans le Sous-chapitre V.1.

Les conditions thermomécaniques utilisées expérimentalement dans cette thèse pour reproduire celles subies par le matériau pendant le laminage à chaud, ainsi que les comportements des matériaux correspondants sont illustrées sur la Figure V.9. La Figure V.9 (a) présente schématiquement l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation et la Figure V.9 (b) celle de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte pendant la pré-déformation et le fluage. La loi de comportement à variables internes doit être capable de reproduire le comportement décrit par la Figure IV.9 (b).



(a)



(b)

Figure V.9 : (a) Évolution schématique de valeur absolue de la contrainte vraie en fonction de la déformation et (b) évolution schématique de la vitesse de déformation en fonction de la valeur absolue de la contrainte vraie, pendant la pré-déformation (a-b) et le fluage (c-d-e-f) en compression

Sur la Figure V.9 (a), la température est maintenue constante lorsque le matériau est d'abord pré-déformé en compression à une vitesse de déformation donnée (segment a-b), puis déchargé instantanément (b-c) et ensuite soumis à une charge constante en compression (c-d-e-f). Il faut noter que pendant ce dernier type de chargement (c-d-e-f), la contrainte vraie diminue au fil du temps parce que la section de l'éprouvette perpendiculaire à la direction d'application de la charge augmente. En même temps, on peut voir sur la Figure V.9 (b) que la vitesse de déformation commence par augmenter (c-d) dû à l'activation du phénomène RIP pendant la recristallisation pour ensuite descendre jusqu'à l'état stationnaire (d-e). La dernière partie de la courbe (e-f) correspond à un état de fluage quasi-stationnaire avec une contrainte vraie décroissante pour les raisons évoquées auparavant. On note que les conditions de chargement utilisées expérimentalement pour obtenir celles de Figure V.9 sont toujours en compression, comme souligné dans le chapitre III.

Le Tableau V.3 résume les conditions expérimentales pertinentes pour l'histoire du chargement illustré sur la Figure V.9 (a), qui seront utilisées pour l'identification des paramètres de la nouvelle loi de comportement à variables internes.

Tableau V.3 : Conditions expérimentales de pré-déformation et de fluage qui font partie du chargement illustré sur la Figure V.9

Pré-déformation (Température, déformation, vitesse de déformation)	**Fluage** (Température, contrainte nominale)
850°C, 30%, 0,01 s^{-1}	850°C, 33 MPa
	850°C, 47 MPa
950°C, 30%, 0,44 s^{-1}	950°C, 47 MPa,
	950°C, 72 MPa
1050°C, 30%, 0,44 s^{-1}	1050°C, 43 MPa

V.2.2. Cadre de la modélisation

Tableau V.4 : Caractéristiques expérimentales et cadre de la modélisation pour établir la loi de comportement à variables internes

Caractéristiques expérimentales	**Cadre de la modélisation**
Les mesures de la déformation viscoplastique et de la fraction volumique des grains recristallisés sont faites à l'échelle macroscopique	Macroscopique
La recristallisation dynamique est supposée inactive parce que le niveau de la pré-déformation est suffisamment faible La recristallisation statique (et/ou métadynamique) est considérée comme le phénomène essentiel qui contribue à l'évolution microstructurale	La recristallisation statique (et/ou métadynamique) et l'écrouissage doivent être pris en compte dans la loi de comportement mais pas la recristallisation dynamique pendant la pré-déformation, ni la restauration statique pendant le fluage
Sous un niveau de sollicitation donné (T et σ), la vitesse de déformation viscoplastique varie à cause du changement de l'état du matériau. Ce dernier est associé à la fois à l'écrouissage et à la recristallisation	L'état microstructural instantané du matériau ne peut être pris en compte que par une loi de comportement à variables internes Ceci motive de considérer le matériau comme homogène et d'introduire des variables internes, qui représentent l'état du matériau et varient à cause de l'écrouissage et de la recristallisation
Le fluage par dislocations prédomine dans la déformation viscoplastique d'un matériau recristallisé à l'état stationnaire Une grande gamme de conditions de sollicitation (pré-déformation et fluage) doit être décrite par une loi d'écoulement viscoplastique unique	Une fonction sinus hyperbolique sera utilisée afin de décrire correctement la dépendance non-linéaire de la fonction log (vitesse de déformation) – log (la contrainte équivalente) à une température donnée
Deux populations des grains écrouis et recristallisés coexistent pendant la recristallisation	La fraction volumique des grains recristallisés sera définie comme une variable interne dans la loi de comportement, bien que l'on considère ici un matériau homogénéisé

Le Tableau V.4 rassemble les caractéristiques expérimentales et les informations prises en compte dans la formulation du modèle à variables internes. A noter qu'il y a deux différences principales entre ce cadre de modélisation et celui de la loi phénoménologique : (i) ici

l'ensemble de la pré-déformation et du fluage sont pris en compte, et (ii) le matériau est considéré homogène ; il évolue selon les lois évolutives des variables internes.

En ce qui concerne les variables internes dans la loi de comportement, deux variables liées aux caractéristiques de la microstructure sont choisies, à savoir,
(i) la résistance intrinsèque du matériau à la déformation viscoplastique, S, et
(ii) la fraction volumique des grains recristallisés, X_{rex}.

Ici, la variable interne, S, est définie comme la résistance à la déformation viscoplastique liée aux obstacles faibles (la forêt de dislocations à l'intérieur des grains) et forts (joints de grains) au mouvement des dislocations. D'une manière générale, S peut être exprimé en fonction de la densité de l'ensemble des obstacles faibles et forts dans le matériau, ρ, comme suit [Busso, 1998],

$$S \propto \sqrt{\rho} \tag{V.9}$$

De plus, la loi de comportement phénoménologique a confirmé que, pendant la recristallisation, l'apparition des grains recristallisés est accompagnée par une réduction de la densité de dislocations sous les conditions explorées. Ceci se traduit par une réduction de S pendant la recristallisation qui doit, à son tour, être liée à l'évolution de X_{rex} parce que cette dernière représente le processus de germination des nouveaux grains et de croissance des grains recristallisés. Ce dernier mécanisme est rendu possible par une diminution de la densité de dislocations dans les régions voisines des joints de grains, ce qui introduit un couplage entre l'évolution de S et X_{rex}.

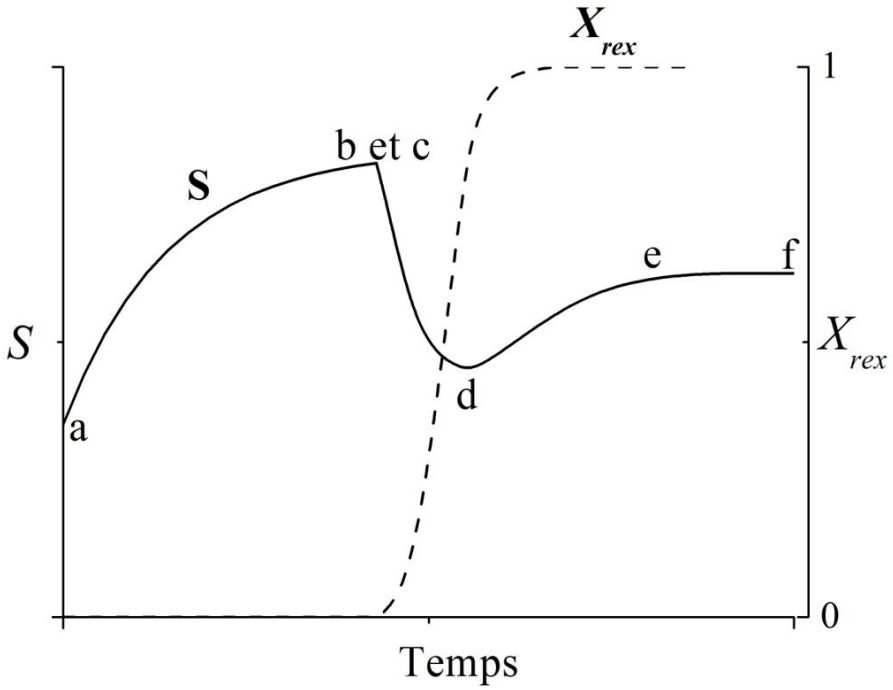


Figure V.10 : Évolution schématique de la résistance à la déformation viscoplastique *S* et de la fraction volumique des grains recristallisés X_{rex} pendant la pré-déformation (segment a-b) et la déformation assistée par la recristallisation (segment c-d-e-f)

La Figure V.10 présente schématiquement, pour une température donnée, l'évolution de S et de X_{rex} pendant les conditions de chargement illustrées sur la Figure V.9 (a). Pendant la pré-déformation (a-b), S croît jusqu'au déchargement (b-c). Jusqu'ici, X_{rex} est toujours égale à zéro. Lorsque le déchargement élastique est instantanément effectué à la fin de la pré-déformation, l'état du matériau ne change pas. Les valeurs de S correspondant à la fin de la pré-déformation (point b) et au début du fluage (point c) sont donc identiques. Au début du fluage, la valeur de S est encore élevée et le matériau n'est pas thermodynamiquement stable. De ce fait, le matériau recristallise et X_{rex} croît de 0 à 1 jusqu'à la fin de la recristallisation, résultant en une réduction considérable de S pendant la recristallisation (segment c-d). Cette réduction de S se traduit macroscopiquement par une augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation, ce qui correspond au phénomène qu'on appelle RIP. Lorsque le matériau est complètement recristallisé (point d), S atteint sa valeur la plus basse et la vitesse de déformation viscoplastique atteint sa valeur maximale. Ensuite, S croît à nouveau sous la contrainte nominale appliquée, à cause de l'écrouissage de fluage et se rapproche d'une valeur constante lorsque le matériau s'approche d'un état stationnaire (d-e). La dernière partie de la courbe (e-f) correspond à l'état stationnaire de S.

Il faut souligner que la taille de grains moyenne pourrait également être considérée comme une variable interne. Les résultats expérimentaux dans cette étude montrent cependant que la taille des grains moyenne dans l'alliage Fe-Ni d'intérêt change relativement peu pendant la recristallisation à cause de la croissance rapide des grains recristallisés identifiée expérimentalement. De ce fait, la taille de grains n'est pas explicitement prise en compte dans cette loi de comportement.

V.2.3. Formulation

Les équations différentielles qui font partie de la loi de comportement et les relations fonctionnelles entre les variables indépendantes sont d'abord présentées.

Pour le cas des petites déformations, la loi de Hooke lie la dérivée du tenseur de contrainte par rapport au temps, $\dot{\mathbf{T}}$, au tenseur élastique du quatrième ordre, $\boldsymbol{L}$, et au tenseur de vitesse de déformation élastique, exprimé en fonction des tenseurs de vitesse des déformations totale et viscoplastique, $\dot{\mathbf{E}}$ et $\dot{\mathbf{E}}^{\mathbf{vp}}$, respectivement. Ici,

$$\dot{\mathbf{T}} = \mathbf{L}\left(\dot{\mathbf{E}} - \dot{\mathbf{E}}^{\mathbf{vp}}\right) \tag{V.10}$$

Le tenseur élastique $\mathbf{L}$ est exprimé en fonction du module de cisaillement, μ, et du module de compressibilité, k,

$$\mathbf{L} = 2\mu\mathbf{I} + \left[k - \frac{2}{3}\mu\right]\mathbf{1}\otimes\mathbf{1} \tag{V.11}$$

où **I** et **1** sont respectivement le tenseur identité du quatrième ordre et le tenseur identité du deuxième ordre. L'équation constitutive pour le tenseur de vitesse de déformation viscoplastique, $\dot{\mathbf{E}}^{\mathbf{vp}}$, est exprimée comme suit,

$$\dot{\mathbf{E}}^{\mathbf{vp}} = \frac{3}{2}\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}\frac{\mathbf{T}'}{\tilde{\sigma}} \tag{V.12}$$

$\mathbf{T}'$ est le déviateur de $\mathbf{T}$, $\tilde{\sigma}$ la contrainte équivalente de von Mises, et $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}$ la déformation viscoplastique équivalente de von Mises comme dans le modèle précédent.

La formulation est complétée par la loi d'écoulement de $\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}$, qui peut être exprimée en fonction des conditions de sollicitation (contrainte équivalente et température) et d'état actuel représenté par les variables internes (X_{rex} et S), comme suit :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} = \hat{\dot{\tilde{\varepsilon}}}^{vp}\left(\tilde{\sigma}, T, S, X_{rex}\right) \tag{V.13}$$

L'équation évolutive de la résistance à la déformation est,

$$\dot{S} = \hat{\dot{S}}\left(T, \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}, S, X_{rex}\right) \tag{V.14}$$

et l'évolution de la fraction du matériau recristallisé,

$$\dot{X}_{rex} = \hat{\dot{X}}_{rex}\left(T, X_{rex}\right) \tag{V.15}$$

Pour l'équation évolutive de S, $\dot{S}$ est exprimée en fonction de la température, de la vitesse de déformation et de l'état instantané (S et X_{rex}). Pour l'équation évolutive de X_{rex} à une pré-déformation donnée, $\dot{X}_{rex}$ ne dépend que de la température et de X_{rex} parce que la recristallisation est activée thermodynamiquement par une énergie emmagasinée pendant la pré-déformation. On a vu (Chapitre IV) qu'elle n'était pas influencée par la contrainte.

Les formes spécifiques de la loi de comportement sont inspirées du travail de Busso [Busso, 1998] parce que les deux études présentent certaines similarités. Dans le travail de Busso, une loi de comportement constitutive est proposée afin de prédire la déformation viscoplastique d'un acier bas carbone dans le domaine austénitique, qui est accompagnée par une recristallisation dynamique à des températures entre 780 et 940°C. Cette loi d'écoulement viscoplastique est décrite par une équation de type sinus hyperbolique et le choix des variables internes suit une logique qui correspond bien au besoin de notre étude.

V.2.3.1. Loi d'écoulement

Une forme spécifique de la loi d'écoulement viscoplastique a été proposée par Sakui [Sakui *et al.*, 1977] pour la prédiction de la déformation à chaud des métaux austénitiques. Il s'agit d'une fonction sous la forme de sinus hyperbolique. Busso [Busso, 1998] avance que cette fonction est également capable de prédire la déformation à chaud assistée par la recristallisation dynamique. Dans le travail de Busso, deux variables internes sont prises en compte afin de décrire l'état du matériau : la résistance à la déformation viscoplastique, *S,* et la taille de grains moyenne. Dans notre étude, l'effet de la taille de grains moyenne sur le phénomène étudié a été identifié comme négligeable, comme discuté auparavant dans le texte. Une version simplifiée de la relation proposée par Busso peut être donc obtenue en éliminant le terme relatif à la taille de grains,

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} = \dot{\tilde{\varepsilon}}_0 \exp\left(-\frac{Q_{vp}}{RT}\right)\left[\sinh\left(\frac{\tilde{\sigma}}{\zeta S}\right)\right]^{1/n_1} \tag{V.16}$$

avec :

- $\dot{\tilde{\varepsilon}}_0$, ζ, n_1 sont les paramètres du matériau
- Q_{vp}, est l'énergie d'activation de la déformation viscoplastique

V.2.3.2. Équation évolutive de *S*

Dans cette étude, les forces motrices pour l'évolution de *S* sont l'écrouissage, la restauration et la recristallisation. La forme évolutive de *S* peut s'exprimer en fonction d'un taux d'écrouissage $\dot{H}_{hard}$ et d'un taux de recristallisation $\dot{R}_{rex}$,

$$\dot{S} = \dot{H}_{hard} + \dot{R}_{rex} \tag{V.17}$$

Dans l'équation (V.17), la valeur de $\dot{R}_{rex}$ est négative parce que la recristallisation fait diminuer la valeur de *S* en réduisant la densité moyenne de dislocations. Par ailleurs, il est à noter que l'effet de la restauration dynamique est implicitement intégré dans $\dot{H}_{hard}$, qui représente le résultat d'une compétition entre l'écrouissage et la restauration dynamique. Pendant la pré-déformation (segment a-b de la Figure V.9), le terme $\dot{R}_{rex}$ n'est pas actif car $\dot{X}_{rex} = 0$. Par contre, les deux termes $\dot{H}_{hard}$ et $\dot{R}_{rex}$ contribuent à $\dot{S}$ pendant la déformation assistée par la recristallisation sous une contrainte nominale constante (segment c-d). Une fois que le matériau est complètement recristallisé, le terme $\dot{R}_{rex}$ devient égal à 0 et *S* évolue seulement du fait de la contribution de $\dot{H}_{hard}$.

Pour le terme $\dot{H}_{hard}$ de l' Eq.(V.17), on a utilisé la relation proposée par Busso,

$$\dot{H}_{hard} = hs\left|1 - \frac{S}{S^*}\right|^{as} \dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} \tag{V.18}$$

avec *hs, as* des paramètres liés à l'écrouissage ; S^* représente la résistance à la déformation, S, à l'état stationnaire. L'équation (V.18) décrit l'effet de l'écrouissage à une vitesse de déformation donnée en fonction de la résistance du matériau, S et S^* représentent respectivement la résistance instantanée et la résistance à l'état stationnaire. La valeur de $\dot{H}_{hard}$ diminue au cours du temps lorsque S se rapproche de S^*. Dès que le matériau atteint l'état stationnaire (S=S^*), à savoir l'équilibre entre l'écrouissage et la restauration dynamique, la contribution de $\dot{H}_{hard}$ s'annule. Plusieurs auteurs [Anand et Brown, 1987, Busso, 1998] ont supposé que S^* dépend de la vitesse de déformation viscoplastique stationnaire, de l'évolution de la taille de grains et de la température. En éliminant le terme lié à la taille de grains, une équation simple peut être obtenue,

$$S^* = \omega\left\{\frac{\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}}{\dot{\tilde{\varepsilon}}_0}\exp\left(\frac{Q_{vp}}{RT}\right)\right\}^{n_2} \tag{V.19}$$

avec ω, n_2 étant des paramètres du matériau additionnels à calibrer.

Quant au terme $\dot{R}_{rex}$, nous n'avons pas utilisé l'équation proposée par Busso parce que les types de recristallisation impliqués dans les deux études ne sont pas les mêmes. L'étude de Busso aborde la déformation viscoplastique associée avec la recristallisation dynamique. Grâce au niveau élevé de déformation, la densité de dislocations augmente significativement pendant la déformation et, par conséquent, la distance moyenne entre les dislocations diminue. Ceci est utilisé, dans l'étude de Busso, comme une condition critique du démarrage de la recristallisation dynamique. Par contre, notre étude aborde la recristallisation statique voire métadynamique. Comparée à la pré-déformation, la déformation de fluage sous charge faible produit beaucoup moins de dislocations et la force motrice pour la recristallisation est essentiellement liée à l'énergie emmagasinée pendant la pré-déformation. De ce fait, nous ne pouvons pas faire déclencher la recristallisation sur un critère en densité de dislocations, qui varie peu entre la fin de la pré-déformation et le début de la recristallisation. Il faut donc faire intervenir l'évolution de la fraction recristallisée, qui représente l'état du matériau pendant la recristallisation. Dans notre étude, on suppose donc que *(i)* la recristallisation est activée immédiatement après la pré-déformation ; *(ii)* l'évolution de S pendant la recristallisation est seulement due à la recristallisation, a savoir $\dot{S} = \dot{R}_{rex}$; et *(iii)* l'évolution de R_{rex} est proportionnelle à $\dot{X}_{rex}$,

$$\dot{R}_{rex} = \dot{X}_{rex}\left(S_{rex} - S_{unrex}\right) \tag{V.20}$$

avec :

- S_{unrex}, correspond au matériau écroui juste avant la recristallisation (à savoir la résistance liée aux points b et c sur la Figure V.10)

- S_{rex}, correspond au matériau complètement recristallisé (celle associée au point d sur la Figure V.10)

Lorsqu'on remplace respectivement les termes $\dot{H}_{hard}$ et $\dot{R}_{rex}$ par les équations (V.18) et (V.20) dans l'équation (V.17), l'équation évolutive de S devient,

$$\dot{S} = hs\left|1-\frac{S}{S^*}\right|^{as}\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp} - \left(S_{unrex} - S_{rex}\right)\dot{X}_{rex} \tag{V.21}$$

V.2.3.3. Équation évolutive de X_{rex}

Rappelons que pour le cas particulier d'une recristallisation après pré-déformation à vitesse constante, l'équation évolutive de X_{rex} et l'équation de t_{50pct} ont été présentées dans la section (II.2.1) comme suit,

$$\dot{X}_{rex} = n\left(\frac{B^{1/n}}{t_{50pct}}\right)(1-X_{rex})\left[-\ln(1-X_{rex})\right]^{\frac{n-1}{n}} \tag{V.22}$$

$$t_{50pct} = C_3\tilde{\varepsilon}_{prestrain}^{-q}\dot{\tilde{\varepsilon}}_{prestrain}^{-p}\exp\left(\frac{Q_{rex}}{RT}\right) \tag{V.23}$$

Dans notre étude, une unique valeur de niveau de pré-déformation a été utilisée et nous n'avons donc pas les données expérimentales nécessaires pour identifier l'influence du niveau de la pré-déformation sur t_{50pct}. De ce fait, on a remplacé l'équation (V.23) par l'équation simplifiée suivante avec $C' = C_3\varepsilon_{prestrain}^{-q}$,

$$t_{50pct} = C'\dot{\varepsilon}_{prestrain}^{-p}\exp\left(\frac{Q_{rex}}{RT}\right) \tag{V.24}$$

avec C', p et Q_{rex} des paramètres à identifier.

V.2.4. Identification des paramètres du modèle

Les paramètres à identifier concernent la loi d'écoulement (V.16), l'équation évolutive de S (V.21), l'expression de S^* (V.19) et l'équation évolutive de X_{rex} ((V.22) et (V.24)). L'identification des paramètres est faite en utilisant les résultats des essais mentionnés dans le Tableau V.3 et la méthode suivie pour l'identification est présentée dans la suite de cette section. Les paramètres sont respectivement regroupés dans les tableaux ci-dessous avec les valeurs identifiées.

Tableau V.5 : Paramètres utilisés dans la loi d'écoulement (Eq. (V.16))

$\dot{\tilde{\varepsilon}}_0$ (s^{-1})	ζ	n_1	Q_{vp} (kJ/mol)
10^{10}	0,49	0,36	295

Tableau V.6 : Paramètres utilisés dans l'équation de S^* (V.19) et l'équation évolutive de S (V.21)

ω (MPa)	n_2	hs (MPa)	as
140	0,01	3300	1,5

Tableau V.7 : Paramètres utilisés dans l'évolution de X_{rex} (Eq. (V.22) et (V.24))

n			t_{50pct}		
850°C	950°C	1050°C	C'	p	Q_{rex} (kJ/mol)
1,5	2,1	0,5	$4{,}2\times10^{-16}$	0,001	372

Paramètres utilisés pour calculer l'évolution de X_{rex}

Dans la relation JMAK, les paramètres (n, p, Q_{rex}) sont obtenus par l'ajustement des prédictions sur les courbes expérimentales de la fraction volumique de grains recristallisés. Les valeurs de n sont cohérentes avec celle de la littérature [Devadas *et al.*, 1991] (sauf à 1050°C, où n est relativement basse à cause d'une recristallisation métadynamique rapide). La valeur de p obtenue est plus petite que les données de la littérature [Roucoules *et al.*, 1994], montrant une influence faible de la vitesse de pré-déformation sur la cinétique de recristallisation pour le matériau étudié dans les conditions de sollicitation données. Ceci suggère qu'une simple loi thermiquement activée suffirait à décrire le domaine expérimental exploré. La valeur mesurée de Q_{rex} est similaire à celle mesurée sur un acier inoxydable 304 dans le même domaine de température [Taylor et Hodgson, 2011].

Paramètres de la loi d'écoulement

Afin d'identifier les paramètres utilisés dans la loi d'écoulement, on utilise les résultats de fluage en régime stationnaire. Dans ce cas particulier, le terme S dans l'équation (V.16) peut être remplacé par la résistance à l'état stationnaire, S^*. En utilisant les données expérimentales du matériau recristallisé en régime stationnaire, on identifie l'ensemble des paramètres de la loi d'écoulement (l'équation (V.16)) et ceux de l'équation de S^* (équation (V.19)) : six paramètres au total ($\dot{\tilde{\varepsilon}}_0$, ζ , n_1, Q_{vp}, ω, n_2).

La Figure V.11 présente l'ensemble des résultats expérimentaux et la prédiction du fluage à l'état stationnaire. Les symboles correspondent aux données expérimentales, qui ont été présentées dans le chapitre IV. (Figure IV.22). Parmi ces données, celles entourées de cercles sont considérées comme correspondant à l'état stationnaire. Les trois points sous une charge d'une centaine de MPa, situés à la droite de la Figure V.11, correspondent à l'état stationnaire lors de la pré-déformation à la vitesse de déformation considérée. Pourtant, en réalité, le matériau n'atteint pas tout à fait l'état stationnaire pendant la pré-déformation parce que la pré-déformation est interrompue à 30%. Les trois points sont donc obtenus par extrapolation des courbes de pré-déformation (courbes pointillées sur la Figure V.14). Les autres données entourées de cercles sont associées au stade stationnaire du fluage du matériau recristallisé. Pour 1050 et 950°C, les données en régime stationnaire sont relativement bien alignées. Ceci correspond à un comportement de fluage en régime stationnaire dont l'exposant de la loi puissance est d'environ 5. Pour les données obtenues à 850°C, le régime stationnaire n'est pas

assez visible parce que les essais s'arrêtent avant qu'il soit véritablement atteint. Cependant, on peut supposer que les dernières données à 850°C sont proches du régime stationnaire. Comme le montre la Figure V.11, les données expérimentales et les résultats des calculs sont proches dans le domaine étendu de conditions de sollicitation considéré ici. Ceci valide le choix des paramètres utilisés dans les deux équations citées ci-dessus.

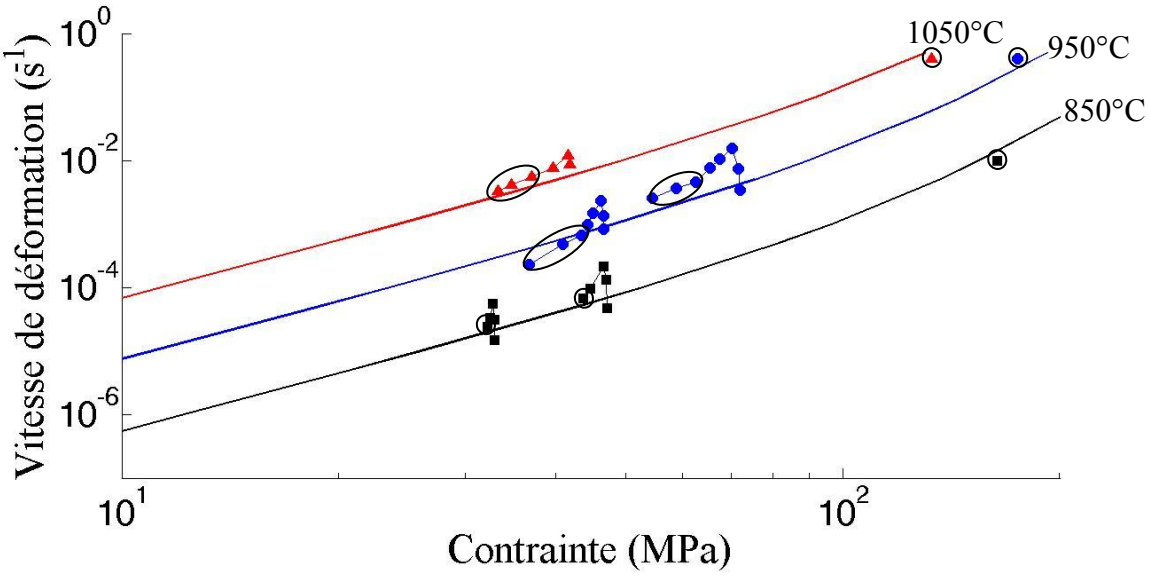


Figure V.11 : Évolution de la vitesse de déformation équivalente en fonction de la contrainte équivalente, les symboles présentent les données expérimentales (ceux entourés de cercles sont considérés comme représentant l'état stationnaire du matériau) et les courbes sont les prédictions obtenues en utilisant les équations (V.16) et (V.19) (correspondant à l'état stationnaire du matériau)

En utilisant l'équation (V.19) avec les paramètres identifiés, on peut tracer l'évolution de S^* en fonction de la vitesse de déformation. La Figure V.12 montre l'évolution de S^* lorsque le matériau est déformé dans le régime stationnaire à une vitesse de déformation constante entre 10^{-7} et 1 s^{-1} et à trois températures. On constate que la relation de S^* vis-à-vis de la température et de la vitesse de déformation peut être physiquement interprétée. Par exemple, pour une vitesse de déformation donnée, S^* augmente lorsque la température décroît parce que la montée et le glissement dévié des dislocations sont relativement difficiles à basse température et, par conséquent, le matériau présente une forte résistance au fluage. Pour une température donnée, S^* augmente avec la vitesse de déformation parce que le nombre de dislocations produites lors d'une déformation viscoplastique donnée, à une vitesse élevée est plus important que celui lié à une vitesse de déformation faible, et ces dislocations empêchent les futurs glissements des dislocations et augmente la résistance à la déformation viscoplastique.

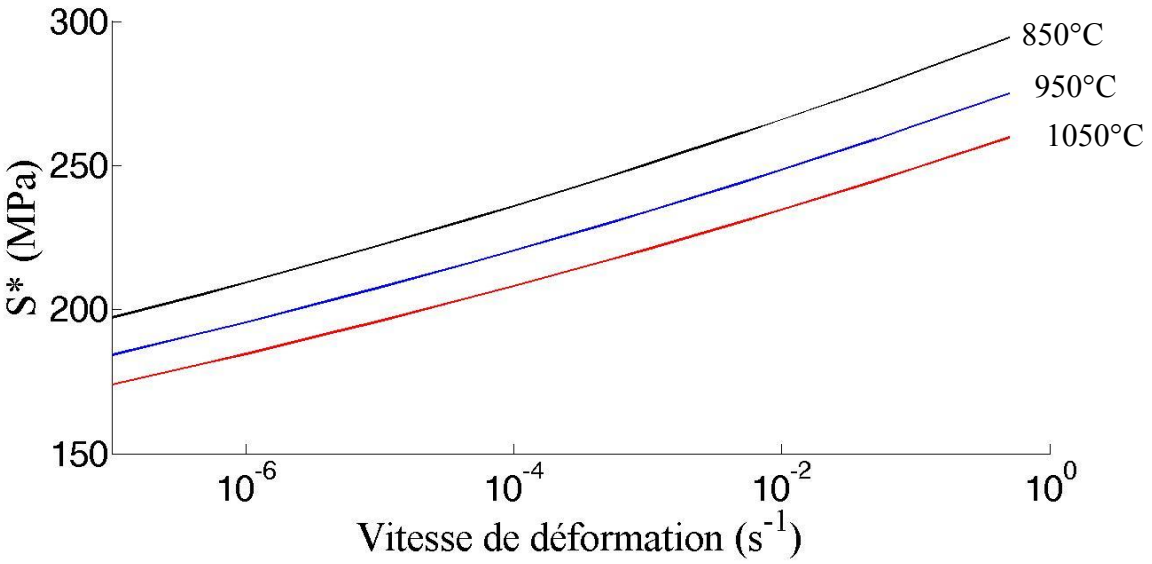


Figure V.12 : Évolution de S^* en fonction de la vitesse de déformation viscoplastique aux trois températures considérées (équation (V.19))

Paramètres de l'équation évolutive de *S*

Deux paramètres (*hs* et *as*), qui sont à identifier dans l'équation (V.21), déterminent l'évolution de *S* sous l'effet de l'écrouissage et de la restauration dynamique. Maintenant que tous les paramètres de loi d'écoulement (Eq. (V.16)) sont identifiés, on peut calculer *S* à une vitesse de déformation donnée ($\dot{\tilde{\varepsilon}}^{vp}$) sous des conditions de sollicitation connues (*T* et $\tilde{\sigma}$ variant dans le temps) par inversion de cette loi d'écoulement. En d'autres termes, on peut avoir l'évolution de *S* en fonction du temps à cause d'un seul effet de l'écrouissage. Cette évolution de *S* obtenue nous permet d'effectuer le travail d'identification des paramètres (*hs* et *as*) par une méthode inverse. Elle consiste à produire l'évolution de *S* à nouveau par l'équation (V.21) en ajustant les paramètres évoqués ci-dessus, visant à se rapprocher de l'évolution de *S* obtenue par inversion de l'équation (V.16). Par ailleurs, la méthode inverse nous permet également de calculer la résistance à la déformation viscoplastique du matériau complètement recristallisé, S_{rex}. Cette dernière est obtenue en utilisant la vitesse de déformation au début de la pré-déformation, où le taux d'écrouissage est zéro (point a sur la Figure V.10). La valeur de S_{unrex} qui correspond à la valeur de *S* à la fin de la pré-déformation (point c sur la Figure V.10) est obtenue en intégrant l'équation évolutive de *S* sur l'étape de pré-déformation.

En utilisant les données expérimentales obtenues dans cette étude, l'ensemble des paramètres utilisés dans la loi d'écoulement et l'équation évolutive de *S* sont obtenus. Leurs valeurs ont respectivement les mêmes ordres de grandeur que celles identifiées dans le travail de Busso [Busso, 1998].

V.2.5. Prédiction de la pré-déformation et du fluage

A présent que tous les paramètres sont identifiés, la loi de comportement à variables internes est utilisée pour reproduire la pré-déformation à chaud suivie par la déformation assistée par la recristallisation. Les conditions de sollicitation des cinq essais présentés dans le Tableau V.3 sont utilisées comme données d'entrée de la simulation. Les paragraphes suivants présentent d'abord l'évolution des variables internes puis les résultats liés à la pré-déformation et au fluage.

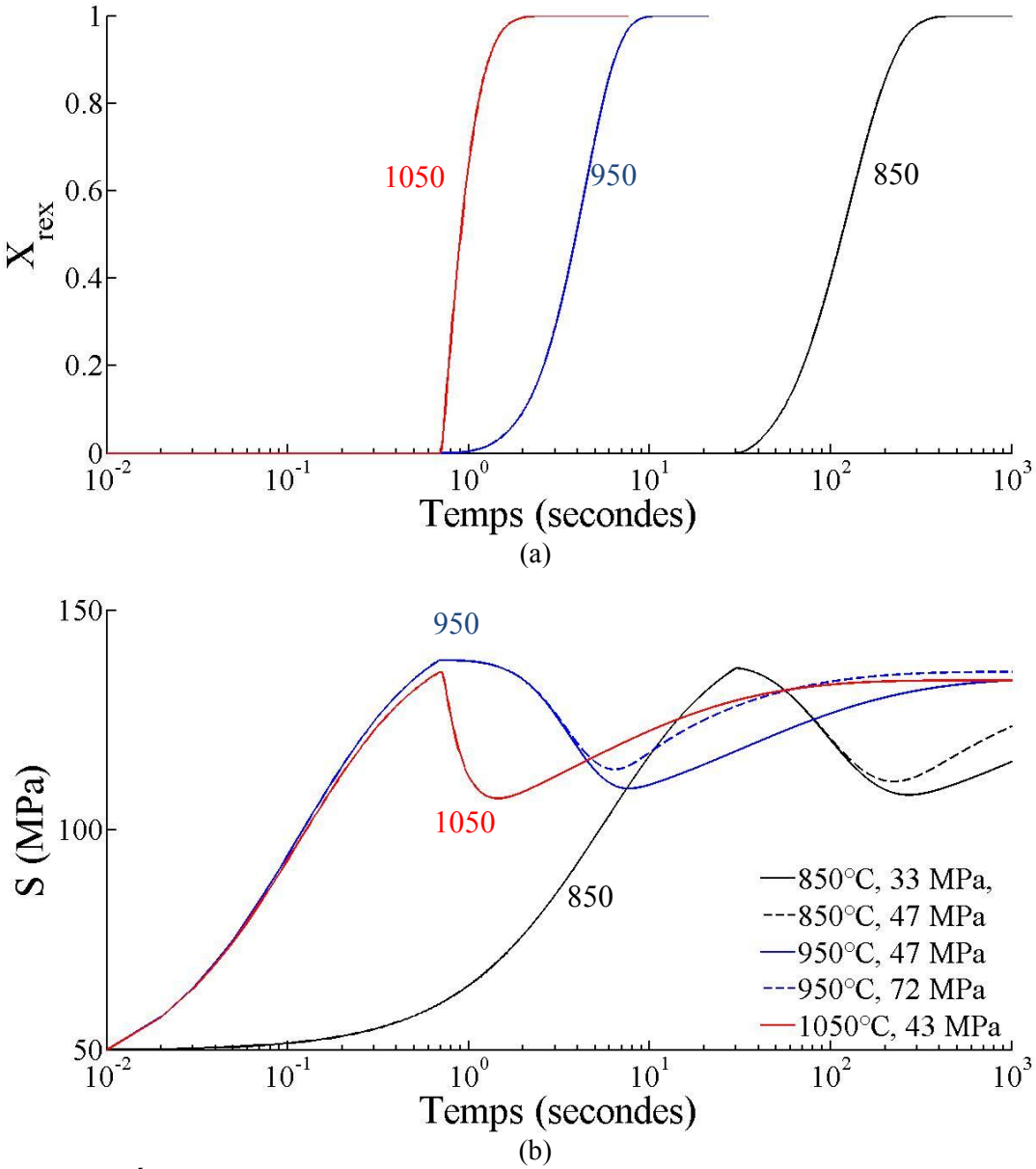


Figure V.13 : Évolution des variables internes, (a) X_{rex} et (b) S, en fonction du temps lorsque les matériaux sont d'abord déformés à chaud puis soumis aux charges constantes aux trois températures

La Figure V.13 montre l'évolution des variables internes X_{rex} et S sur une échelle de temps logarithmique. On ne reviendra pas en détail sur l'évolution de X_{rex} parce qu'il s'agit des

caractéristiques conventionnelles de la relation JMAK, déjà étudiées précédemment. Pour comprendre d'évolution de *S*, on prend les résultats obtenus à 950°C sous 47 et 72 MPa (courbes bleues) comme exemple. Comme les conditions de pré-déformation (*T* et $\dot{\tilde{\varepsilon}}_{prestrain}$) sont identiques dans les deux cas, les courbes sont donc superposées pendant le stade de la pré-déformation. La valeur de *S* augmente jusqu'à la fin de la pré-déformation à cause de l'écrouissage. Après la pré-déformation, les deux matériaux fluent respectivement sous deux charges constantes mais différentes. En même temps, les matériaux recristallisent pendant les six premières secondes après la fin de la pré-déformation. Comme l'effet de la recristallisation domine l'évolution de *S* pendant la recristallisation, *S* décroît nettement au cours de ces six secondes. Pour le cas sous 72 MPa (courbe discontinue), le matériau flue plus rapidement par rapport à celui sous 47 MPa et l'effet de l'écrouissage est donc plus important. Ceci peut expliquer que la valeur de *S* sous 72 MPa soit légèrement plus élevée que celle sous 42 MPa pendant et après la recristallisation. Après la recristallisation, dans les deux cas, *S* augmente de nouveau mais plus lentement parce que la vitesse de fluage est faible par rapport à la vitesse de pré-déformation. Pour les résultats obtenus à 850 et 1050°C, l'évolution de *S* présente les mêmes caractéristiques que celle à 950°C. Les courbes obtenues à 850 et 1050°C sont respectivement retardées et avancées par rapport à ceux à 950°C à cause des conditions de pré-déformation et de température différentes qui gouvernent la cinétique de recristallisation.

La Figure V.14 présente la comparaison entre les contraintes mesurées et calculées en fonction de la déformation pendant le stade de la pré-déformation. On constate un écart en contrainte d'environ 13% à la fin de la pré-déformation à 850°C, 5% à 950°C et 10% à 1050°C. Ces écarts sont dus à un compromis, en termes de capacités prédictives de la loi de comportement, entre le stade de la pré-déformation et celui du fluage. Dans le modèle, une unique équation évolutive de *S* est utilisée pour la description de l'écrouissage dans un domaine étendu de conditions de sollicitation.

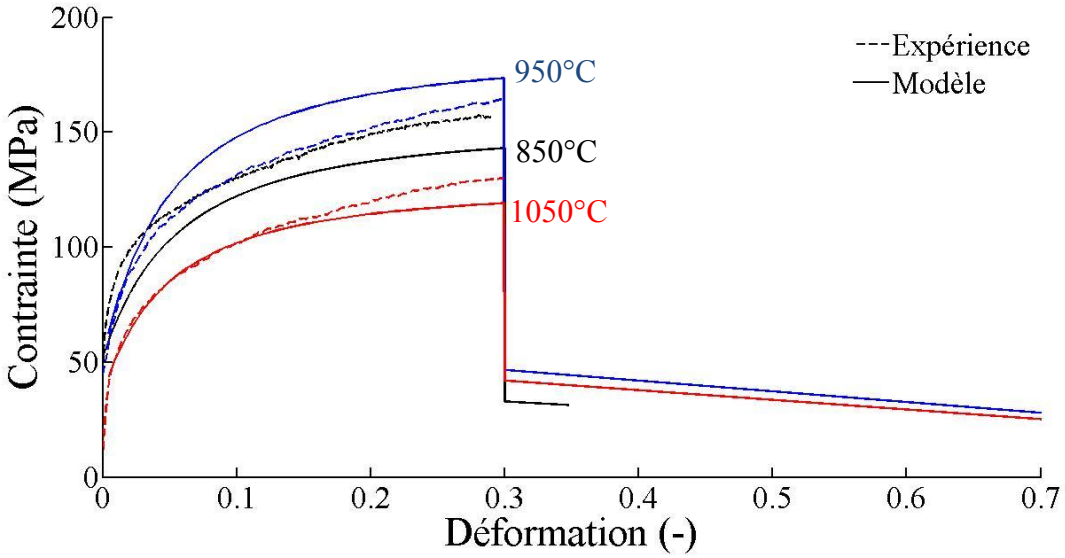


Figure V.14 : Comparaison entre les contraintes équivalentes déterminées expérimentalement et celles prédites par le modèle, en fonction de la déformation sous les trois conditions de pré-déformation (850°C, 0.01 s^{-1} ; 950°C, 0.4 s^{-1} ; 1050°C, 0.4 s^{-1})

La comparaison entre le comportement viscoplastique du matériau mesuré et celui calculé pendant et après la recristallisation sous les conditions explorées est montrée sur la Figure V.15. Les symboles sont extraits des données expérimentales de fluage et les courbes présentent les résultats du modèle. On constate que, pour la partie de fluage, l'augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation et le ralentissement de la vitesse de déformation du matériau juste après la recristallisation sont quantitativement reproduits par la loi de comportement. Pour la partie du fluage en régime stationnaire du matériau recristallisé, les résultats des calculs décrivent correctement les résultats expérimentaux à 950°C sous 72 MPa et à 1050°C, mais surestiment les résultats expérimentaux à 950°C sous 47 MPa et à 850°C. Les paramètres sont actuellement identifiés à l'aide des résultats expérimentaux de seulement cinq essais avec certaines approximations. Afin d'améliorer leur détermination, des essais expérimentaux complémentaires sont donc nécessaires, en particulier des essais de fluage sur matériau recristallisé, en régime stationnaire et à différentes températures.

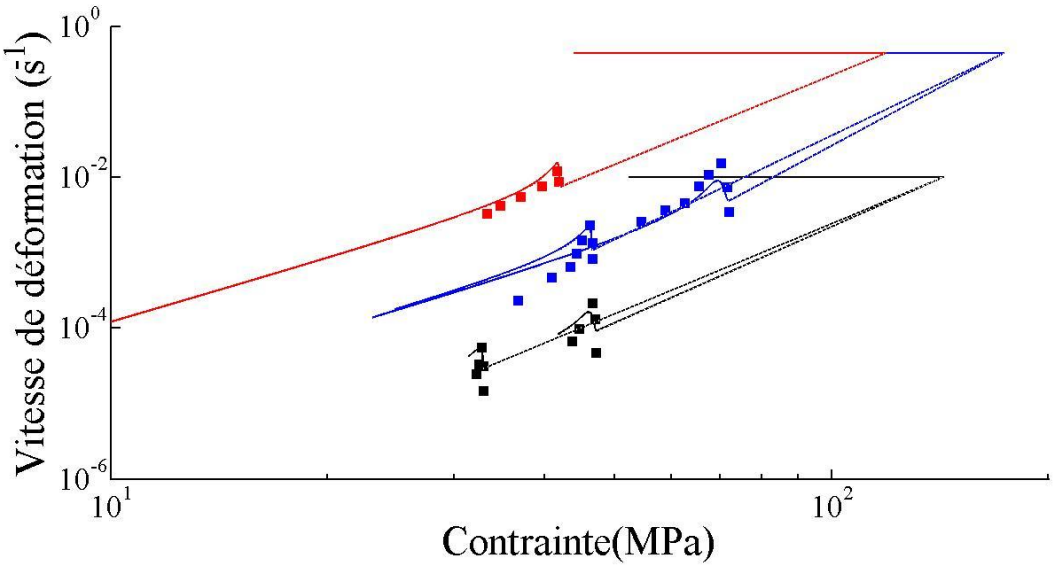
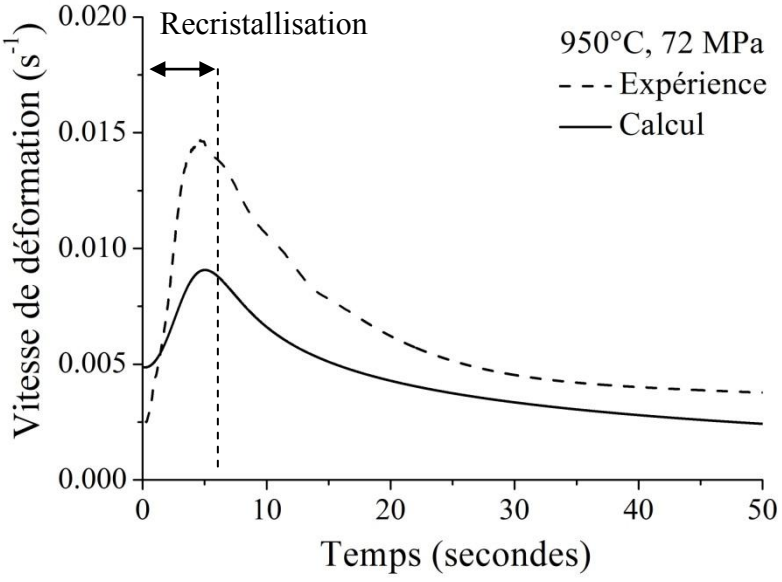
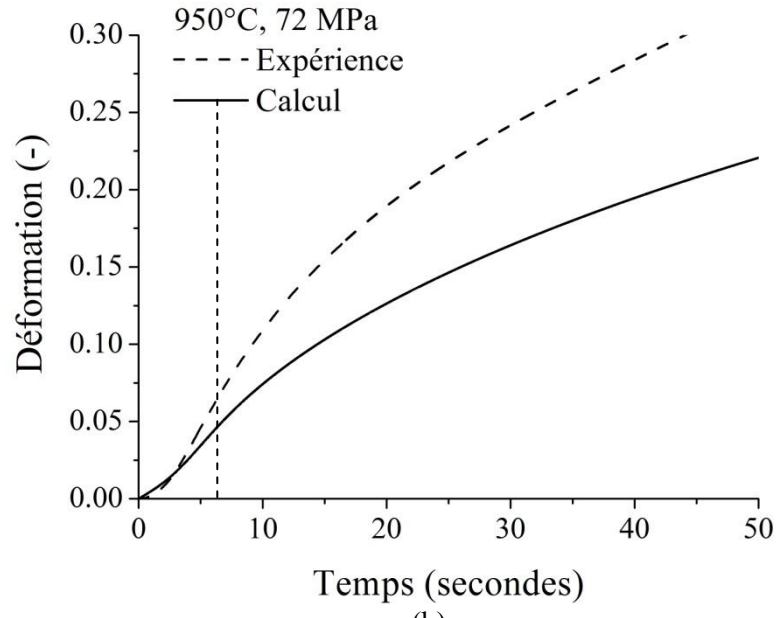


Figure V.15 : Comparaison entre le comportement viscoplastique du matériau déterminé expérimentalement (symboles) et prédit par le modèle (courbes) pendant et après la recristallisation sous les conditions de sollicitation présentées dans le Tableau V.3.

Parmi les résultats présentés sur la Figure V.15, on s'intéresse particulièrement à celui obtenu à 950°C sous 72 MPa où le fluage en régime stationnaire est correctement prédit. Ceci nous permet d'évaluer la prédiction de l'effet RIP en limitant les imprécisions dans l'estimation du fluage à l'état stationnaire. Les Figure V.16 (a) et (b) représentent les résultats de la partie fluage obtenus à 950°C sous 72 MPa où la vitesse de déformation et la déformation sont respectivement décrites en fonction du temps. Rappelons que le matériau recristallise essentiellement dans les six premières secondes à 950°C après la pré-déformation appliquée. On constate sur les Figure V.16 (a) et (b) que les résultats des calculs sous-estiment la vitesse de déformation expérimentale, résultant en un écart en déformation d'environ 25% à la fin de la recristallisation. Après la recristallisation, cet écart en déformation augmente parce que la vitesse de déformation est encore légèrement sous-estimée par la loi de comportement. Il atteint environ 30% lorsque le matériau atteint le régime stationnaire, au bout de 50 secondes. Ceci signifie que cette loi de comportement, basée sur le mécanisme de la déformation viscoplastique en régime de fluage dislocations, rend compte d'environ 70% de l'effet RIP. Ceci est cohérent avec les résultats de la première loi de comportement. Il reste un écart non négligeable, qui peut être lié à l'intervention d'autres mécanismes. Ceci est discuté dans le Sous-chapitre V.3.



(a)



(b)

Figure V.16 : Comparaison entre les valeurs mesurées et calculées (a) de la vitesse de déformation et (b) du niveau de déformation en fonction du temps lors d'une déformation viscoplastique assistée par la recristallisation (les six premières secondes) à 950°C sous 72 MPa, la ligne pointillée verticale représente la fin de la recristallisation

V.2.6. Conclusions

La loi de comportement à variables internes traite la microstructure du matériau comme celle d'un matériau homogène qui évolue selon deux variables internes, sous l'effet de l'écrouissage et de la recristallisation. L'ensemble des données expérimentales de pré-déformation à chaud et de déformation viscoplastique assistée par la recristallisation sont correctement reproduites dans un domaine proche des conditions industrielles. En ce qui concerne le phénomène RIP, cette loi de comportement confirme de nouveau une contribution importante des propriétés mécaniques des grains recristallisés à ce phénomène, qui rend compte d'approximativement 70% de la déformation liée au RIP. L'écart entre les résultats des calculs et les données mesurées est probablement dû à d'autres mécanismes, qui ne sont pas pris en compte dans cette loi de comportement. Afin d'améliorer le modèle, des essais complémentaires sont nécessaires pour enrichir les données expérimentales, tant pour la pré-déformation qu'en fluage stationnaire, sous différentes conditions de sollicitation.

V.3. Discussions et conclusions

V.3.1. Discussion sur les résultats de la modélisation

Deux approches différentes sont développées pour l'interprétation et la confirmation de la cause essentielle du phénomène RIP. A partir des données de déformation viscoplastique et des caractéristiques microstructurales, on considère que ce phénomène est essentiellement associé à la déformation viscoplastique par dislocations couplée avec une variation de la densité de dislocations. Ceci est le point de départ des deux lois de comportement. Dans la loi de comportement phénoménologique, ce point se traduit par le comportement viscoplastique en régime transitoire des grains recristallisés, qui possèdent une densité de dislocations initiale très faible, s'écrouissent progressivement et présentent une vitesse de déformation initiale élevée. Quant à la loi de comportement à variables internes, la variation de la densité de dislocations entraîne une réduction de la valeur de la résistance à la déformation, S (via la cinétique de recristallisation X_{rex}) et par conséquent, provoque une augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation. Comme le même mécanisme est pris en compte par les deux approches, les résultats obtenus sont cohérents les uns avec les autres : la déformation liée au RIP prédite par la première approche rend compte d'environ 70 ~ 80% de la déformation mesurée (pour les cas à 850 et 950°C sous 47 MPa), conformément au résultat obtenu par la deuxième modélisation à 950°C sous 72 MPa.

Par ailleurs, l'ensemble des résultats des calculs sous-estiment toujours les données mesurées et donnent un écart d'environ 20 ~ 30% en déformation sous les conditions explorées. Même si la méthode d'homogénéisation appliquée (loi des mélanges) dans la première approche induit une estimation de borne supérieure de la vitesse de déformation, les données expérimentales sont encore sous-estimées. Ceci suggère que d'autres mécanismes physiques,

qui produisent une part de la déformation (visco) plastique, ne sont pas pris en compte par les deux approches. Deux mécanismes potentiels pouvant contribuer au phénomène RIP sont discutés ci-dessous.

L'effet de la restauration sur le comportement viscoplastique pourrait être une source de l'écart. Comme la restauration fait également diminuer la densité de dislocations par l'annihilation des dislocations, elle doit être capable d'augmenter la vitesse de déformation des grains écrouis de la même manière que la recristallisation. De fait, une légère accélération de la déformation a été observée expérimentalement pendant le temps d'incubation lors d'essais de fluage à 850°C (Figure IV.21). De ce fait, au niveau de la modélisation, on pourrait reformuler certaines équations dans les deux lois de comportement en vue de la prise en compte de cet effet. Pour la première loi de comportement, la vitesse de déformation des grains écrouis ne serait donc pas une constante et sa valeur devrait augmenter avec le temps. Pour la deuxième, la réduction de la valeur de *S* juste après la pré-déformation doit résulter à la fois de la restauration et de la recristallisation. Afin de formuler les équations associées à la restauration, une campagne expérimentale supplémentaire, impliquant des essais de déformation assistée par la restauration (probablement à plus basse température) est nécessaire.

Le mécanisme de la déformation lié à la migration des joints de grains est considéré comme un autre mécanisme potentiel qui pourrai contribuer au phénomène RIP. La migration des joints de grains sous l'effet de la contrainte, connu en anglais comme « stress-induced grain boundary migration » (SIGBM), produirait une déformation de cisaillement de la zone balayée par le joint de grains ; ce phénomène est différent de la déformation viscoplastique par mouvement des dislocations actuellement prise en compte dans notre modélisation. Les détails du phénomène SIGBM ont été présentés dans le Chapitre II. Actuellement, ce mécanisme a été mis en évidence sur les matériaux bicristallins et polycristallins, mais pas en cours de recristallisation parce que la mesure de la déformation locale est très complexe pour un polycristal en cours de recristallisation. Néanmoins, on peut supposer que le SIGBM contribue à une part de la déformation parce que les deux phénomènes impliquent les mêmes termes : une charge appliquée et la migration des joints de grains. De notre étude, on peut approximativement estimer que le mécanisme SIGBM contribue tout au plus à 30% de la déformation mesurée pendant la recristallisation, dans les conditions étudiées.

V.3.2. Conclusions de travail de modélisation

Ce chapitre avait pour objectif de développer les lois de comportement visant à faciliter la compréhension du phénomène RIP ainsi que à le prédire avec une précision satisfaisante pour l'application industrielle. Deux lois de comportement ont été développées à partir des données expérimentales : une loi de comportement phénoménologique et une loi de comportement à variables internes. A l'aide des résultats des calculs, les mécanismes physiques du phénomène RIP ont été discutés.

Quant aux deux lois de comportement, on retiendra les points suivants :

- La loi de comportement phénoménologique a confirmé, dans un premier temps, que le comportement viscoplastique des grains recristallisés joue un rôle important et entraîne une part de l'accélération de la déformation viscoplastique pendant la recristallisation. Elle présente une approche simple et facile à mettre en œuvre au niveau de l'application industrielle, comme post-traitement après le calcul de la déformation dans l'emprise. L'inconvénient principal de cette loi de comportement provient le fait que les paramètres de la loi d'écoulement ne dépendent pas explicitement des conditions de pré-déformation ; des essais supplémentaires sont nécessaires afin d'identifier les paramètres pertinents dans les conditions de laminage à chaud ;

- La loi de comportement à variables internes présente une approche plus physique, qui prend en compte des variables internes représentatives des caractéristiques microstructurales du matériau. Elle est capable de prédire l'ensemble du comportement viscoplastique du matériau lors d'essais thermomécaniques complexes sous des conditions de sollicitations plus vastes. C'est pour cette raison qu'elle présente ici un grand potentiel pour l'application industrielle car elle pourrait à terme être appliquée à l'ensemble du procédé de laminage à chaud (dans l'emprise et en intercage).

Quant aux mécanismes du phénomène RIP, on retiendra les points suivants :

- Une contribution importante du comportement viscoplastique des grains recristallisés au phénomène RIP est confirmée à l'aide des deux approches. Elle représente approximativement 70% de la déformation mesurée lorsque le matériau flue sous une faible contrainte à haute température pendant la recristallisation ;

- D'autres mécanismes, comme l'effet de la restauration sur le comportement viscoplastique et la migration des joints de grains sous charge, peuvent également entraîner une part de la déformation.

Chapitre VI : Conclusions et perspectives

VI.1. Conclusions

Dans certains procédés de mise en forme des métaux, tels que le laminage à chaud, la déformation viscoplastique sous faible contrainte est assistée par la recristallisation, induisant une modification géométrique du produit. Cette dernière est sous-estimée par les lois de fluage conventionnelles et entraîne un surcoût considérable. Peu de données expérimentales liées à ce phénomène sont disponibles dans la littérature, et les mécanismes ne sont pas clairs. C'est dans ce contexte que cette thèse a été lancée, visant à étudier expérimentalement ce phénomène ainsi qu'à développer les modèles basés sur les mécanismes physiques identifiés, en vue d'une application industrielle.

Dans cette étude, le phénomène RIP a été expérimentalement mis en évidence lors d'essais de fluage dans un large domaine de conditions de sollicitation, sur des alliages Fe-Ni, accompagnés par l'étude de la cinétique de recristallisation et des caractérisations microstructurales. Les résultats expérimentaux indiquent que, sous les conditions industrielles, l'accélération de la déformation est majoritairement due au comportement viscoplastique des grains recristallisés, qui possèdent initialement une faible densité de dislocations. Ceci nous a amené à développer deux lois de comportement pour quantifier la contribution du comportement des grains recristallisés ainsi que prédire l'étendue du phénomène RIP dans un grand domaine de conditions de sollicitation.

VI.1.1. Interprétation du phénomène RIP

Quant aux mécanismes du phénomène RIP, les résultats expérimentaux montrent une contribution essentielle du comportement des grains recristallisés à la déformation totale lorsque les matériaux fluent sous une faible contrainte, à haute température (850 à 1050°C) pendant la recristallisation. Dans les conditions explorées, la déformation viscoplastique du matériau est dominée par le glissement et la montée des dislocations. La recristallisation fait apparaître de nouveaux grains, avec une densité de dislocations initiale très faible. Ces grains présentent un régime transitoire de comportement viscoplastique, avec une vitesse de déformation supérieure à celle du matériau en régime stationnaire sous la même sollicitation. Lorsque la fraction volumique des grains recristallisés augmente, leur contribution à la déformation totale devient importante jusqu'à la fin de la recristallisation. Ceci augmente la vitesse de déformation du matériau pendant la recristallisation. Après la recristallisation, la vitesse de déformation du matériau diminue, lorsque le matériau s'approche de l'état stationnaire, et se stabilise à une valeur constante. Les résultats de modélisation ont quantitativement confirmé que cette contribution du comportement des grains recristallisés rend compte d'environ 70 et 80% de la déformation mesurée pour les essais à 950°C. L'écart entre les résultats expérimentaux et la prédiction du modèle peut être lié à plusieurs faits. L'un d'entre eux est la restauration, qui pourrait peut-être induire une part de l'accélération de la déformation, comme elle fait également diminuer la densité de dislocations.

Quant aux températures les plus basses (630 - 650℃), le comportement viscoplastique des grains recristallisés ne peut pas expliquer le phénomène RIP car le matériau recristallisé ne présente aucun régime transitoire de comportement viscoplastique. Sa vitesse de déformation est en toutes circonstances inférieure à celle du matériau en cours de recristallisation, sous une sollicitation donnée. Un autre mécanisme doit entrer en jeu, qui n'est pas un régime de Coble du fait de l'isolement des petits grains, à tout instant, dans la microstructure en cours de recristallisation. C'est pour cette raison que l'on pense à un mécanisme de déformation lié à la migration des joints de grains elle-même. La déformation induite par la migration des joints de grains pendant la recristallisation sous charge pourrait ainsi être une cause importante du phénomène RIP aux températures les plus basses, et une source de l'écart aux températures les plus hautes du domaine exploré.

VI.1.2. Comportement viscoplastique du matériau pendant la recristallisation

La déformation viscoplastique assistée par la recristallisation dépend des conditions de la pré-déformation (via la cinétique de recristallisation) et aussi de celles appliquées pendant la recristallisation. Le comportement peut s'exprimer par une vitesse de déformation élevée mais constante aux températures basses et par une augmentation de la vitesse de déformation aux températures hautes. L'ordre de grandeur de la vitesse de déformation maximum liée au RIP est supérieur de 3 à 10 fois celui du matériau recristallisé dans son régime de fluage stationnaire.

Pour des niveaux d'écrouissage initial limités (environ 30%), le phénomène RIP ne semble pas montrer d'anisotropie marquée, du moins entre la direction de laminage et la direction travers long.

VI.1.3. Conditions susceptibles de faire intervenir le phénomène RIP aux hautes températures

A partir des données de la littérature et des résultats de cette étude, les conditions susceptibles de déclencher le phénomène RIP aux hautes températures, qui sont le domaine privilégié d'application des lois de comportement développées, sont synthétisées ci-après,

- la recristallisation est le mécanisme principal d'adoucissement du matériau. Ceci signifie que le phénomène RIP ne peut avoir lieu, pour les aciers dans le domaine austénitique, que sur des matériaux qui possèdent une énergie de défaut d'empilement faible ou moyenne (donc qui restaurent relativement peu) avec une teneur en niobium très limitée (donc qui recristallisent suffisamment vite et de manière homogène)

- les conditions de sollicitation : la température est comprise entre 0,47 et 0,87 fois la température de fusion et la mise en charge est dans le régime élastique

- la recristallisation se produit d'une manière discontinue (à notre connaissance, le phénomène RIP n'a pas été rapporté à ce jour accompagné par la recristallisation continue)

- la déformation viscoplastique du matériau recristallisé, dans les mêmes conditions, est dominée par le glissement et la montée de dislocations.

VI.2. Perspectives

VI.2.1. Comportement viscoplastique pendant la recristallisation

Comme la restauration précède la recristallisation, l'effet de la restauration sur le comportement viscoplastique est inévitable dans le phénomène RIP. Une étude sur cet effet est donc nécessaire afin d'améliorer la prédiction du comportement viscoplastique assisté par l'ensemble de la restauration et de la recristallisation. Pour cela, on pourrait réaliser des essais de fluage sur des aciers ferritiques, qui restaurent largement avant de recristalliser, ou sur des alliages à plus forte énergie de défaut d'empilement (par exemple, acier inoxydable 316).

La déformation induite par la migration des joints de grains est un mécanisme de déformation plastique nouvellement considéré dans la littérature, pour le problème qui nous intéresse. A notre connaissance, ce mécanisme a été observé sous une charge appliquée et aussi sous la force motrice liée à la courbure des joints de grains, mais pas encore observé sous une force motrice liée à la densité de dislocations (autrement dit, ce mécanisme n'a pas été mentionné dans le phénomène RIP). Dans la littérature, aucun modèle à base physique n'est disponible au sujet du RIP. De ce fait, une étude à une échelle plus fine (même ordre de grandeur que la taille de grain) est nécessaire pour la mise en évidence de ce phénomène et formuler les premières hypothèses, décrivant la déformation induite par la migration des joints de grains pendant la recristallisation.

VI.2.2. Modélisation

Les deux lois de comportement développées dans cette étude sont basées sur la déformation viscoplastique par mouvement des dislocations, où la densité de dislocations varie pendant et après la recristallisation. Le perspective de cette modélisation consiste (i) à optimiser la performance des lois de comportement actuelles et (ii) à introduire les nouveaux mécanismes physiques.

Quant à l'optimisation des lois de comportement, pour la loi de comportement phénoménologique, un travail supplémentaire de formulation est nécessaire afin de décrire les paramètres qui apparaissent dans la loi d'écoulement des grains recristallisés. Pour cela, des essais complémentaires sous différentes conditions de sollicitation devraient être lancés pour acquérir suffisamment de données expérimentales. Pour la loi de comportement à variables internes, comme les paramètres actuels sont obtenus sur la base de seulement cinq essais

expérimentaux, ils restent à optimiser en utilisant les résultats d'essais supplémentaires, permettant une caractérisation plus poussée de la pré-déformation ainsi que du fluage en régime stationnaire.

En ce qui concerne la prise en compte de nouveaux mécanismes, l'effet de la restauration et la migration des joints de grains sont les premiers phénomènes envisagés. En termes de restauration, on doit prendre en compte l'effet de la restauration sur le comportement viscoplastique des grains écrouis dans la loi de comportement phénoménologique, et sur la résistance du matériau à la déformation viscoplastique (S) pour la loi de comportement à variables internes. La déformation induite par la migration des joints de grains est un sujet complexe car il s'agit d'un mécanisme à l'échelle très fine, et aucun modèle n'est disponible pour l'application dans le phénomène RIP. Pourtant, on peut formuler une relation empirique décrivant l'ordre de grandeur de la vitesse de déformation liée à ce mécanisme en fonction des conditions de sollicitation et des paramètres intrinsèques du matériau. Pour cela, il faut une compagne expérimentale sous charge constante, aux températures relativement basses pour lesquelles la contribution du comportement viscoplastique des grains recristallisés est limitée. Dès que la relation est établie, l'extrapolation de cette relation dans le domaine des températures plus hautes, si elle apparaît pertinente, permettra au premier ordre d'estimer sa contribution à la déformation totale dans des conditions plus proches de l'application industrielle.

VI.2.3. Application industrielle

Les résultats expérimentaux obtenus dans cette étude ont montré que le phénomène RIP entraîne une déformation viscoplastique de l'ordre d'environ 1,5% (à 1050°C sous 50 MPa), équivalant à une réduction d'une dizaine de millimètres de la largeur des tôles, en l'espace de cinq secondes (temps typique dans l'intercage F1-F2). Ceci confirme la nécessité de la prise en compte du phénomène RIP dans le procédé de laminage à chaud. Deux modèles différents sont proposés pour la prédiction de la déformation viscoplastique en intercage. Le modèle phénoménologique propose une approche simple à appliquer sur l'ensemble des aciers. Le modèle à variables internes présente un intérêt évident pour la prédiction de l'ensemble de la déformation dans l'emprise et en intercage.

De plus, le phénomène RIP dépend essentiellement de la cinétique de recristallisation, qui est déterminée par les conditions de la déformation dans l'emprise et aussi par les propriétés rhéologiques du matériau. De ce fait, afin de prédire la variation géométrique du produit liée au RIP, les lois de comportement développées devraient, à terme, être implémentées dans la simulation numérique du laminage et couplées avec les modèles existants de cinétique de recristallisation, déjà utilisés pour une grande variété d'aciers.

Annexe A. Conditions expérimentales de l'étude du RIP sur les matériaux écrouis à froid

A. 1. Dilatomètre

Un dilatomètre fabriqué au Centre des Matériaux de l'école des Mines ParisTech est utilisé pour les traitements thermiques. Cette machine permet de chauffer et refroidir une éprouvette de manière contrôlée, et en même temps de mesurer sa variation de longueur. L'éprouvette est reliée à un LVDT (capteur de déplacement) par une tige de quartz. On enregistre les variations de la longueur et de la température en fonction du temps.

L'éprouvette est un petit cylindre plein et pointu de 10 mm de long, dont les pointes sont tronquées, et de diamètre 2 mm. Un thermocouple est soudé à mi-longueur de l'éprouvette et relié à la régulation du four. On utilise des thermocouples chromel-alumel (type K). Le chauffage est réalisé par un four à radiation piloté grâce à la mesure de température relevée sur ce thermocouple. Une trempe à l'argon est effectuée à la fin du palier à haute température.

A. 2. Machine de fluage

La Figure A.1 montre la photo du dispositif expérimental d'essais de fluage. L'enceinte à vide, équipée d'un système de pompage (pompe primaire à palettes et pompe secondaire turbomoléculaire) permet d'atteindre un vide secondaire inférieur à 10^{-6} mbar. Le vérin électromécanique, placé à l'extérieur de l'enceinte, sollicite axialement l'éprouvette. Une cellule de charge de capacité maximale 500 N est située à l'intérieur de l'enceinte. Associée à un asservissement à correcteur proportionnel, la cellule permet de piloter le vérin à charge imposée.

Le four à radiations situé à l'intérieur de cette enceinte, permet d'atteindre une température de 1200°C. Le four et la cellule de charge sont refroidis par une circulation d'eau. Le pilotage thermique est assuré par un EuroTherm, la mesure de température est faite par l'intermédiaire d'un thermocouple S platine / platine rhodié soudé par point au milieu de la zone utile de l'éprouvette (Figure A.3). Le gradient de température, au niveau de la zone utile, a été détecté comme inférieur à 5°C par un deuxième thermocouple à une vitesse de chauffage de 200°C/min [Fréchinet, 2001, Kaddour, 2004].

Un extensomètre laser, dont l'émetteur et le récepteur sont situés de part et d'autre de l'enceinte au niveau de hublots filtrants (Figure A.4), mesure sans contact la distance entre les têtes de l'éprouvette. La résolution de la mesure de l'allongement est de l'ordre de 1 µm.

Lorsqu'une force est appliquée à haute température, la zone des congés, incluse dans la zone de mesure de l'extensomètre, est sous une contrainte plus faible par rapport à la zone utile. Du fait de la forte dépendance de la vitesse de déformation envers la contrainte appliquée, il en résulte que la variation de la longueur des zones des congés est négligeable. Ceci a été vérifié dans cette étude par un calcul par la méthode des éléments finis.

Un suivi de résistance de l'éprouvette est également mis en œuvre par un système quatre points, composé de deux amenées de courant continu d'intensité (0.5 A) et de deux fils de prise de potentiel en platine rhodié. Ces prises de potentiel sont soudées par point de part et d'autre de la zone utile (Figure A.3). Cette mesure de différence de potentiel permet à la fois de suivre in-situ les transformations de phases de certains alliages, mais aussi la déformation de la partie utile de l'éprouvette.

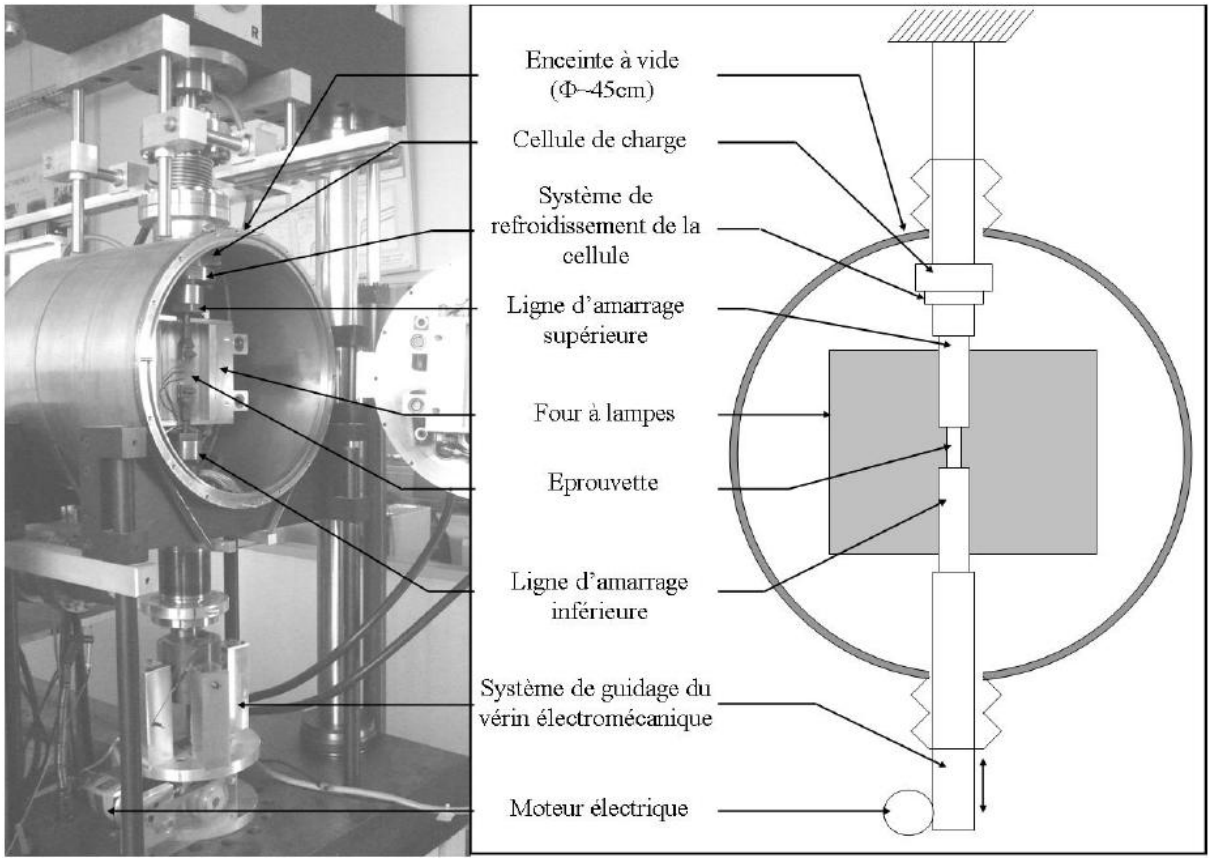


Figure A.1 : Dispositif expérimental de fluage axial à haute température sous vide secondaire (source : [Trego, 2011])

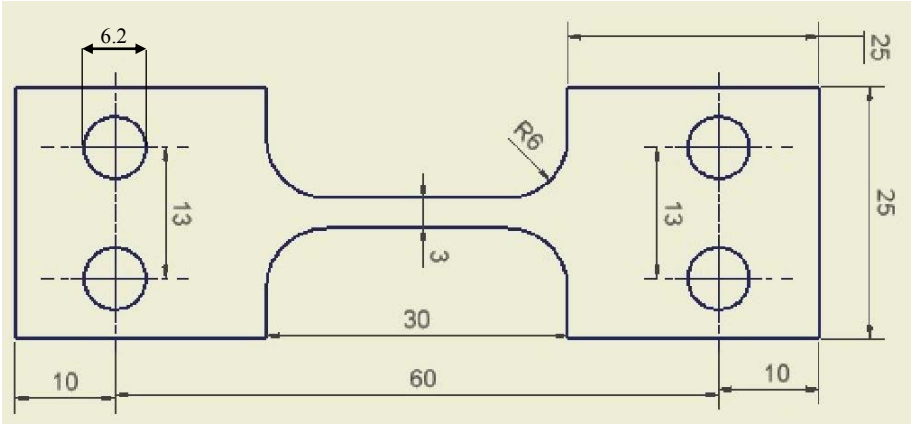


Figure A.2 : Géométrie des éprouvettes de fluage (pleine épaisseur des tôles)

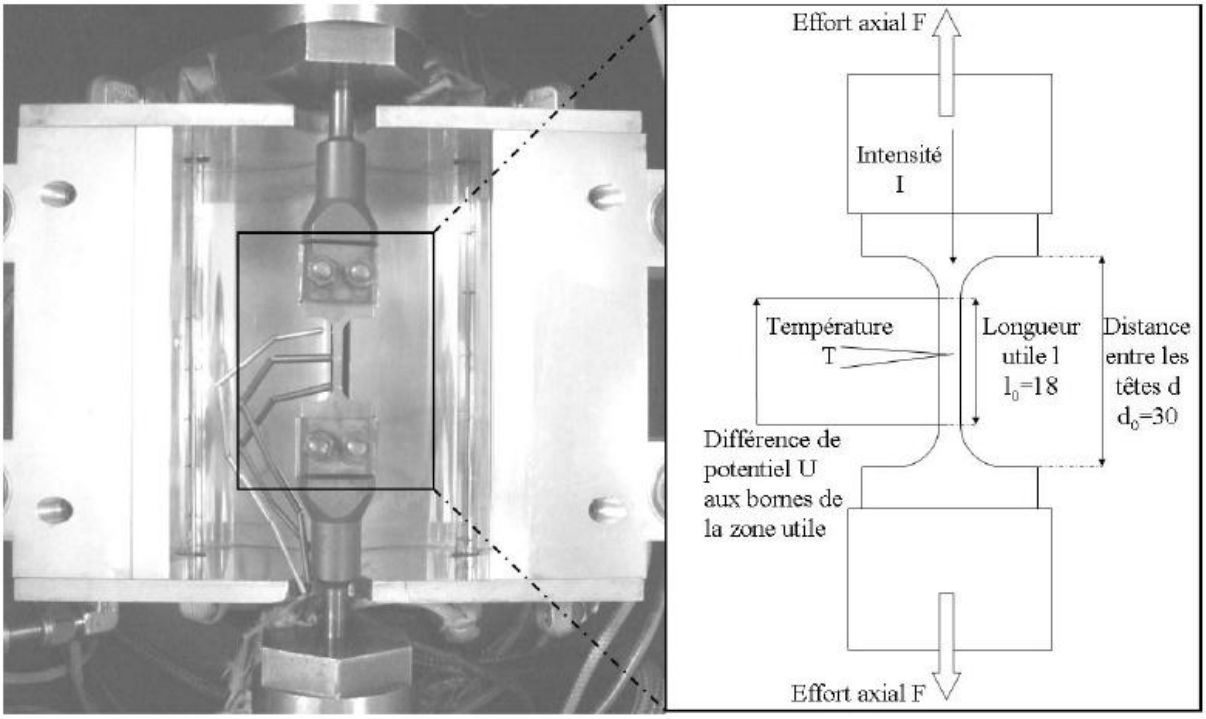


Figure A.3 : Montage expérimental de l'éprouvette de fluage (source : [Trego, 2011])

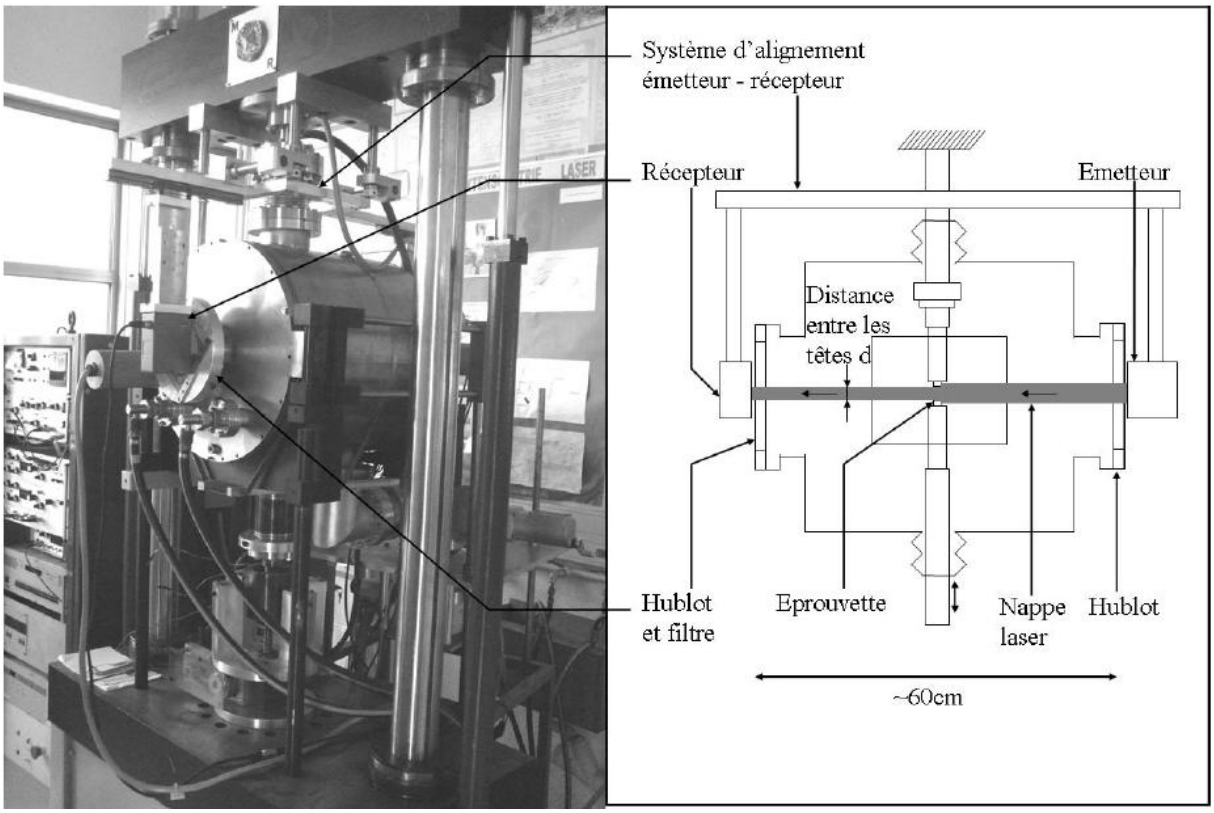


Figure A.4 : Positionnement de l'extensomètre laser de part et d'autre de la machine de fluage (source : [Trego, 2011])

A. 3. **Mesure de la résistivité du matériau pendant la recristallisation**

L'objectif de cette mesure était de suivre, si possible, la cinétique de recristallisation *in situ* au cours des essais de fluage. Un matériau écroui de 30% est chauffé sans charge à 1°C/min de la température ambiante à 700°C suivi par un refroidissement à 1°C/min. Ce matériau est supposé recristalliser pendant le stade de chauffage parce qu'il y a 50 minutes où la température est supérieure à 650°C. Ce temps est considéré comme assez long pour avoir une recristallisation complète pendant le chauffage selon les résultats de cette étude (Figure IV.2). De plus, comme la vitesse de chauffage est très lente, on pourrait avoir une restauration qui précède la recristallisation. De ce fait, on a espéré également suivre la restauration par résistivité.

La tension U mesurée dépend de la résistance de la zone utile, donc de la résistivité de l'éprouvette entre les prises de potentiel, mais aussi des déformations de la zone utile :

$$U = \frac{\rho_e l}{D} I = \frac{\rho_e l^2}{V} I \qquad \text{(A.1)}$$

où :

(c) ρ_e est la résistivité du matériau

(d) l est la distance entre les prises de potentiel

(e) D, la section de l'éprouvette

(f) *V* le volume de matière compris entre les prises de potentiel (on le suppose constant en négligeant la dilatation thermique car le coefficient de dilatation thermique de l'alliage Fe41%Ni est très faible)
(g) *I* est l'intensité du courant continu (imposée à 0,5 A)

Pour le cas sans charge, la variation de la longueur *l* est négligeable. A partir de l'équation ci-dessus, on a obtenu la résistivité du matériau en fonction de la température (Figure A.5). On remarque que la valeur de résistivité évolue en fonction de la température et que les deux courbes associées respectivement au chauffage et au refroidissement sont superposées. Ceci signifie que l'effet de la recristallisation et éventuellement de la restauration sur la résistivité est négligeable sur ce matériau sous les conditions explorées. De ce fait, la mesure de la résistivité n'est pas utilisée comme méthode du suivi *in situ* de recristallisation au cours des essais RIP.

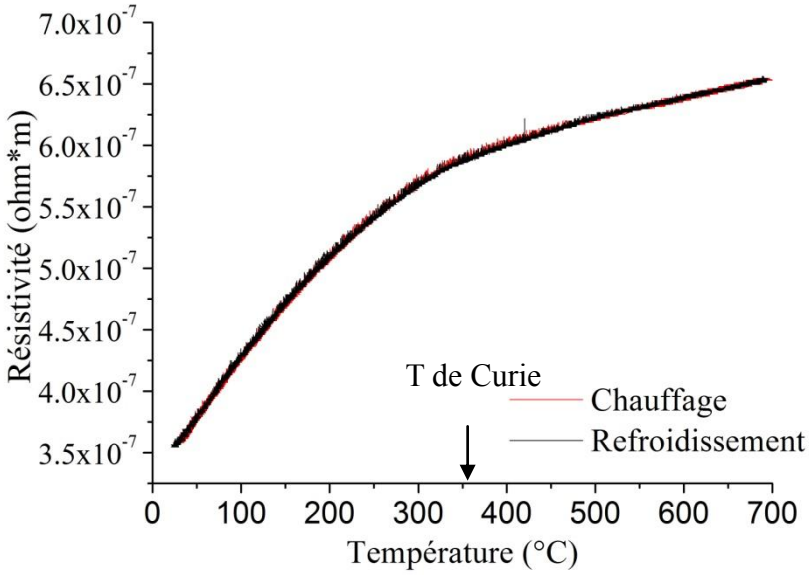


Figure A.5 : Résistivité du matériau obtenue en fonction de la température pendant le chauffage et le refroidissement à 1°C/min sur un matériau (Fe41%Ni) écroui de 30% au préalable

A. 4. **Mesure du coefficient de dilatation thermique**

Afin de valider le système d'extensométrie de la machine de fluage sous vide, le coefficient de dilatation thermique de l'éprouvette pendant le chauffage et le refroidissement a été étudié. Le coefficient de dilatation thermique moyen entre la température ambiante et la température étudiée est calculé par l'équation suivante,

$$\alpha = \frac{1}{L_0}\frac{\Delta L}{\Delta T} \tag{A.2}$$

avec :

(h) ΔL est la variation de longueur en mètres (m)
(i) L_0 est longueur initiale (m)
(j) ΔT est la variation de température (en K)

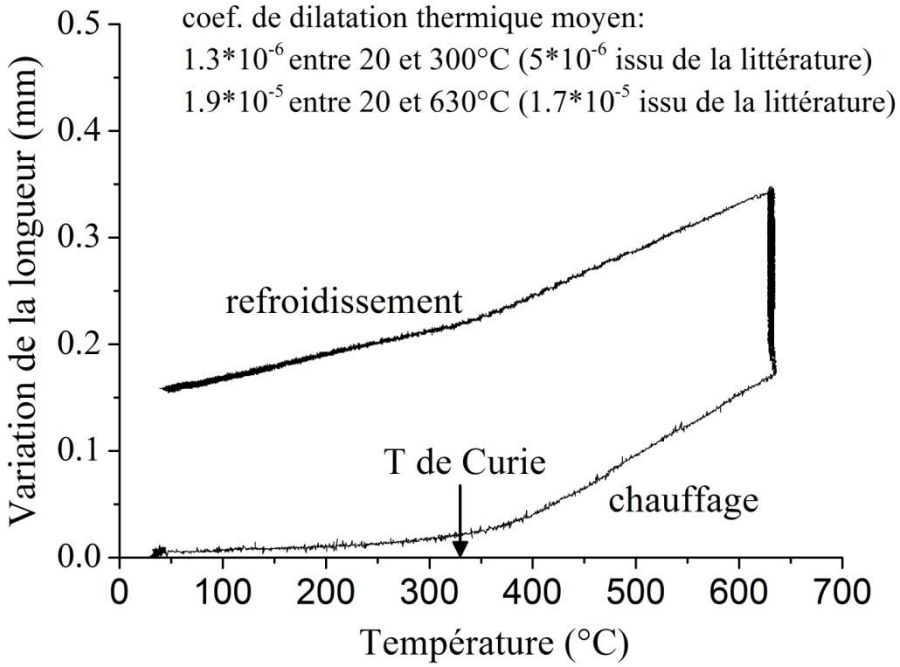


Figure A.6 : Variation de la longueur de la zone utile d'une éprouvette prélevée dans la direction de laminage, maintenue à 630°C sous 47 MPa, sur le matériau (Fe41%Ni) écroui de 30%

La Figure A.6 montre la variation de la longueur de la zone utile pendant les stades de chauffage, de maintien et de refroidissement, lors d'un essai de fluage à 630°C. On peut remarquer, pour les deux stades de chauffage et de refroidissement, un changement de la pente à environ 330°C, qui est bien en accord avec la température de Curie de ce matériau [Béranger *et al.*, 1996]. A partir de ces données, les coefficients de dilatation thermique moyens sont calculés comme indiqué sur la Figure A.6. Les valeurs obtenues sont proches des données issues de la littérature [Josso. E, 1956].

Annexe B. Conditions expérimentales de l'étude du RIP après la pré-déformation à chaud

B. 1. Simulateur thermomécanique

Les essais thermomécaniques ont été réalisés sur une machine Gleeble 1500 D équipée d'un extensomètre de type LVDT (Figure B.1). Les caractéristiques de cette machine d'essais sont les suivantes (source : http://www.gleeble.com) :

- Environnement : vide primaire
- Déplacement des mors maximum : 100 mm
- Force maximum de compression et de traction : 80 kN
- Chauffage par effet Joule (vitesse de chauffage maximum 10°C/s) et trempe à l'eau
- Des mors en l'acier à haute résistance y compris à hautes températures
- La résolution de l'extensomètre (modèle 39018 CCT) est de 0,4 µm et le domaine de mesure est de ±2.5mm

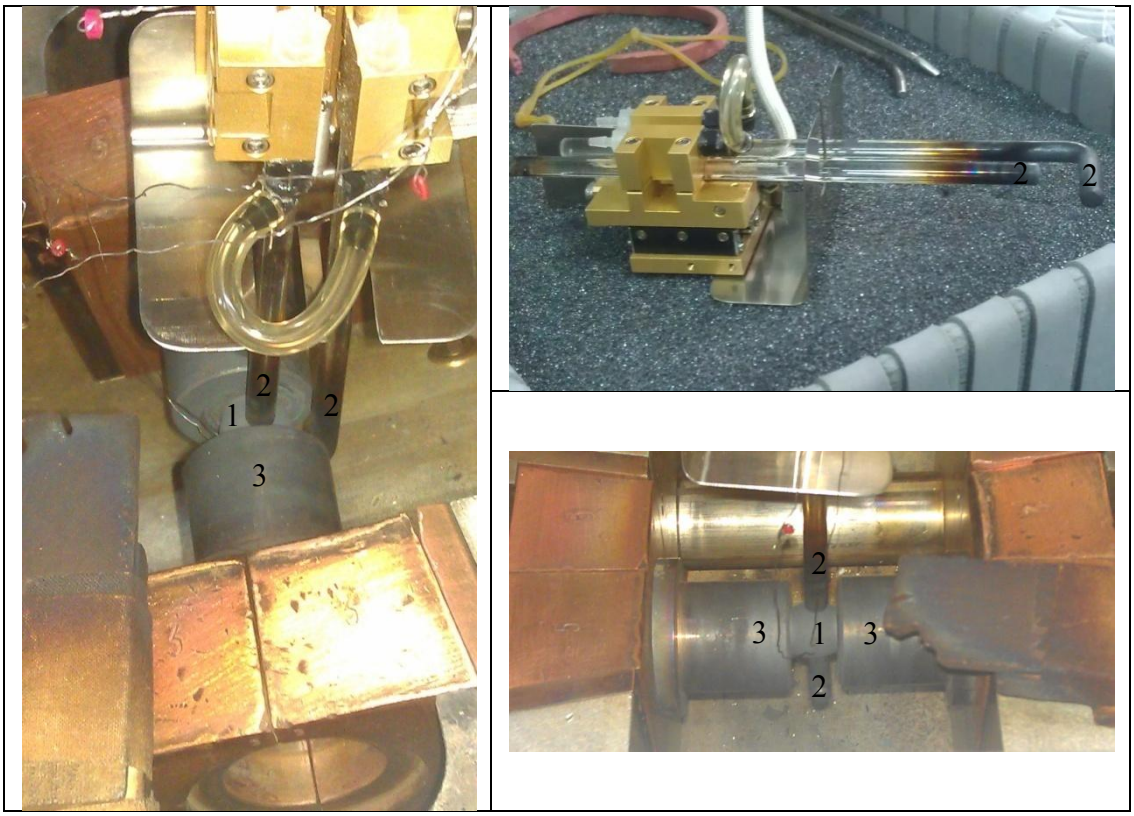


Figure B.1 : Machine Gleeble 1500D équipé d'un extensomètre de type LVDT, (1) une éprouvette cylindrique, (2) les tiges de quartz de l'extensomètre et (3) les mors de compression

B. 2. **Correction des données issues des mesures de la déformation à chaud**

Pour le cas où l'extensomètre ne peut pas être utilisé, la déformation de l'éprouvette est obtenue par la mesure du déplacement des mors. Le principe de la mesure de la déformation par le déplacement des mors est illustré sur la Figure B.2. Une éprouvette cylindrique est maintenue, par légère compression, entre deux gros mors plats et, pour une température donnée (sans dilatation thermique), la déformation de l'éprouvette est obtenue à partir de la mesure de l'ensemble des déplacements des mors et de l'éprouvette, en supposant que la déformation des mors est nulle.

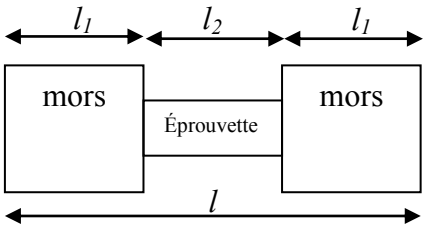


Figure B.2 : Schéma de la mesure de déformation plastique par le déplacement des mors

L'imprécision de la mesure de la déformation provient du fait que la déformation des mors et des lignes d'amarrage n'est pas nulle à cause d'une déformation élastique. De ce fait, le déplacement mesuré est dû à la déformation de l'éprouvette et aussi à la déformation élastique des mors :

$$\Delta l = 2\Delta l_1 + \Delta l_2 \tag{B. 1}$$

avec,

- Δl le déplacement mesuré
- Δl_1 la variation de la longueur d'un mors et de la ligne d'amarrage associée
- Δl_2 la variation de la longueur de l'éprouvette

Pour les mors, la contrainte subie est toujours dans le régime élastique parce que la section des mors est grande et la limite d'élasticité des mors est élevée. Les lignes d'amarrage étant plus froides, leur déformation est également élastique. En conséquence, le déplacement est proportionnel à la force appliquée :

$$\Delta l_1 = kF \tag{B. 2}$$

avec,

- k la rigidité de l'ensemble des lignes et de mors, constante
- F est la force appliquée

Pour l'éprouvette, le déplacement est décrit de la manière suivante :

$$\Delta l_2 = l_2 \varepsilon_2 \tag{B. 3}$$

où,

- l_2 est la longueur initiale de l'éprouvette
- ε_2 est la déformation de l'éprouvette (élastique + plastique)

A partir des équations ci-dessus, on obtient l'expression suivante de la déformation axiale de l'éprouvette :

$$\varepsilon_2 = \frac{\Delta l - 2kF}{l_2} \tag{B. 4}$$

Dans cette équation, les valeurs de Δl, F et l_2 sont connues et il ne reste qu'une valeur de k à identifier. Cette dernière peut être approximativement identifiée en utilisant les données en régime élastique et le module d'Young de ce matériau issu de la littérature. Plus précisément, pour une contrainte donnée en régime élastique (de la zone utile de l'éprouvette), on peut directement estimer la valeur de ε_2 en utilisant la valeur de module d'Young. De ce fait, la valeur de k est identifiée puisque toutes les autres valeurs sont connues. Maintenant que toutes les valeurs dans l'équation (B. 4) sont connues, on peut recalculer la déformation de l'éprouvette.

La Figure B.3 montre un exemple de prise en compte de la rigidité des amarrages, lors de la déformation du Fe36%Ni à 950°C et à 0,44 s^{-1}. On peut voir que, pour la courbe avant la correction, la limite d'écoulement et le module d'Young apparents sont très bas car la déformation de l'éprouvette est surestimée du fait de la déformation élastique des amarrages. Après la correction, la courbe corrigée présente des caractéristiques plus proches de celles de la littérature [Nakamura, 1991].

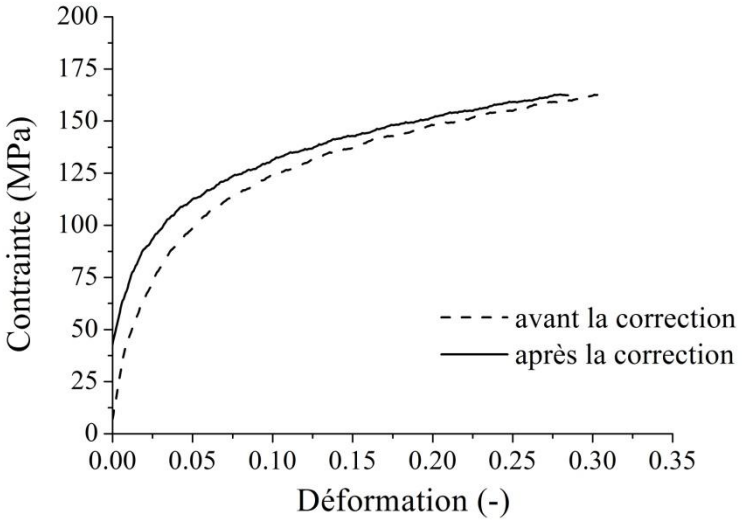


Figure B.3 : Évolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale (en valeurs absolues) lors de la déformation du Fe36%Ni à 950°C et à 0,44 s^{-1}

B. 3. **Mesure de la couche d'oxydes**

Afin d'évaluer l'effet de l'oxydation sur la mesure de la déformation viscoplastique, les sections à mi- diamètre des éprouvettes ont été examinées en vue de mesurer l'épaisseur de la couche d'oxyde. Avant coupe, un nickelage électrolytique est appliqué pour protéger la couche d'oxydes lors de la préparation métallographique. La Figure B.5 montre un cliché de l'éprouvette déformée à 1050°C pendant 15 minutes sous vide primaire.

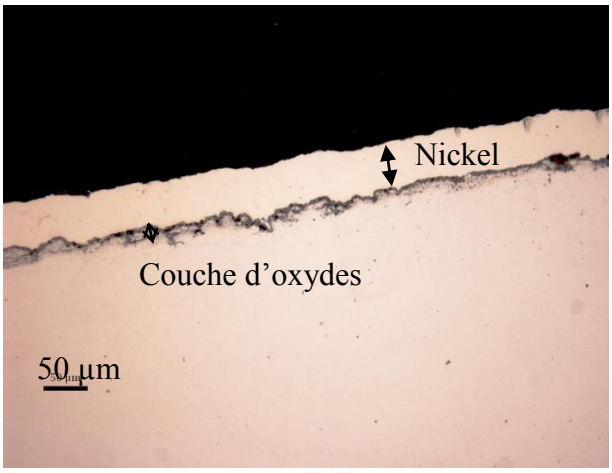


Figure B.4 : Couche d'oxydes de l'éprouvette (Fe36% Ni) déformée à 1050°C pendant 15 minutes sous vide primaire

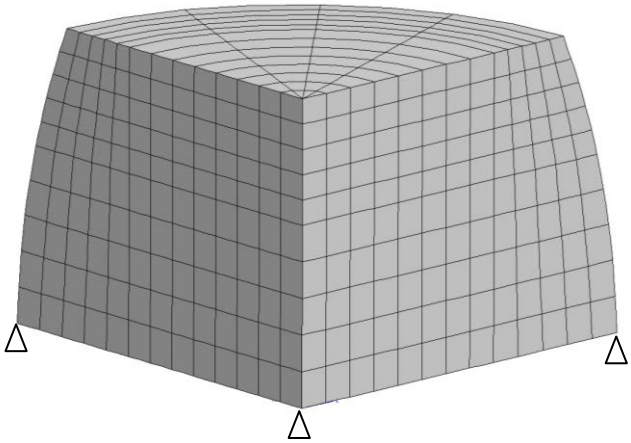
La couche d'oxydes est facilement observée sur la figure ci-dessus, une valeur approximative de l'épaisseur peut être estimée à 25 µm. Si on suppose que l'oxydation a lieu à l'extérieur de la surface et donc augmente le diamètre de l'éprouvette, il y a un changement du diamètre de 50 µm au total à cause de l'oxydation. Ceci correspond à une estimation de borne supérieure. Ce changement est équivalent à une déformation d'environ 5×10^{-3} pour une éprouvette avec un diamètre initial de 15 mm. De plus, on suppose également que la cinétique de la recristallisation est linéaire car on n'a pas trouvé de données précises dans la littérature, pour le cas étudié ici. Finalement, une vitesse de déformation liée à l'oxydation est obtenue, $5{,}5\times10^{-6}$ s^{-1} pour une durée de 15 minutes. Rappelons que les vitesses de déformation à 1050°C sous les conditions explorées se trouvent entre 10^{-4} et 10^{-2} s^{-1}, cette estimation de borne supérieure est inférieure de 2 ordres de grandeur à la vitesse de déformation mesurée minimale. Ceci suggère que l'on peut négliger l'effet de l'oxydation dans l'analyse des essais.

B. 4. **Effet de la mise en tonneau sur la déformation viscoplastique**

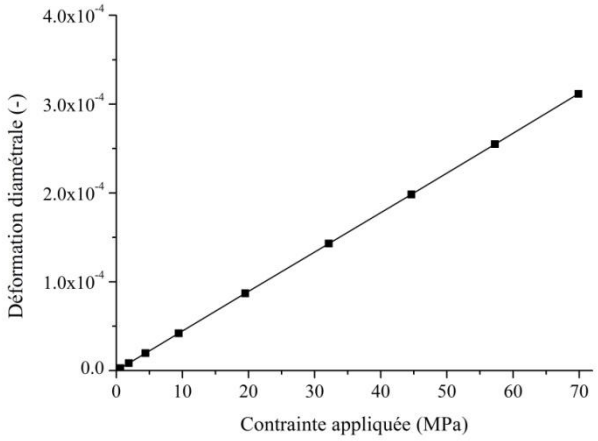
Après la pré-déformation, la mise en tonneau de l'éprouvette est évidente. L'objectif de cette section est d'étudier l'effet de la forme en tonneau sur la déformation viscoplastique lors de l'étape de fluage suivante. Pour cela, une mise en charge en compression a été modélisée par éléments finis (sous Zébulon [Besson et Foerch, 1997]) sur une éprouvette avec une forme issue de la mise en tonneau. Comme on s'intéresse seulement à la distribution de la contrainte,

la mise en charge est simplement dans le domaine élastique. La dimension géométrique de l'éprouvette après la déformation à chaud est prise en compte et des éléments quadratiques en 3D sont utilisés pour le maillage (Figure B.5 (a)).

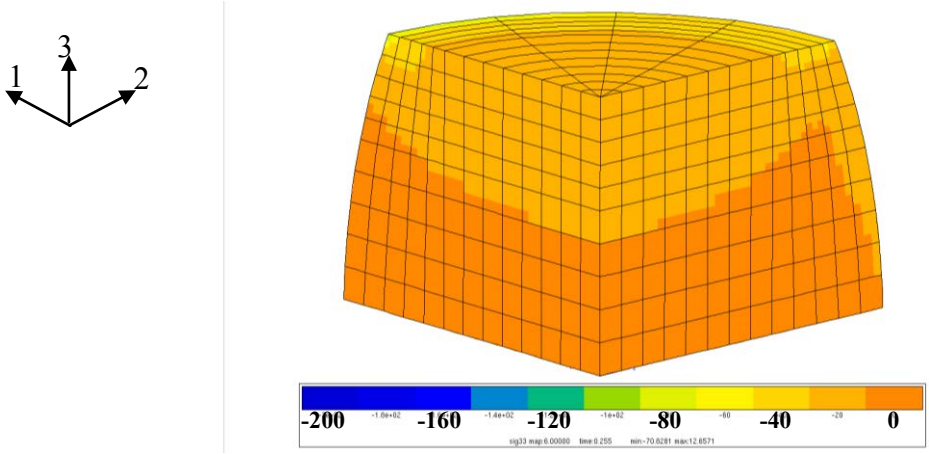
Les conditions de symétrie bloquent le mouvement de la section à mi-longueur dans la direction axiale et le mouvement de l'axe central dans les deux directions transversales. Une loi de comportement élastoviscoplastique a été utilisée (loi d'écoulement de Norton avec un exposant en contrainte de 4 et une contrainte de normalisation de 1000 MPa, potentiel viscoplastique calculé avec un équivalent de von Mises, seuil à 1 MPa). Le module d'Young est de 210 GPa et le coefficient de Poisson est de 0,3. Une force est appliquée sur la surface supérieure dans la direction longitudinale et tous les nœuds dans cette surface sont forcés à posséder une même vitesse de déplacement dans la direction axiale. Aucun frottement sur les mors n'est pris en compte dans la surface supérieure parce que le frottement pendant le fluage est assez limité à cause d'une feuille de graphite lubrifiante, qui est placée entre l'éprouvette et chaque mors de compression.



(a) Maillage



(b) Déformation diamétrale en fonction de la valeur absolue de la contrainte nominale appliquée



(c) Distribution de σ_{22} (échelle)

Figure B.5 : Résultats de la modélisation de l'effet de la mise en tonneau sur la distribution des contraintes lors du fluage ultérieur

La Figure B.5 (b) montre la variation de la déformation diamétrale à mi-longueur de l'éprouvette en fonction de la contrainte de compression appliquée. On peut voir que la déformation diamétrale est proportionnelle à la contrainte appliquée et aucun fait anormal lié à la forme du tonneau n'a été détecté sous les contraintes étudiées. De plus, on a aussi regardé la distribution de la contrainte (σ_{22} dans la direction diamétrale), qui est homogène, comme le montre la Figure B.5 (c). De ce fait, on considère que l'influence de la forme de la mise en tonneau de l'éprouvette sur la déformation viscoplastique est limitée.

Annexe C. Procédure suivie pour les observations microstructurales

C. 1. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Les éprouvettes sont polies mécaniquement, tout d'abord sur papier SiC de granulométrie décroissante (de 320 à 1200) et ensuite sur feutre avec de la pâte de diamant de 6 µm à 1 µm. Ensuite, l'éprouvette est observée par microscopie optique. Les dernières étapes de préparation sont recommencées si des rayures sont visibles. Un polissage mécano-chimique est ensuite effectué à la silice colloïdale (OP-S), à température ambiante, pendant une durée de 10 minutes.

Les observations EBSD sont effectuées sur un MEB Nova NanoSEM 450 équipé d'un système EDAX-TSL OIM®. Les paramètres sont les suivants : angle d'inclinaison 70°, haute tension 20 kV, distance de travail entre 12 et 15 mm, pas de cartographie 0,15 µm (sauf mention du contraire), dimension de la zone observée 125*125 μm^2, la fraction de pixels indexés obtenue est de l'ordre de 99.9%. Une procédure de nettoyage standard (grain dilation, tolérance de désorientation de 5°, un nombre minimum de pixels de 2 par grain) a été utilisée.

C. 2. Microscopie électronique en transmission (MET)

Les lames minces observées au MET ont été prélevées parallèlement à la direction de compression et préparées à l'aide d'un dispositif TENUPOL3 (Struers). La solution d'amincissement électrolytique utilisée est composée de 95% d'acide acétique et de 5% d'acide perchlorique. Les conditions expérimentales sont :

- Température ambiante
- Tension : 25 V
- Intensité : 200 mA

Les observations MET ont été effectuées sur un microscope FEI Tecnai G2 20 S-twin équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie des rayons X (EDS) et d'un système STEM (dans le cadre du projet PROCORE 2012 N° 27128QL). Pour chaque éprouvette, trois lames ont été observées en champ clair.

Bibliographie

Ahlquist, C. N. et Nix, W. D. (1971). ***The measurement of internal stresses during creep of Al and Al-Mg alloys*****. Acta Materialia, vol. 19, pp 373-385.**

Anand, L. et Brown, S. B. (1987). Constitutive equations for large deformations of metals at high temperatures. In ***Constitutive Models of Deformation*****, eds Chandre, J. and Srivastav, R. P., SIAM Press, Philadelphia.**

Argon, A. S. et Bhattacharya, A. K. (1986). ***Primary creep in nickel: experiments and theory*****. Acta Metallurgica, vol. 35, pp 1499 -1514.**

Avrami, J. (1941). ***Kinetics of Phase Change*****. Chemical Physics, vol. 9, pp 177-184.**

Bainbridge, D., Li, C. et Edwards, E. (1954). ***Recent observations on the motion of small angle dislocation boundaries*****. Acta Metallurgica, vol. 2, pp 322-333.**

Béranger, G., Duffaut, F., Morlet, J. et Tiers, J. F. (1996). ***Les alliages de fer et de nickel*****. Lavoisier Press, Paris.**

Besson, J. et Foerch, R. (1997). ***Large scale object-oriented finite element code design*****. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 142, pp 165-187.**

Biscondi, M. et Goux, C. (1968). ***Fluage intergranulaire de bicristaux orientés d'aluminium*****. Memoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, vol. 75, pp 167-179.**

Busso, E. P. (1998). ***A Continuum Theory for Dynamic Recrystallization with Microstructure-Related Length Scales*****. International Journal of Plasticity, vol. 14, pp 319-353.**

Cahn, J. W., Mishin, Y. et Suzuki, A. (2006). ***Coupling grain boundary motion to shear deformation*****. Acta Materialia, vol. 54, pp 4953-4975.**

Caleyo, F., Baudin, T., Penelle, R. et Venegas, V. (2001). ***EBSD study of the development of cube Rex texture in Fe50%Ni*****. Scripta Materialia, vol. 45, pp 413-420.**

Cho, S. H. et Yoo, Y. C. (2001). ***Metadynamic recristalliszation of austenitic stainless steel*****. Journal of Materials Science, vol. 36, pp 4279-4284.**

Coble, R. L. (1961). ***Experimental Test of Diffusion Models in Powder Compacts*****. Journal of Applied Physics, vol. 32, pp 793-799.**

Derby, B. et Ashby, M. F. (1987). ***A microstructural model for primary creep*****. Acta Materialia, vol. 35, pp 1349-1353.**

Devadas, C., Samarasekera, I. V. et Hawbolt, E. B. (1991). ***The thermal and metallurgical state of steel strip during hot rolling: Part III. Microstructural evolution*****. Metallurgical Transactions A, vol. 22A, pp 335-349.**

Dieter, G. E. (1988). ***Mechanical Metallurgy*****. McGraw-Hill Book Company, London.**

Djaic, R. A. P. et Jonas, J. J. (1972). ***Static recrystallization of austenite between intervals of hot working*****. Journal of the Iron and Steel Institute, vol. 210, pp 256-261.**

Djaic, R. A. P. et Jonas, J. J. (1973). ***Recrystallisation of High Carbon Steel Between Intervals of High Temperature Deformation*****. Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 4, pp 621-624.**

Estrin, E. I. (2006). ***Recrystallization-induced plasticity*****. Physics of Metals and Metallography, vol. 102, pp 324-327.**

Farkas, D. (2013). ***Atomistic simulations of metallic microstructures*****. Current Opinion in Solid State and Materials Science, vol. 17, pp 284-297.**

Fréchinet, S. (2001). ***Transformations et comportements du Zy-4 en conditions anisothermes*****. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.**

Frost, H. J. et Ashby, M. F. (1982). ***Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*****. Pergamon Press, New York.**

Fukutomi, H., Iseki, T., Endo, T. et Kamijo, T. (1991). ***Sliding behavior of coincident grain boundaries deviating from ideal symmetric tilt relationship*****. Acta Materialia, vol. 39, pp 1445-1448.**

Gallagher, P. C. J. (1970). ***The influence of alloying, temperature and related effects on the stacking fault energy*****. Metallurgical Transactions, vol. 1, pp 2429--2461.**

Garofalo, F. (1960). ***Resistance to Creep Deformation and Fracture in Metals and Alloys in Properties of Crystalline Solids*****. ASTM international-Fatigue and Fracture Mechanics, vol. 283, pp 82-98.**

Gibbs, G. B. (1971). ***A general dislocation model for high-temperature creep*****. Philosophical Magazine, vol. 23, pp 771-780.**

Gifkins, R. C. (1958). ***Recrystallization of lead during creep*****. Journal of the Institute of Metals, vol. 87, pp 255-261.**

Gorkaya, T., Molodov, D. A. et Gottstein, G. (2009). ***Stress-driven migration of symmetrical <100> tilt grain boundaries in Al bicrystals*****. Acta Materialia, vol. 57, pp 5396-5405.**

Hacquin, A. (1996). ***Modelisation thermomecanique tridimensionnelle du laminage couplage bande/cylindres*****. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.**

Han, B. J. (2011). ***Microstructure Characterization of Hot Deformed Fe-32%Ni Alloy*****. Advanced Materials Research, vol. 230-232, pp 154-158.**

Han, H. N., Kim, S. J., Kim, M., Kim, G., Suh, D. W. et Kim, S. J. (2008). ***Diffusion-controlled recrystallization and grain growth-induced plasticity of steel under externally applied stress*****. Philosophical Magazine, vol. 88, pp 1811-1824.**

Han, H. N., Lee, J. K. et Kim, S. J. (2005). ***An observation of permanent strain during recrystallization and growth of steel under externally applied stress*****. Materials Letters, vol. 59, pp 158-161.**

Hardwick, D., Sellars, C. M. et Tegart, W. J. M. (1961). ***The occurrence of Recrystallization During High-Temperature Creep*****. Journal of the Institute of Metals, vol. 90, pp 21-22.**

Huang, M. X., Pineau, A., Bouaziz, O. et Vu, T. D. (2012). ***Recrystallization induced plasticity in austenite and ferrite*****. Materials Science and Engineering A, vol. 541, pp 196-198.**

Humphreys, F. J. et Hatherly, M. (2004). ***Recrystallisation and related annealing phenomenon*****. Pergamon Press, Oxford.**

Hutchinson, B., Rod, O., Nylén, M., Carlsson, A. et Oskarsson, A. (2010). ***Mechanisms of Sagging during Brazing of Aluminium Heat Exchangers*****. Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys.**

Ivanov, V. et Mishin, Y. (2008). ***Dynamics of grain boundary motion coupled to shear deformation: an analytical model and its verification by molecular dynamics*****. Physical Review B, vol. 78, pp 064-106.**

Johnson, W. A. et Mehl, R. F. (1939). ***Reaction kinetics in processes on nucleation and growth*****. Transactions of the American Institutetute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, vol. 135, pp 416-474.**

Johnston, W. G. et Gilman, J. J. (1959). ***Dislocation velocities, dislocation densities, and plastic flow in lithium fluoride crystals*****. Journal of Applied Physics, vol. 30, pp 129.**

Josso. E (1956). ***Propriétés des alliages fer-nickel à haute teneur en nickel*****. Centre d'information du nickel Press, Paris.**

Julliard, F., Baudin, T. et Penelle, R. (2000). ***Formation de la texture de recristallisation cubique dans l'alliage Fe-36%Ni élaboré par voie lingot et par coulée continue en bandes minces*****. Archives of Metallurgy, vol. 45, pp 33-45.**

Kaddour, D. (2004). ***Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés et biphasé d'un alliage Zr-1%Nb-O*****. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.**

Karjalainen, L. P. (1995). ***Stress-Relaxation Method for Investigation of Softening Kinetics in Hot Deformed Steels*****. Materials Science and Technology, vol. 11, pp 557-565.**

Kolmogorov, A. N. (1937). ***Statistical theory of crystallization of metals*****. Izv Akad Nauk USSR Ser Matemat, vol. 1, pp 355-359.**

Leblond, J. B. (1989). ***Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: Case of ideal-plastic phases*****. International Journal of Plasticity, vol. 5, pp 551-572.**

Li, C., Edwards, E., Washburn, J. et Parker, J. (1953). ***Stress-induced movement of crystal boundaries*****. Acta Metallurgica, vol. 1, pp 223-229.**

Mitzushima, K. (1996). ***Development of accurate width control technology in hot strip finishing mill*****. Current Advances in Materials and Processes, vol. 9, pp 312-315.**

Molodov, D. A., Gorkaya, T. et Gottstein, G. (2011). ***Migration of the Σ7 tilt grain boundary in Al under an applied external stress*****. Scripta Materialia, vol. 65, pp 990-993.**

Mompiou, F., Caillard, D. et Legros, M. (2009). ***Grain boundary shear–migration coupling—I. In situ TEM straining experiments in Al polycrystals*****. Acta Materialia, vol. 57, pp 2198-2209.**

Nakamura, Y. (1991). Invar systems. In ***Physics and Engineering Applications of Magnetism*****, eds Ishikawa, Y. and Miura, N., Springer Berlin Heidelberg Press, Berlin.**

Okazaki, K., Kagawa, M. et Aono, Y. (1976). ***Analysis of Thermally Activated Flow in an Fe-0.056 at Percent Ti Alloy Using Stress Relaxation*****. International Journal of Materials Research, vol. 67, pp 47-56.**

Orowan, E. (1946). ***The creep of metals*****. Journal West of Scotland Iron and Steel Institute, vol. 54, pp 45-53.**

Perdrix, C. (1987). ***Characteristics of plastic deformation of metals during hot working*****. Report CECA, The institute de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID).**

Petit, B. (1995). ***Etude du comportement dynamique de la bande en intercage finisseur*****. ArcelorMittal internal report.**

Poirier, T., Cayuela, G., Petit, B., Rahier, P., Suret, J. M., Petit, S., Dehouck, F. et Blondel, M. (1998). ***Maîtrise de la largeur bande au train finiseur à chaud*****. ArcelorMittal internal report.**

Richardson, G. J., Sellars, C. M. et Tegart, W. J. M. (1966). ***Recrystallization during creep of nickel*****. Acta Metallurgica, vol. 14, pp 1225-1235.**

Roucoules, C., Hodgson, P. D., Yue, S. et Jonas, J. J. (1994). ***Softening and Microstructural Change Following the Dynamic Recrystallization of Austenite*****. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, vol. 25, pp 389-400.**

Saito, Y., Enami, T. et Tanaka, T. (1985). ***The Mathematical Model of Hot Deformation Resistance with Reference to Microstructural Changes during Rolling in Plate Mill*****. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, vol. 25, pp 1146-1155.**

Sakai, T., Ohashi, M., Chiba, K. et Jonas, J. J. (1988). ***Recovery and recrystallization of polycrystalline nickel after hot working*****. Acta Metallurgica, vol. 36, pp 1781–1790.**

Sakui, S., Sakai, T. et Takeishi, K. (1977). ***Hot deformation of austenite in a plain carbon steel.*** **. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, vol. 17, pp 718-725.**

Sellars, C. M. et Whiteman, J. A. (1979). ***Recrystallization and grain growth in hot rolling*****. METAL SCIENCE, vol. pp 187-193.**

Sheikh-Ali, A. D., Szpunar, J. A. et Garmestani, H. (2003). ***Stimulation and Suppression of Grain Boundary Sliding by Intragranular Slip in Zinc Bicrystals*****. Interface Science, vol. 11, pp 439-450.**

Simonetta-Perrot, M. (1994). ***Etude de l'influence d'éléments traces (C,S,B, Al, N) sur la ductilité à chaud de l'alliage austénitique Fe-Ni36% de haute pureté*****. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne.**

Taylor, A. S. et Hodgson, P. D. (2011). ***The post-deformation recrystallization behaviour of 304 stainless steel following high strain rate deformation*****. Materials Science and Engineering A, vol. 529, pp 164-169.**

Thornton, P. H. et Cahn, R. W. (1961). ***The recovery and Recrystallization of Copper and Aluminium Under Stress*****. Journal of the Institute of Metals, vol. 89, pp 455-463.**

Trego, G. (2011). ***Comportement en fluage à haute température dans le domaine biphasé de l'alliage M5*****. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris.**

Vervynckt, S., Verbeken, K., Thibaux, P. et Houbaert, Y. (2010). ***characterization of the austenite recrystallization comparing double deformation and stress relaxation tests*****. Steel Research International, vol. 81, pp 234-244.**

Vu, T. D. et Pineau, A. (2010). ***Study of creep behavior under low load*****. ArcelorMittal internal report.**

Winning, M., Gottstein, G. et Shvindlerman, L. (2001). ***Stress induced grain boundary motion*****. Acta Materialia, vol. 49, pp 211-219.**

Winning, M. et Rollett, A. D. (2005). ***Transition between low and high angle grain boundaries*****. Acta Materialia, vol. 53, pp 2901-2907.**

Winning, M. et Schafer, C. (2006). ***Influencing recrystallization behaviour by mechanical loads*****. Materials Science and Engineering A, vol. 419, pp 18-24.**

Yin, Z. et Zhou, Y. (1990). ***Recrystallization induced Plasticity in 18Ni Maraging steel under elastic stress*****. Acta Metallurgica Sinica, vol. 3, pp 128-131.**

Yoshida, H., Yokoyama, K., Shibata, N., Ikuhara, Y. et Sakuma, T. (2004). ***High-temperature grain boundary and grain boundary energy in cubic sliding behavior zirconia bicrystals*****. Acta Materialia, vol. 52, pp 2349-2357.**

Zaefferer, S., Baudin, T. et Penelle, R. (2001). ***A study on the formation mechanisms of the cube recrystallization texture in cold rolled F-36%Ni alloys*****. Acta Materialia, vol. 49, pp 1105-1122.**

Comportement viscoplastique des alliages austénitiques pendant la recristallisation sous faibles contraintes

RESUME :

Pendant la recristallisation de certains alliages sous faibles contraintes, une accélération de la déformation viscoplastique, liée à la recristallisation est observée. Ce phénomène, connu en anglais comme « Recrystallisation-Induced Plasticity » (RIP), est susceptible d'intervenir dans de nombreux procédés de mise en forme à chaud. Pourtant, les mécanismes physiques ne sont pas clairement établis et aucune loi de comportement n'est disponible. Cette étude a comme objectifs principaux la compréhension de ce phénomène et le développement des cadres constitutifs de modélisation. Pour cela, ce travail de thèse s'appuie (i) sur les données expérimentales obtenues sur des alliages Fe-Ni, sollicités sous différentes conditions après écrouissage à froid ou à chaud, et (ii) sur les caractéristiques microstructurales observées par EBSD et MET. Les résultats expérimentaux suggèrent que le comportement viscoplastique des grains recristallisés et leur fraction volumique jouent des rôles importants. Afin de quantifier leurs impacts, deux lois de comportement ont été développées : (i) en traitant la microstructure comme composée de deux "phases" (i.e. grains écrouis et grains recristallisés) et en homogénéisant le comportement du matériau en fonction des propriétés de chaque phase, et (ii) en traitant la microstructure comme celle d'un matériau homogène qui évolue selon les lois évolutives des variables internes associées aux obstacles ainsi qu'à la fraction volumique des grains recristallisés. Les résultats numériques confirment que la déformation viscoplastique par dislocations, couplée avec une réduction de la densité de dislocations, joue un rôle essentiel et rend compte d'environ 70% de la déformation totale. Le travail accompli dans cette thèse apporte des connaissances fondamentales sur le phénomène RIP, ce qui permet d'améliorer le contrôle des dimensions d'un produit lors de sa mise en forme à chaud.

Mots clés : comportement viscoplastique, recristallisation, alliages austénitiques

Viscoplastic behaviour of austenitic alloys during recrystallisation under low stresses

ABSTRACT:

An obvious increase in strain rate is observed during recrystallisation when an alloy is subjected to low stress levels. This phenomenon, known as "Recrystallisation-Induced Plasticity" (RIP), is observed in a number of hot-forming processes. The dominant underlying mechanisms are not yet clear and no constitutive viscoplastic material formulation is available to describe the associated microstructural evolution and mechanical behaviour. This thesis work aims at understanding this phenomenon and developing physics-based models to describe and predict it. In this study, the deformation evolution during recrystallisation is investigated on hot and cold worked Fe-Ni alloys subjected to different relevant temperature-stress conditions. The microstructural characteristics of partially and fully recrystallised materials are first identified through EBSD and TEM observations. The experimental results reveal that deformation accelerations during recrystallisation are mainly associated with the viscoplastic behaviour of recrystallised grains and their evolving volume fraction. Two sets of constitutive equations have been developed to model the RIP phenomenon: (i) one where the material is assumed to be composed of two "phases" (i.e. recrystallised grains and cold-worked grains) and the flow behaviour of the alloy is obtained by homogenising that of each "phase", and (ii) another where the material is treated as an homogeneous one and where its flow behaviour is assumed to depend on the microstructural "state" described by two internal state variables, namely those associated with strong obstacles and with the recrystallisation volume fraction. The results of this work confirm that a considerable contribution to the deformation enhancement associated with the RIP mechanism arises from viscoplastic deformation by dislocation activity, coupled with a reduction in the dislocation density by recovery processes. This contribution accounts for approximately 70% of the total deformation. It will be shown that this work provides fundamental knowledge to the understanding of the RIP phenomenon which should, in turn, contribute towards improving the control of product dimensioning in hot-forming processes.

Keywords : viscoplastic behaviour, recrystallisation, austenitic alloys



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY