

## Structures de dislocations dans le tantale pur déformé à froid : évolutions et influences sur la restauration et la recristallisation

Jules Baton

## ► To cite this version:

Jules Baton. Structures de dislocations dans le tantale pur déformé à froid : évolutions et influences sur la restauration et la recristallisation. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2021. Français. NNT : 2021UPSLM015 . tel-03285800

## HAL Id: tel-03285800 https://pastel.hal.science/tel-03285800

Submitted on 13 Jul 2021

**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.



# THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

# Structures de dislocations dans le tantale pur déformé à froid : évolutions et influences sur la restauration et la recristallisation

Soutenue par Jules BATON Le 04 juin 2021

## Ecole doctorale nº 364

Sciences Fondamentales et Appliquées

## Spécialité

Mécanique Numérique et Matériaux

## Composition du jury :

Andrea TOMMASI Directeur de recherche CNRS, Université de Montpellier	Président
Brigitte BACROIX Directeur de recherche CNRS, Université Paris 13	Rapporteur
Javier SIGNORELLI Professeur, Universidad Nacional de Rosario	Rapporteur
Vladimir ESIN Chargé de recherche, MINES ParisTech - Université PSL	Examinateur
Charbel MOUSSA Chargé de recherche, MINES ParisTech - Université PSL	Examinateur
Nathalie BOZZOLO Professeur, MINES ParisTech - Université PSL	Directeur de thèse



# Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier le CEA DAM Valduc et Mines ParisTech pour m'avoir permis de mener à bien ce projet de recherche.

Je souhaite ensuite remercier mes différents encadrants, Nathalie Bozzolo et Charbel Moussa au CEMEF, Rémy Besnard et Wilfried Geslin au CEA Valduc. Merci à vous pour votre confiance, vos conseils et votre disponibilité au cours de ces trois années de thèse. J'ai énormément appris à vos côtés, tant sur le plan scientifique que personnel.

Je remercie également les membres du jury Andrea Tommasi, Brigitte Bacroix, Javier Signorelli et Vladimir Esin d'avoir accepté d'évaluer mes travaux et pour les discussions très enrichissantes que nous avons eues lors de ma soutenance.

Sur le plan technique, je n'aurai pu obtenir les résultats présentés dans ce manuscrit sans le soutien de nombreuses personnes. Je tiens donc à remercier grandement l'équipe MEA du CEMEF pour l'usinage de mes échantillons, Gilbert Fiorucci pour les essais mécaniques et les traitements thermiques, Cyrille Collin pour la préparation de mes échantillons, Gabriel Monge et Suzanne Jacomet pour la caractérisation de mes échantillons. Je tiens également à remercier l'ensemble du personnel administratif du CEMEF pour leur aide et leur disponibilité tout au long de ma thèse.

Je souhaite également remercier tous les collègues du CEMEF que j'ai eu le plaisir de connaître au cours de ma thèse : Alexis, Clément, Corentin, Yoan, Marie-Anne, Luc, Emilie, Carlos, Jean-Baptiste, Sylvain, Benoît, Laura, Juliette, Luiz, Pierre-François ; et côté MSR en particulier : Ludovic, Suzanne, Julien, Alexis, Anthony, Romane, Inès, Sebastian, Juhi, Saoussen, Brayan, Karen, Baptiste, Ilusca, Victor, Matheus. Un grand merci tout particulier à mon collègue de bureau Malik sur lequel j'ai toujours pu compter. Merci à tous pour votre soutien, votre sympathie et ces moments de détente que nous avons pu partager pendant ces trois ans.

Je tiens également à remercier chaleureusement tous mes amis d'école d'ingénieur et du lycée pour les moments que nous avons pu passer ensemble qui m'ont permis de m'évader du monde de la thèse.

Enfin, je remercie du fond du cœur ma famille et en particulier mes parents pour leur soutien indéfectible au cours de ces trois années et de manière générale tout au long de mon parcours scolaire.

# **Table des matières**

Introd	luction	5
Chapi	itre I : Techniques expérimentales et matière initiale	11
1. M	loyens expérimentaux et techniques de caractérisation	12
1.1.	Moyens d'essais mécaniques	12
1.2.	Traitements thermiques	14
1.3.	Techniques de caractérisation de microstructure	15
1.3	3.1. Préparation métallographique	15
1.3	3.2. Dureté	15
1.3	3.3. Diffraction des rayons X	16
1.3	3.4. Microscopie électronique à balayage	18
2. Ca	aractérisation de la matière initiale	20
2.1.	Analyse de la microstructure avec la technique EBSD	20
2.2.	Analyse de la macrotexture avec la technique DRX	23
3. Co	onclusions	25
Chapi froid .	itre II : Evolutions microstructurales pendant la déforma	ition à
1. Et	tat de l'art	28
1.1.	Déformation plastique dans les alliages métalliques	
1.2.	Evolution des sous-structures lors de la déformation plastique	32
1.3. trajet	Influence de l'orientation cristallographique, de la vitesse de déformatio t et mode de déformation	n et du 38
1.4.	Evolution de texture lors de la déformation à froid	43
2. Ai	nalyses qualitative et quantitative de la microstructure défo	rmée à
froid .		48
2.1.	Plan d'expériences	48
2.2.	Evolution de la texture cristallographique	49
2.2	2.1. Déformations par compression et par laminage	49

	2.2.2.	Stabilité de la fibre $\gamma$ en fonction de la direction de sollicitation
2.	3. An	alyse des microstructures de déformation à l'échelle du polycristal62
	2.3.1.	Densité de dislocations
	2.3.2.	Densité de joints de grains
	2.3.3.	Dureté
	2.3.4. intragra	Influence de l'orientation cristallographique sur la déformation nulaire
2.	4. An	alyse intragranulaire des microstructures de déformation75
	2.4.1.	Analyse qualitative avec la technique ECCI76
	2.4.2.	Analyse quantitative avec la technique EBSD79
3.	Conclu	usions91
Cha	apitre I	II : Influence de l'état déformé sur la recristallisation95
1.	- Etat d	e l'art96
1.	1. Est	timation de l'énergie stockée
1.	2. Inf	luence des hétérogénéités de l'état déformé sur la recristallisation
	1.2.1.	Influence sur la germination
	1.2.2.	Influence sur l'orientation cristallographique des grains recristallisés100
	1.2.3.	Influence sur la taille des grains recristallisés
1.	3. Te	xture de recristallisation et théories proposées
2.	Recris	tallisation du tantale pur déformé par laminage et par
con	npressi	on105
2.	1. Ca	s du laminage105
	2.1.1.	Evolution en fonction du niveau de déformation105
	2.1.2. grains d	Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des éformés
2.	2. Ca	s de la compression112
	2.2.1.	Evolution en fonction du niveau de déformation112
	2.2.2. grains d	Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des éformés
2.	3. Co	mparaison et estimation de l'énergie stockée117
	2.3.1.	Introduction117
	2.3.2.	Méthodes d'estimation mises en œuvre

3. Conclusions		usions	.128
	2.3.4.	Application des méthodes à l'échelle des sous-structures	123
	2.3.3.	Application des méthodes à l'échelle du polycristal	120

# Chapitre IV : Evolutions microstructurales au cours de la restauration

•••••	•••••	131
1. Etat d	e l'art	132
1.1. In	troduction	
1.2. Di	minution de l'énergie stockée	
1.3. Ev	volution des sous-structures de dislocations	
1.3.1.	Description des sous-structures de dislocations	
1.3.2.	Cinétique de croissance des sous-structures	
1.3.3.	Mécanismes de croissance des sous-structures	
1.3.4. déform	Dépendance de la restauration à l'orientation cristallographique	e des grains 
1.4. Im	pact de la restauration sur la recristallisation	
1.4.1.	Observation via un traitement de recristallisation direct	
1.4.2.	Observation via un pré-traitement de restauration	
2. Obser	vation directe de la restauration statique	144
2.1. Tr	aitements thermiques réalisés	
2.2. Aı	nalyse des microstructures restaurées à l'échelle du polycristal	146
2.2.1.	Dureté	146
2.2.2.	Densités de dislocations	147
2.3. Aı	nalyse intragranulaire des microstructures restaurées	151
2.3.1.	Analyse qualitative avec la technique ECCI	151
2.3.2.	Analyse quantitative avec la technique EBSD	
3. Obser	vation indirecte de la restauration statique	156
3.1. Pl	an d'expériences	
3.2. Ev direct	volutions microstructurales avec un traitement thermique de recrist	allisation 157
3.2.1.	Evolution en fonction du niveau de déformation	
3.2.2. grains c	Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallogra	phique des

3	.3. Ef	fets de la restauration préalable sur la recristallisation
	3.3.1.	Effet de la restauration préalable sur la fraction recristallisée
	3.3.2.	Effet de la restauration préalable sur la taille des grains recristallisés167
	3.3.3.	Effet de la restauration préalable sur l'orientation des grains recristallisés 
4.	Concl	usions
Co	nclusio	ns et perspectives177
An	nexes.	
An éch	nexe antillo	A : Protocole de préparation métallographique pour des ns de tantale pur186
An déf	nexe l ormati	B : Evolution du développement de la fibre $\gamma$ lors d'une on Channel Die187
An lan 2h)	nexe ( ninés (a	C: Micrographies obtenues par ECCI sur les échantillons $c_{VM} \approx 1,67$ ) après traitement thermique de restauration (750°C
An sou (ε <sub>V</sub>	nexe D umis au <sub>M</sub> ≈ 0,5	: Caractérisation des zones non recristallisées des échantillons 1x traitements thermiques « Restauration + Recristallisation » 6)192

Communications issues de cette thèse ......195

Références bibliographiques197	7
--------------------------------	---

Introduction

## Contexte industriel

Les matériaux métalliques sont très largement utilisés dans le monde industriel pour concevoir des pièces techniques. Le tantale est un matériau métallique réfractaire ( $T_f = 2996^{\circ}C$ ) de structure cristalline cubique centrée (CC) avec une forte densité (16654 kg/m<sup>3</sup>) (Polak, 2009). Malgré son prix élevé, le tantale est employé pur, sous forme d'éléments d'addition pour les superalliages ou sous forme d'alliage avec des éléments d'addition (le plus souvent du tungstène) dans plusieurs domaines. Par exemple, il est présent dans celui de l'électronique pour la fabrication des condensateurs ou celui de la chimie du fait de son excellente résistance à la corrosion (Buckman, 2000; Cardonne et al., 1995). De plus, sa grande ductilité à température ambiante le rend apte à la mise en forme à froid de pièces à géométries complexes en minimisant les risques de rupture. La gamme de fabrication et les diverses applications du tantale étudié dans cette thèse ne seront pas détaillées pour des raisons de confidentialité.

La maîtrise de la mise en forme est primordiale tant pour des raisons économiques pour éviter un nombre excessif de reprises voire de rebuts de pièces que pour des raisons fonctionnelles pour garantir leurs propriétés d'usage. La microstructure doit notamment pouvoir être contrôlée en tout point de la pièce car elle conditionne les propriétés mécaniques finales. Dans le but de prédire et d'optimiser la gamme de fabrication, une modélisation des évolutions microstructurales qui ont lieu lors du traitement thermique du tantale pur déformé à froid a été développée lors de la thèse de Christophe Kerisit (Kerisit, 2012). Les conclusions de cette étude ont montré que la modélisation adoptée se basait sur une description trop simplifiée de la microstructure. Ainsi, il est indispensable de réaliser des observations expérimentales détaillées afin de pouvoir développer des modèles métallurgiques physiquement solides et de les implémenter dans un modèle en champ moyen. L'objectif de la présente thèse est de construire une base de données expérimentales sur les évolutions microstructurales lors de la déformation plastique, la restauration et la recristallisation et d'investiguer les mécanismes physiques ayant lieu aux différentes échelles de la microstructure. En perspective, le travail réalisé pourra être utilisé pour le développement ultérieur de modèles métallurgiques.

## Evolutions microstructurales au cours de la mise en forme d'un matériau

## Déformation à froid

Quand un matériau métallique est déformé à froid, des défauts sont introduits dans la microstructure (figure i.1a) et environ 1% du travail fourni est stocké dans le matériau. Cette énergie est stockée principalement sous forme de dislocations créées pour accommoder la déformation plastique (figure i.2a). Leur répartition spatiale diffère dans la microstructure. Certaines dislocations sont enchevêtrées entre elles sans disposition particulière sous forme de « forêts » de dislocations alors que d'autres se réarrangent pour former des sous-structures dans une configuration minimisant leur énergie.

L'avancement du degré de formation de ces sous-structures dépend des conditions de déformation (mode, niveau, vitesse de déformation, trajet de chargement ...) mais également des propriétés intrinsèques locales au matériau (pureté, composition, énergie de faute d'empilement ...). Par ailleurs, l'orientation cristallographique du grain a aussi une influence significative sur le développement intragranulaire de sous-structures. Cette hétérogénéité de la déformation peut être modélisée à différentes échelles. Les simulations de plasticité cristalline permettent une description mésoscopique de la microstructure à l'échelle d'un ensemble de grains. Les résultats globaux en termes d'anisotropie plastique et de texture sont relativement bien prédits. Cependant, cette échelle de modélisation présente des limites pour prévoir les hétérogénéités locales de développement de sousstructures. A l'échelle plus fine de la sous-structure, les simulations de dynamique des dislocations permettent de prévoir de manière plus correcte le mouvement des dislocations. Cependant, la faiblesse de ces simulations est leur représentativité statistique et le niveau de déformation plastique relativement faible pouvant être simulé. L'approche choisie ici sera donc d'étudier le développement des sous-structures de dislocations par des investigations expérimentales détaillées et de proposer des paramètres pertinents permettant de décrire leur évolution avec la déformation.

#### Traitement thermique de recuit

Lors d'un traitement thermique qui suit une déformation plastique, la microstructure évolue de sorte à minimiser l'énergie stockée du matériau avec deux principaux mécanismes physiques thermiquement activés : la restauration et la recristallisation. L'énergie stockée lors de la déformation constitue la force motrice de ces deux phénomènes. Ces phénomènes peuvent être qualifiés de « statiques » s'ils se produisent après la déformation à froid et sous l'action de la température ou de « dynamiques » s'ils ont lieu au cours de la déformation. Le tantale étant déformé à froid pour sa mise en forme, ce sont donc les mécanismes dits « statiques » qui seront décrits ici.



Figure i.1. Représentation schématique des évolutions microstructurales au cours du traitement thermique : (a) Etat déformé, (b) Etat restauré, (c) Etat recristallisé. Figures tirées de (Humphreys et Hatherly, 2004).

## Restauration statique

La restauration statique est le premier mécanisme à se déclencher, à des températures inférieures à celles de la recristallisation. Par exemple, dans le cas du tantale, la plage 600°C-900°C correspond à celle de la restauration et un traitement thermique à une température supérieure favorise le mécanisme de recristallisation.

Lors de la restauration, le mouvement des dislocations est thermiquement activé. Certaines dislocations s'annihilent entre elles et d'autres se rassemblent pour former une structure en cellules. Ces sous-structures se forment davantage lors du traitement thermique avec de moins en moins de dislocations enchevêtrées au niveau des sous-joints. Lorsque la désorientation des sous-joints est assez élevée et que les sous-joints sont peu enchevêtrés pour pouvoir migrer, la taille des sous-structures augmente et celles-ci deviennent progressivement des sous-grains bien définis (figures i.1b et i.2).

L'impact de la restauration sur ce réarrangement intragranulaire dépend des conditions de traitement thermique (vitesse de chauffage, durée et température du traitement), la restauration étant un mécanisme thermiquement activé. Selon la température appliquée, la restauration peut être en compétition avec la recristallisation ce qui impacte les évolutions microstructurales. D'autre part, la restauration est également influencée par la microstructure déformée. En effet, la réorganisation de la microstructure en sous-structures peut commencer dès la déformation à froid et se poursuivre lors du traitement thermique.



Figure i.2 : Schéma des différentes étapes se déroulant pendant la restauration d'un matériau déformé plastiquement : (a) Enchevêtrement de dislocations, (b) Formation de cellules, (c) Annihilation des dislocations à l'intérieur des cellules, (d) Formation de sous-grains et (e) Croissance des sous-grains. Figures tirées de (Humphreys et Hatherly, 2004).

## Recristallisation statique

La recristallisation statique entraîne pour sa part la formation de nouveaux grains avec très peu de dislocations (figure i.1c). La recristallisation discontinue se base sur un processus de germination-croissance : des germes de nouveaux grains vont apparaître et ensuite croître pour former une microstructure complètement régénérée. Le terme de germination pour le phénomène de recristallisation est différent du sens classique du terme utilisé pour les transformations de phase. En effet, la théorie classique de germination selon laquelle les germes sont formés par des fluctuations thermiques n'est pas applicable à la recristallisation. D'une part, la force motrice pour la recristallisation est très petite par rapport à celle des transformations de phase. D'autre part, l'énergie d'interface de la frontière du germe est très élevée par rapport à la force motrice pour la recristallisation (Humphreys et Hatherly, 2004). Pour le cas de la recristallisation, un germe est le plus souvent un petit élément de volume préexistant dans la microstructure déformée qui devient ensuite un grain. Lorsque la microstructure évolue progressivement sans distinction possible entre les phases de germination et de croissance, la recristallisation est dite continue.

La transition de germe à grain recristallisé n'est possible que si le germe présente les caractéristiques requises permettant sa stabilité et sa croissance dans la matrice déformée ou restaurée. Ces caractéristiques concernent la stabilité thermodynamique et la mobilité de son interface (Hutchinson, 1992; Driver, 1995). Cela est illustré par l'expression simplifiée de la vitesse de migration des joints de grains suivante (Humphreys et Hatherly, 2004) :

$$V = M(\Delta E - \gamma \kappa) \tag{i.1}$$

Où *V* est la vitesse de migration du joint de grains, *M* est sa mobilité,  $\Delta E$  est la différence d'énergie stockée entre le grain recristallisé et la matrice environnante,  $\gamma$  est l'énergie surfacique du joint de grains et  $\kappa$  est la courbure du joint.

Le germe est thermodynamiquement stable si la différence d'énergie stockée  $\Delta E$  est suffisamment élevée et si sa taille est supérieure à une taille critique afin d'avoir une courbure  $\kappa$  faible donc une force capillaire suffisamment diminuée. D'autre part, la seconde condition pour que sa croissance soit possible est que son interface soit assez mobile. Les propriétés intrinsèques du joint de grains, sa mobilité M et son énergie surfacique  $\gamma$ , vont dépendre de la désorientation cristallographique entre les deux grains de part et d'autre de celui-ci, et du plan du joint lui-même. En pratique, il n'existe pas de modèle générique décrivant ces propriétés mais il est communément admis que l'énergie surfacique d'un joint augmente avec l'angle de désorientation jusqu'à environ 10-15° (Rios et al., 2005). Lorsque cette valeur limite est atteinte, la croissance du germe en grain recristallisé est possible.

Si cette désorientation critique n'est pas atteinte après la déformation, un temps dit d'incubation va avoir lieu lors duquel la microstructure va se réorganiser par restauration. En particulier, la désorientation va augmenter pour atteindre cette valeur seuil. Cependant, la consommation d'énergie stockée par restauration aura pour effet contraire de diminuer la force motrice restante pour la recristallisation. Ainsi, les phénomènes de restauration et de recristallisation peuvent coexister. La restauration, la germination et la migration de joints de grains lors de la recristallisation sont des phénomènes indissociables qui conditionnent la microstructure recristallisée et donc les propriétés de la pièce finale.

## Objectifs de la thèse

Les objectifs principaux de cette thèse sont (i) d'apporter une compréhension sur les mécanismes physiques qui ont lieu aux différentes échelles de la microstructure, (ii) de proposer des grandeurs physiques expérimentalement quantifiables permettant la description de la microstructure et de son évolution dans ses différents états (déformée, restaurée et recristallisée) et (iii) d'analyser les évolutions de ces différentes grandeurs lors de la déformation plastique et d'un traitement thermique. Ces données pourront être utilisées ultérieurement en vue d'une future modélisation.

## Structure du manuscrit

Le premier chapitre est consacré aux techniques expérimentales employées lors de cette thèse ainsi qu'à la présentation de la microstructure de la matière à l'état de réception.

Le deuxième chapitre est consacré à l'étude de l'état microstructural après déformation à froid. Un état de l'art concernant la déformation plastique dans les alliages métalliques et l'évolution des sous-structures avec la déformation est tout d'abord présenté. Les microstructures déformées sont caractérisées à l'échelle du polycristal puis à l'échelle des sous-structures. Les évolutions microstructurales ayant lieu lors de la déformation plastique sont quantifiées et l'influence de l'orientation cristallographique sur ces évolutions est étudiée.

Le troisième chapitre est consacré à l'influence des hétérogénéités induites par la déformation sur la recristallisation subséquente. Un état de l'art concernant l'estimation de l'énergie stockée et les influences de l'état déformé sur la recristallisation est tout d'abord présenté. La dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés et le lien avec les sous-structures formées lors de la déformation plastique sont en particulier étudiés. Sur la base de ces résultats expérimentaux, le choix d'une méthode pour la quantification de l'énergie stockée est discuté.

Le quatrième chapitre est consacré aux évolutions microstructurales ayant lieu au cours de la restauration. Un état de l'art concernant l'évolution des sous-structures lors de la restauration et l'impact de la restauration sur la recristallisation est tout d'abord présenté. La restauration est étudiée de manière directe et indirecte via ses effets sur la recristallisation avec différents pré-traitements de restauration.

Une conclusion avec les principales avancées obtenues à l'issue de cette thèse ainsi que les perspectives générales de ce travail sont enfin détaillées.

# Chapitre I : Techniques expérimentales et matière initiale

L'objectif de ce chapitre est de présenter succinctement les moyens d'essais mécaniques et de traitements thermiques utilisés lors de la thèse ainsi que les différentes techniques de caractérisation employées. Dans un second temps, la caractérisation de la matière à l'état de réception est présentée. Les paramètres d'acquisition, de traitement de données et de représentation sont définis lors de la description de l'état initial.

## 1. Moyens expérimentaux et techniques de caractérisation 1.1. Moyens d'essais mécaniques

Différents essais mécaniques à froid ont été réalisés afin d'obtenir des microstructures déformées à plusieurs niveaux de déformation par différents modes de sollicitation. Une machine de compression Dartec HA 250-300 (figure 1.1a) a été utilisée pour la compression uniaxiale à température ambiante d'échantillons double-cône (section 2.1 du chapitre 2) et pour la compression avec un dispositif Channel Die (figure 1.1b et section 2.2.2 du chapitre 2). Un laminoir de laboratoire Di Maio LS 100 (figure 1.1c) a été utilisé pour le laminage unidirectionnel d'échantillons à différents taux de réduction (section 2.1 du chapitre 2). Pour tous ces essais mécaniques, les surfaces de contact échantillon/outil ont été lubrifiées avec le lubrifiant Henkel Ipro L484.



*Figure 1.1 : Moyens d'essais mécaniques utilisés. (a) Machine de compression Dartec HA 250-300, (b) Dispositif Channel Die et (c) Laminoir Di Maio LS 100.* 

Selon l'essai mécanique utilisé, la détermination du niveau de déformation plastique local dans la zone observée par microscopie est différente. Pour les déformations par laminage à froid, la déformation plastique équivalente au sens de von Mises est reliée au taux de réduction entre les épaisseurs à l'entrée et à la sortie du laminoir par l'équation suivante (Dieter, 1988) :

$$\varepsilon_{VM} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{h_0}{h_f}\right) = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{1}{1-R}\right) \tag{1.1}$$

Où  $\varepsilon_{VM}$  est la déformation plastique équivalente,  $h_0$  et  $h_f$  les épaisseurs de la tôle respectivement à l'entrée et à la sortie du laminoir et R le taux de réduction. Ce modèle se base sur l'hypothèse d'un laminage symétrique sans allongement selon la direction transversale. Cette hypothèse a été contrôlée et vérifiée pour les essais réalisés avec un allongement transversal négligeable par rapport aux dimensions des échantillons.

Pour les essais par compression à froid, les niveaux de déformation ont été déterminés par simulation avec la méthode des éléments finis à l'aide du logiciel Forge<sup>®</sup>. Le comportement plastique du tantale pur est décrit par une loi de comportement développée lors d'études précédentes (Buy, 1996; Houillon, 2009; Kerisit, 2012). Elle s'écrit sous la forme :

$$\sigma = \sigma_a \sqrt{\rho_{eq}} + \sigma_0^* \left[ 1 - \left( \frac{kT}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\bar{\varepsilon}_0}}{\dot{\bar{\varepsilon}}} \right) \right)^{\frac{1}{q}} \right]^{\frac{1}{p}}$$
(1.2)

Où  $\sigma$  est la contrainte équivalente,  $\sigma_a$  est une constante athermique,  $\rho_{eq}$  est la densité de dislocations équivalente,  $\sigma_0^*$  est la contrainte effective à 0 K, k est la constante de Boltzmann, T est la température,  $\Delta G_0$  est l'énergie d'activation pour que les dislocations franchissent des obstacles à 0 K,  $\dot{E_0}$  est une constante du modèle,  $\dot{E}$  est la vitesse de déformation, p et q sont des constantes géométriques liées à la forme des obstacles à franchir. L'évolution de la densité de dislocations équivalente avec la déformation s'exprime ainsi :

$$\frac{d\rho_{eq}}{d\varepsilon} = M_{II} - k_a(\dot{\varepsilon}, T)\rho_{eq}$$
(1.3)

Où  $\varepsilon$  est la déformation équivalente,  $M_{II}$  est le taux de création des dislocations et  $k_a$  est le facteur d'annihilation des dislocations dépendant de la vitesse de déformation et de la température (Kerisit, 2012).

Cette loi de comportement permet en outre de prendre en compte les effets de la température et de la vitesse de déformation sur la réponse mécanique. Les différents paramètres de cette loi ont été réidentifiés (Kerisit, 2012) à partir des données disponibles dans la littérature pour le tantale pur et d'essais de compression réalisés par Houillon (Houillon, 2009). D'autre part, le frottement entre les outils et l'échantillon est modélisé par la loi de Tresca (Lange, 1985), communément utilisée pour les cas présentant des pressions de contact élevées. Avec l'utilisation du critère de von Mises reliant la contrainte d'écoulement en traction simple à celle en cisaillement pur, cette loi s'exprime ainsi :

$$\tau = m \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} \tag{1.4}$$

Où  $\tau$  est la contrainte de cisaillement, *m* est le coefficient de frottement et  $\sigma_y$  est la contrainte d'écoulement. Le coefficient *m* varie entre 0 pour un glissement parfait et 1 pour un glissement nul.

La valeur du coefficient de frottement m est déterminée expérimentalement en comparant le bombé réel d'un pion cylindrique après compression à celui obtenu par simulation numérique avec Forge<sup>®</sup>. Un coefficient d'environ 0,3 a été estimé permettant de minimiser l'écart entre expérimental et numérique (Malard, 2016).

## 1.2. Traitements thermiques

Après leur déformation à froid, les échantillons subissent différents traitements thermiques afin d'observer les phénomènes de restauration et de recristallisation. Cependant, lorsque la température augmente le tantale pur peut réagir avec les éléments de l'atmosphère et ce dès des températures relativement basses. A partir de respectivement  $200^{\circ}$ C et  $300^{\circ}$ C l'hydrogène et l'oxygène commencent à être absorbés par le tantale. A des températures plus élevées, le tantale fixe également l'azote et le carbone (à partir de respectivement  $1100^{\circ}$ C et  $1200^{\circ}$ C) (Buy, 1996; Polak, 2009). La diffusion de ces atomes dans le réseau cristallin va gêner le mouvement des dislocations et cela a un double effet : d'une part sur la réponse mécanique avec une contrainte d'écoulement plus élevée et d'autre part sur les évolutions microstructurales avec notamment une restauration entravée. Par conséquent, les traitements thermiques sont réalisés dans des fours permettant d'avoir un vide secondaire (pression inférieure à  $10^{-2}$  Pa) (Leclerc, 1997).

Un four industriel au CEA DAM Valduc et un four LGTec au Cemef ont été utilisés lors de cette thèse. Compte tenu de l'influence de la vitesse de montée en température sur les évolutions microstructurales, les traitements thermiques ont été réalisés avec une vitesse de montée en température assez proche entre les deux fours, d'environ 20°C/min et 23°C/min pour respectivement le four CEA (courbe rouge) et le four LGTec (courbe verte) (figure 1.2). Cependant, il peut être remarqué que la vitesse de refroidissement est différente entre les deux fours. Le refroidissement quasiment deux fois plus rapide (temps nécessaire pour que la température diminue en dessous de 600°C considéré) avec le four LGTec s'explique par une enceinte du four plus petite et donc par un volume à refroidir plus faible. Ce cas particulier où deux fours différents sont utilisés ne concerne que le plan d'expériences pour l'étude de la recristallisation (section 2 du chapitre 3) et est pris en compte dans l'analyse des résultats. Tous les autres plans d'expériences ont été réalisés avec le même four (four CEA).



Figure 1.2 : Comparaison des courbes temps/température entre deux traitements thermiques réalisés avec le four industriel au CEA DAM Valduc (850°C-2h en rouge) et le four LGTec au Cemef (850°C-3h en vert).

## 1.3. Techniques de caractérisation de microstructure

## 1.3.1. Préparation métallographique

La caractérisation de la microstructure requiert une préparation soignée de la surface des échantillons. Pour le cas d'échantillons en tantale de haute pureté, les surfaces sont préparées tout d'abord avec un polissage mécanique avec des papiers abrasifs jusqu'à l'indice granulométrique 4000 (grains de SiC). Ensuite, un polissage mécanique/chimique est réalisé à l'aide d'une solution de silice colloïdale composée de particules de 20 nm de diamètre moyen. Une attaque chimique (25% HF – 75% HNO<sub>3</sub>) est enfin réalisée pendant plusieurs secondes sur les échantillons. Ce protocole de préparation métallographique est plus amplement détaillé dans l'annexe A.

#### 1.3.2. Dureté

Un matériau peut être caractérisé de manière directe par des essais de dureté. Ces essais consistent à pénétrer un indenteur dans la surface d'un échantillon avec une force donnée et à laisser en charge un certain temps. La mesure de l'empreinte laissée sur la surface après la décharge permet ensuite de déterminer une valeur de dureté.

Plusieurs types de dureté existent et pour le cas présent la dureté Vickers a été utilisée. Cet essai est présenté dans la figure 1.3. A partir de la mesure de l'empreinte, une valeur de dureté Vickers est déterminée par l'expression suivante (Felder, 2005) :

$$HV_F = 0,102 \ \frac{2F\sin(\frac{136^\circ}{2})}{d^2} \approx 0,189 \ \frac{F}{d^2}$$
(1.5)

Où  $HV_F$  est la dureté Vickers, F est la force d'essai (N) et d est la moyenne des deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  (mm).



Figure 1.3 : Représentation schématique du principe de l'essai de dureté Vickers.

Les essais de dureté ont été réalisés avec une vitesse d'indenteur de 1  $\mu$ m/s et une charge de 1 kgf. Selon la norme ISO 6507-1 qui régit cet essai, le temps de maintien doit être compris entre 10s et 15s. Kerisit (Kerisit, 2012) a observé que le temps de maintien de l'indentation avait une influence importante sur les valeurs de dureté pour le cas du tantale pur. La dureté diminue progressivement avec le temps de maintien puis atteint un palier après environ 20s d'indentation. Cet effet est attribué à la viscosité élevée du tantale à température ambiante. Pour cette raison, un temps de maintien de 30s a été choisi pour le cas présent afin de s'affranchir d'un quelconque effet lié au temps de maintien, même si ce temps est en dehors de l'intervalle indiqué dans la norme.

#### 1.3.3. Diffraction des rayons X

La technique de diffraction des rayons X a été utilisée pour cette étude pour la caractérisation de la macrotexture. Elle consiste à émettre un faisceau de rayons X à partir d'une source sur un échantillon plan et à détecter l'intensité des rayons diffractés. Le diffractomètre Empyrean de la société Malvern-Panalytical en configuration Bragg-Brentano et un détecteur ponctuel de la même société ont été utilisés pour l'analyse (figure 1.4). Le faisceau de rayons X arrive sur l'échantillon avec un angle d'incidence  $\theta$  par rapport à la surface de l'échantillon et l'angle entre le faisceau diffracté et la surface vaut également  $\theta$ . Une anode en cuivre ( $\lambda_{K\alpha_1}=1,54056$  Å et  $\lambda_{K\alpha_2}=1,54443$  Å, où  $\lambda_{K\alpha_1}$  et  $\lambda_{K\alpha_2}$  sont les longueurs d'onde respectivement des raies  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$ ) est utilisée comme source de rayons X avec les conditions 45 kV et 30 mA.



*Figure 1.4 : Représentation schématique de la mesure des figures de pôles par diffraction des rayons X avec la méthode en réflexion.* 

Le diffractogramme, représentant l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$ , réalisé sur le tantale pur est présenté dans la figure 1.5. Les pics d'intensité correspondent aux différentes familles de plans {hkl} présentes dans la microstructure. Pour chaque famille de plans, l'angle du faisceau diffracté est donné par la loi de Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin(\theta) = n \lambda \tag{1.6}$$

Où  $d_{hkl}$  est la distance interréticulaire correspondant à la distance entre deux plans de la famille {hkl} (Å),  $\theta$  est l'angle de Bragg (rad), n est l'ordre de diffraction et  $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X (Å). Pour un système cubique, la distance interréticulaire est reliée au paramètre de maille par l'expression suivante :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$
(1.7)

Où *a* est le paramètre de maille (Å) et *h*, *k* et *l* sont les indices de Miller de la famille de plans. Ainsi, chaque pic d'intensité peut être associé à une famille de plans particulière.



Figure 1.5 : Diffractogramme obtenu sur du tantale pur.

Afin de déterminer une fonction de distribution des orientations (Orientation Distribution Function, « ODF ») pour la description de la texture, l'acquisition d'au moins trois figures de pôles est nécessaire (Humphreys et Hatherly, 2004). Pour une famille de plans spécifique, le faisceau incident est positionné à l'angle de Bragg  $\theta$  associé à cette famille (figure 1.5) et le détecteur est positionné à l'angle  $2\theta$  par rapport à ce faisceau. Ces positions du faisceau incident et du faisceau diffracté sont figées pendant toute la mesure. La figure de pôles est ensuite mesurée en faisant tourner successivement l'échantillon selon deux directions (figure 1.4) : une rotation autour de la direction normale au plan de l'échantillon (angle azimutal) et une rotation autour d'une direction perpendiculaire à cette direction normale (angle de tilt). Le traitement des figures de pôles et la méthode de détermination des ODFs sont détaillés dans la section 2.2.

#### 1.3.4. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (« MEB ») est une technique d'observation de la surface d'un échantillon qui s'appuie sur le principe d'interaction entre les électrons et la matière. Différentes informations sont accessibles en fonction du type d'électrons détectés. Par exemple, les électrons secondaires sont principalement sensibles à la topographie de l'échantillon et les électrons rétrodiffusés sensibles au numéro atomique des atomes. Dans ces travaux, les techniques d'imagerie par contraste de canalisation des électrons (Electron Channeling Contrast Imaging, « ECCI ») et de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction, « EBSD ») sont employées. Les analyses sont réalisées à l'aide d'un MEB Carl Zeiss Supra40 équipé d'un canon à émission de champ.

#### Imagerie par contraste de canalisation des électrons (« ECCI »)

La technique d'imagerie par contraste de canalisation des électrons permet l'observation des défauts cristallins présents dans une microstructure, en particulier les dislocations. Le terme « canalisation des électrons » est utilisé pour désigner la pénétration des électrons dans un réseau cristallin. Deux approches différentes existent pour décrire ce phénomène en fonction de la nature considérée pour les électrons (Wilkinson et Hirsch, 1997; Kamaladasa et Picard, 2010). La première approche considère le caractère ondulatoire du faisceau d'électrons. Avec la seconde approche, les électrons sont assimilés à des particules et cela permet d'expliquer plus simplement le contraste associé aux défauts cristallins et le contraste d'orientation.

Dans la description particulaire, le réseau cristallin est assimilé à des rangées d'atomes réparties de manière régulière comme présenté dans la figure 1.6. Lorsque le faisceau incident arrive à la surface de l'échantillon, les électrons vont pénétrer sur une profondeur plus ou moins importante en fonction de leur trajectoire d'arrivée par rapport à l'alignement du réseau cristallin (figures 1.6a et 1.6b). Plus la profondeur de pénétration d'un électron est grande, plus sa probabilité d'être rétrodiffusé et collecté par le détecteur est faible. Ainsi, comme les électrons vont être plus rétrodiffusés pour certaines orientations que pour d'autres, cela mène à un contraste d'orientation. D'autre part, la présence d'un défaut cristallin tel qu'une dislocation désorganise localement l'agencement du réseau cristallin. Cela va perturber la pénétration des électrons à cet endroit et donc mener à une variation locale de l'intensité des électrons rétrodiffusés (figure 1.6c). Ainsi, la présence d'un défaut cristallin peut être mise en évidence par la canalisation des électrons.

Dans le cas présent, l'imagerie ECCI a été utilisée pour observer qualitativement la répartition spatiale des dislocations sous la forme de sous-structures lors de la déformation (section 2.4.1 du chapitre 2) et leur évolution par restauration statique (section 2.3 du chapitre 4). Les micrographies ont été acquises à l'aide d'un détecteur rétractable d'électrons rétrodiffusés avec une tension d'accélération de 30 kV, un diaphragme de  $60 \mu m$  et une distance de travail de 11 mm.



Figure 1.6 : Représentation schématique des différentes conditions d'arrivée des électrons par rapport au réseau cristallin : rétrodiffusion des électrons plus importante dans une condition « canal fermé » (a) que dans une condition « canal ouvert » (b). (c) La présence d'une dislocation perturbe localement le réseau cristallin et peut convertir une condition « canal ouvert » en une condition « canal fermé ». Figure tirée de (Kamaladasa et Picard, 2010).

## Diffraction des électrons rétrodiffusés (« EBSD »)

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés permet d'accéder à des informations quantitatives concernant l'orientation cristallographique mais également la taille et la morphologie des grains ce qui en fait une technique très riche. La configuration géométrique pour la mise en œuvre de la technique EBSD est présentée dans la figure 1.7. L'échantillon est incliné à 70° pour augmenter l'intensité des électrons rétrodiffusés. Les échantillons sont diffractés par les familles de plans cristallins qui sont en position de Bragg. Cette diffraction se fait selon des cônes, dits cônes de Kessel (Baudin, 2010). L'intersection de ces cônes avec l'écran fluorescent plan du détecteur EBSD placé devant l'échantillon (figure 1.7) génère un ensemble de lignes qui forment les diagrammes de Kikuchi. Les largeurs des bandes sont liées aux distances interréticulaires des familles de plans. Les positions des bandes sur les diagrammes sont détectées par la méthode de la transformée de Hough et sont ensuite comparées aux positions théoriques déterminées à partir de la structure cristalline du matériau étudié. Cette comparaison permet alors de déterminer l'orientation cristallographique de la zone caractérisée.

Expérimentalement, la préparation de surface de l'échantillon est très importante car elle conditionne la qualité des diagrammes de Kikuchi, le signal analysé provenant de l'extrême surface de l'échantillon (quelques dizaines de nm (Baudin, 2010)). En effet, si la surface présente des problèmes d'oxydation ou d'écrouissage par exemple, cela va dégrader la détection des bandes. La surface de l'échantillon doit par conséquent être très soignée.

Dans ces travaux, les cartographies EBSD ont été acquises avec une tension d'accélération de 20 kV, un diaphragme de 120  $\mu$ m et une distance de travail de 15 mm à l'aide du système Quantax de Bruker composé d'une caméra EBSD e<sup>-</sup>Flash<sup>HR</sup> et du logiciel Esprit 2.1.

Le traitement des données EBSD pour la détermination des joints de grains, le calcul de la taille moyenne de grains (au sens du diamètre de cercle équivalent) et la classification des grains selon leur orientation cristallographique est défini lors de la description de l'état initial dans la section 2.1 suivante.

Le traitement des données EBSD pour l'estimation de densités de dislocations est défini lors de la caractérisation de l'état déformé dans la section 2.3.1 du chapitre 2.

Le traitement des données EBSD pour la quantification des sous-structures de dislocations est défini dans la section 2.4.2 du chapitre 2.

Le traitement des données EBSD pour la détermination de fractions recristallisées est défini dans la section 2.1.1 du chapitre 3.



*Figure 1.7 : (a) Configuration géométrique pour la mise en œuvre de la technique EBSD et (b) montage réel dans la chambre d'un MEB. Figure tirée de (Baudin, 2010).* 

## 2. Caractérisation de la matière initiale

## 2.1. Analyse de la microstructure avec la technique EBSD

Pour ces travaux, la matière initiale se présente sous la forme d'une tôle de tantale pur (> 99,95 % massique) de 12 mm d'épaisseur. La tôle a été mise en forme par un laminage à froid suivi d'un traitement thermique de recristallisation. Afin d'analyser la microstructure de la tôle, deux échantillons sont prélevés au centre et au quart de l'épaisseur en prenant soin de conserver la direction normale<sup>1</sup> (DN) de la tôle verticale comme présenté dans la figure 1.8. Chaque échantillon est ensuite poli selon le protocole décrit dans la section 1.3.1. Une cartographie EBSD de dimensions 1,20 mm x 0,90 mm est acquise pour chaque cas avec un pas d'acquisition de 1,20  $\mu$ m (figures 1.8a et 1.8b). Ce pas d'acquisition a été choisi de manière à réaliser un compromis entre la surface caractérisée et la résolution

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> La tôle initiale a été reçue sous la forme d'un disque et la direction de la dernière passe de laminage DL est inconnue (DT : direction tangentielle). Les échantillons de cette étude étant prélevés à différentes zones de la tôle, des directions X et Y sont définies comme étant deux directions indicatives du plan DL-DT. A l'inverse, la direction normale DN correspond à la véritable direction normale macroscopique de la tôle initiale et est commune à tous les échantillons. Par conséquent, c'est la direction de référence utilisée pour toute l'étude.

spatiale pour avoir des résultats statistiquement représentatifs. Le post-traitement des données EBSD a été réalisé avec la boîte à outils MTEX (Bachmann et al., 2010) sur Matlab<sup>®</sup>. Dans toute l'étude, les joints de grains sont définis comme les joints avec un angle de désorientation supérieur à 10°. Après vérification visuelle, cette valeur de seuil apparaît satisfaisante pour distinguer deux grains d'orientations différentes.

La microstructure initiale est entièrement recristallisée mais n'est pas homogène entre le centre et le quart de l'épaisseur de la tôle. Cette hétérogénéité concerne tout d'abord les orientations cristallographiques des grains, visible qualitativement par une distribution des couleurs des grains différente. La texture des matériaux CC après laminage à froid est communément décrite par des fibres d'orientations. Une fibre correspond à un ensemble d'orientations ayant une direction cristallographique donnée parallèle à une direction macroscopique. De plus amples détails concernant la description des textures de déformation des matériaux CC sont présentés dans la section 1.4 du chapitre 2. Dans le cas présent, la fibre  $\theta$  et la fibre  $\gamma$ , définies respectivement par la direction cristallographique <100> et <111> parallèle à la direction normale de la tôle, ont pu être étudiées du fait que cette direction est la seule direction macroscopique connue et commune à tous les échantillons. Ainsi, pour quantifier les différences de texture cristallographique, les grains sont rangés en trois classes selon leur orientation moyenne :

- Les grains de la fibre  $\theta$  (<100> // DN) ;
- Les grains de la fibre  $\gamma$  (<111> // DN) ;
- Les grains « Autres » qui correspondent aux grains n'appartenant à aucune des deux précédentes fibres.

Cette classification est réalisée avec une tolérance de 15° pour chaque classe d'orientations.

La fibre  $\gamma$  est très intense au centre de la tôle (environ 81% en fraction surfacique dans la figure 1.8a et intensité élevée pour la figure de pôles {111} de la figure 1.8c). Pour la microstructure au quart de l'épaisseur, la texture est moins marquée avec une fibre  $\gamma$  minoritaire (environ 10%) et une fibre  $\theta$  plus intense (environ 33%) comme illustré dans les figures 1.8b et 1.8d. Cette différence de texture cristallographique entre les deux zones peut raisonnablement être attribuée à la dernière étape de laminage à froid avant le traitement thermique de recristallisation pour la mise en forme de la tôle. En effet, comme observé aussi bien sur des matériaux de structure cubique centrée (« CC ») (Clark et al., 1991) que cubique à faces centrées (« CFC ») (Truszkowski et al., 1980), les conditions de laminage (géométrie de la zone de déformation et frottement entre les rouleaux et la tôle) peuvent donner lieu à des composantes de cisaillement jusqu'au premier quart de l'épaisseur de la tôle. Ainsi, la texture est hétérogène dans l'épaisseur de la tôle.

Les deux microstructures présentent également une hétérogénéité en termes de taille de grains comme présenté dans la figure 1.9. Pour le calcul de la taille, le diamètre équivalent d'un grain, défini comme le diamètre du cercle de surface égale à la surface du grain, a été utilisé. Les grains sur les bords de la cartographie EBSD et ceux plus petits que 5 pixels sont exclus du calcul de la moyenne. La taille moyenne des grains telle qu'elle a été calculée dans ce travail correspond à la moyenne des diamètres équivalents pondérés par les surfaces de grains respectives. Les résultats indiquent que les grains au centre de la tôle ont une taille moyenne plus grande que ceux au quart de l'épaisseur, le diamètre équivalent moyen étant respectivement de 156  $\mu$ m et 108  $\mu$ m. Cela est étayé également par la distribution de taille de grains plus large au centre qu'au quart de l'épaisseur (figure 1.9).



Figure 1.8 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises (a) au centre et (b) au quart de l'épaisseur de la tôle initiale (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard ; pour rappel, X et Y sont deux directions inconnues du plan de laminage de la tôle initiale). Les traits blancs et noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10° pour chaque cas ; (c)&(d) : figures de pôles pour chaque cas représentées dans le plan X-Y (i.e. normal à DN) avec intensités indiquées en MRD (« Multiple of a random distribution »).



Figure 1.9 : Distributions de taille de grains (diamètre équivalent) au centre (noir) et au quart de l'épaisseur (rouge) de la tôle initiale déterminées respectivement à partir des cartographies EBSD des figures 1.8a et 1.8b.

## 2.2. Analyse de la macrotexture avec la technique DRX

Afin d'analyser la macrotexture de la matière initiale, la tôle initiale a été caractérisée avec la technique DRX. Pour ce faire, des échantillons suffisamment grands (10 mm x 20 mm) sont prélevés dans la tôle initiale dans le plan X-Y (i.e. normal à DN) et polis afin d'observer la texture au centre et au quart de l'épaisseur de la tôle. Pour chaque cas, les figures de pôles {110}, {200}, {211} et {222} sont mesurées avec le diffractomètre Empyrean (section 1.3.3) avec un pas de 3° en azimut et de 3° pour le tilt variant de 0° à 69°. Les figures de pôles expérimentales sont ensuite corrigées des effets du bruit de fond et de la défocalisation puis normalisées. Les ODFs sont déterminées à partir de ces quatre figures de pôles à l'aide de la boîte à outils MTEX par une méthode qui consiste à discrétiser l'ODF global en une combinaison linéaire d'ODFs unimodaux (décrit chacun par une fonction radiale symétrique) et à développer cette combinaison linéaire en série de Fourier (Hielscher et Schaeben, 2008). Dans le cas présent, une fonction radiale du type de la Vallée Poussin (Schaeben, 1999) avec une demi-largeur de 5° (développement en série de Fourier jusqu'au rang 58) est utilisée. Les matériaux CC formant souvent des textures type fibre après le laminage à froid (section 1.4 du chapitre 2), les ODFs sont couramment représentées dans l'espace des angles d'Euler (selon la convention de Bunge (Bunge, 1983)) dans la section à  $\varphi_2 = 45^\circ$  où les fibres  $\theta$  et  $\gamma$  sont présentes comme illustré dans la figure 1.10c. Les résultats obtenus au centre et au quart de l'épaisseur de la tôle sont présentés respectivement dans les figures 1.10a et 1.10b. Ils confirment la différence de texture entre ces deux zones observées précédemment à plus petite échelle avec la technique EBSD (figure 1.8). Il est notamment à nouveau observé que la fibre  $\gamma$  est très intense au centre et que les grains « Autres » sont majoritaires au quart de l'épaisseur. Seule une comparaison qualitative est possible car les résultats obtenus sont fortement dépendants de la technique employée.

Pour le cas du centre de la tôle initiale, la prédominance de la fibre  $\gamma$  a été étudiée plus en détail afin d'observer de potentielles hétérogénéités significatives dans la texture initiale. Pour ce faire, l'échantillon observé avec la technique DRX (pour le centre de l'épaisseur) a été caractérisé avec la technique EBSD comme présenté dans la figure 1.11. Trois cartographies EBSD dix fois plus grandes que celles de la figure 1.8 ont été acquises à trois localisations aléatoires (dimensions 3,80 mm x 2,85 mm et pas d'acquisition de 3,45  $\mu$ m).



Figure 1.10 : Représentation des fonctions de distribution des orientations dans la section à  $\varphi_2 = 45^\circ$  pour (a) le centre et (b) le quart de l'épaisseur de la tôle initiale ; (c) localisation des fibres  $\theta$  et  $\gamma$  et des orientations associées dans la section à  $\varphi_2 = 45^\circ$  de l'espace d'Euler ; (d) fraction de chaque classe d'orientations obtenue avec les techniques EBSD et DRX pour le centre et le quart de l'épaisseur.



Figure 1.11 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises au centre de la tôle initiale (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits blancs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. Le rectangle bleu sur la face droite du parallélépipède et les rectangles blancs sur la cartographie EBSD #1 représentent la taille d'une cartographie EBSD comme celles de la figure 1.8.

Les fractions surfaciques des grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » sont détaillées quantitativement pour chaque cartographie EBSD dans la figure 1.12. Les résultats confirment la prédominance de la fibre  $\gamma$  au centre de la tôle initiale avec une grande représentativité statistique. Cependant, ils montrent également que la fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  varie entre 70% et 80% selon la zone où est réalisée la cartographie EBSD. Les rectangles blancs sur la cartographie EBSD #1 (appelés Carto#1a et Carto#1b) représentent la taille des cartographies réalisées pour l'observation de la microtexture dans la figure 1.8 (et pour l'analyse des microstructures déformées à l'échelle du polycristal au chapitre 2). Avec cette taille d'observation, il apparaît clairement que la fibre  $\gamma$  peut être beaucoup moins dominante (figure 1.12). En effet, la fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  est d'environ 70% pour la cartographie EBSD #1a de gauche alors qu'elle est d'environ 50% pour la cartographie EBSD #1b de droite. Dans la suite, seule la technique EBSD sera utilisée pour l'analyse de la microtexture des échantillons après déformation (section 2.2 du chapitre 2).



Figure 1.12 : Fraction surfacique des grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » pour chaque cartographie EBSD de la figure 1.11.

## 3. Conclusions

Dans ce chapitre, les différents moyens d'essais mécaniques et techniques de caractérisation utilisés lors de la thèse ont été présentés. La caractérisation du tantale pur à l'état de réception a été présentée. La microstructure initiale est entièrement recristallisée mais une forte hétérogénéité en termes de taille de grains et de texture est présente entre le centre et le quart de l'épaisseur de la tôle. La taille des grains au centre est supérieure à celle au quart de l'épaisseur. Au centre de l'épaisseur, les grains de la fibre  $\gamma$  sont très majoritaires (entre 50% et 80%). Au quart de l'épaisseur, les grains de la fibre  $\gamma$  sont en revanche très minoritaires (environ 10%) et en plus faible proportion que ceux de la fibre  $\theta$  (environ 33%).

Chapitre II : Evolutions microstructurales pendant la déformation à froid

## 1. Etat de l'art

## 1.1. Déformation plastique dans les alliages métalliques Introduction

Le comportement d'un matériau tout au long de sa mise en forme dépend de ses propriétés intrinsèques, parmi lesquelles l'énergie de faute d'empilement (Stacking Fault Energy, « SFE ») est l'une des plus influentes. Elle détermine dans quelle mesure une dislocation parfaite a la capacité de se dissocier en deux dislocations partielles avec la création d'une faute d'empilement entre elles (figure 2.1a). L'espacement entre ces dislocations partielles est d'autant plus important que l'énergie de faute d'empilement est faible. Or plus cet espacement est important, plus il est difficile pour les dislocations de se recombiner, condition nécessaire notamment au glissement dévié (cross-slip) qui permet le changement de plan de glissement (figure 2.1b). Avec la capacité de glissement dévié, les dislocations vont se déplacer afin de prendre les configurations qui minimisent leur énergie. L'énergie d'une dislocation est la somme de l'énergie de cœur et de l'énergie élastique engendrée par le champ de déformation présent autour de la dislocation (Hull et Bacon, 2011). Ces énergies élastiques sont minimisées lorsque les dislocations se regroupent en amas ou en sous-joints dans des sous-structures bien organisées. Par conséquent, plus l'énergie de faute d'empilement est élevée, plus les dislocations sont aptes à migrer et ainsi la formation de sous-structures est facilitée.



Figure 2.1 : (a) Micrographie obtenue par microscopie électronique à transmission (« MET ») des fautes d'empilement entre deux dislocations partielles lors de la déformation à chaud d'un superalliage base nickel monocristallin. Figure tirée de (Dubiel et Czyrska-Filemonowicz, 2006) ; (b) Représentation schématique de la chronologie du glissement dévié d'une dislocation pour le cas d'un matériau CFC. Figure tirée de (Hull et Bacon, 2011).

Cependant, les fautes d'empilement n'ont pas été observées dans les matériaux CC. Des calculs d'énergie en considérant d'hypothétiques fautes d'empilement ont confirmé que leur existence est très peu probable pour ces matériaux (Vitek, 1976). Par conséquent, les énergies de faute d'empilement sont le plus souvent estimées théoriquement en faisant différentes hypothèses. Pour le tantale, l'énergie de faute d'empilement à température ambiante est estimée à environ 41 mJ/m<sup>2</sup> et 220 mJ/m<sup>2</sup> en considérant les cas où les fautes

d'empilement sont respectivement sur les plans {112} (Wasilewski, 1967) et les plans {110} (Pegel, 1968). Du fait de l'instabilité des fautes d'empilement dans les matériaux CC, le glissement dévié peut avoir lieu facilement et les matériaux CC se comportent de manière similaire aux matériaux CFC ayant des énergies de faute d'empilement élevées, comme l'aluminium pur ou le nickel pur par exemple (Humphreys et Hatherly, 2004). La possibilité de glissement dévié explique la raison pour laquelle la restauration est très active pour les matériaux CC, pour le tantale en particulier. Ce point sera discuté plus en détail dans le chapitre 4.

Pour les matériaux CC, trois systèmes de glissement existent : {110} <111>, {112} <111> et {123} <111>. La même famille de directions <111> est contenue dans les trois plans et en particulier trois plans {110}, trois plans {112} et six plans {123} s'intersectent selon une même direction <111>. Dans ce cas, quand le glissement dévié se produit, les dislocations peuvent se déplacer selon diverses combinaisons de ces trois plans (Hull et Bacon, 2011). L'activation spécifique de certains systèmes de glissement dépend de la composition chimique du matériau, de l'orientation cristallographique, de la température et de la vitesse de déformation (Hull et Bacon, 2011; Humphreys et Hatherly, 2004). Pour une déformation à froid, le glissement est principalement observé sur les plans {110} (Orlans-Joliet et al., 1988). Pour le cas du tantale, le glissement a lieu principalement sur les plans {110} mais l'observation de traces de glissement avec un aspect ondulé est un indicateur que le glissement a lieu sur d'autres plans (Weinberger et al., 2013). A très faible température (4,2 K), le glissement a tendance à se produire sur les plans {110} pour une déformation en traction et sur les plans {112} pour une déformation en compression. A une température plus élevée, le glissement a lieu sur les plans avec la contrainte résolue de cisaillement la plus élevée parmi tous les systèmes de glissement possibles. La présence de solutés (carbone, oxygène ou azote) rend les traces de glissement rectilignes ce qui indiquerait que le glissement a lieu uniquement sur les plans {110} (Weinberger et al., 2013).

Par ailleurs, lors de simulations de plasticité cristalline (avec un modèle de Taylor de type contraintes relâchées) du laminage à froid de tantale pur (Raabe et al., 1993, 1994), les textures simulées étaient en meilleur accord avec celles expérimentales lorsque les glissements sur les plans {110}, {112} et {123} étaient considérés.

## Sous-structures de dislocations

Les premières observations de microstructures déformées ont été réalisées par MET en raison de l'échelle d'observation. Ensuite, les microstructures déformées ont pu être caractérisées par MEB avec le développement des techniques ECCI et EBSD notamment. Toutefois, les sous-structures de dislocations restent le plus souvent observées par MET aujourd'hui. De plus, la majorité des travaux a été réalisée sur des matériaux CFC (notamment l'aluminium, le nickel et le cuivre). Bien que les mécanismes de plasticité soient différents entre les matériaux CC et CFC, les différents éléments constituant les hétérogénéités intragranulaires détaillées ci-après sont rencontrés aussi bien pour les uns que pour les autres.

La microstructure déformée peut être décrite à plusieurs échelles comme illustré dans la figure 2.2. Tout d'abord, les cellules, le plus souvent de forme équiaxe et libres de dislocations, constituent les plus petits éléments de volume qui se forment au début de la déformation. Avec une déformation croissante, le nombre de cellules augmente et des blocs de cellules (Cell Blocks, « CBs ») contenant plusieurs cellules se forment. A une échelle plus grande, les blocs de cellules sont délimités entre eux par des sous-joints plutôt fins appelés parois de dislocations (Dense Dislocation Walls, « DDWs ») et par des sous-joints plus larges appelés microbandes (« MBs ») (figures 2.2a et 2.3a). Les cellules à l'intérieur d'un même bloc se déforment de manière assez uniforme avec moins de systèmes de glissement activés que ne l'exige le critère de plasticité de Taylor (Taylor, 1938). A l'opposé, l'activité des systèmes de glissement est différente entre deux blocs de cellules voisins ce qui permet de satisfaire la déformation macroscopique (Bay et al., 1992). Avec un niveau de déformation plus important, ces blocs de cellules peuvent devenir très plats et peuvent être qualifiés de bandes de cellules lorsqu'il n'y a plus qu'une ou deux cellules dans l'épaisseur. Les parois de dislocations et les microbandes sont alors confondues et sont remplacées par des sous-joints dit lamellaires (figures 2.2b et 2.3b) (Doherty et al., 1997; Driver, 1995).



Figure 2.2 : Représentations schématiques de la subdivision d'un grain pour le cas des (a) déformations faibles et (b) déformations élevées. Figures tirées de (Hughes et Hansen, 1997).



Figure 2.3 : Micrographies obtenues par MET de la subdivision d'un grain lors du laminage à froid de nickel pur : (a) réduction de 50% ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.8$ ) et (b) réduction de 95% ( $\varepsilon_{VM} \approx 3.5$ ). Figures tirées de (Hughes et Hansen, 1993).

La transition entre ces deux types de structures se produit pour un niveau de déformation qui dépend du matériau et des conditions de déformation (mode, vitesse et température). Entre ces deux états, la microstructure est assez hétérogène et des bandes de micro-cisaillement peuvent apparaître (figure 2.4). Ces bandes entrecoupent de manière oblique la structure de blocs de cellules mais ne traversent pas entièrement les grains. Comme les sous-joints deviennent sinueux et prennent des formes proches de « S », les bandes de micro-cisaillement peuvent être reliée à l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Avec une déformation croissante, les bandes de micro-cisaillement se confondent progressivement avec les sous-joints lamellaires ce qui rend difficile leur distinction (Hughes et Hansen, 1993, 2018; Humphreys et Hatherly, 2004). Pour le cas du laminage, il est souvent observé que les microbandes et les sous-joints lamellaires s'alignent avec la direction de laminage au fur et à mesure de la déformation (Hughes et Hansen, 1997; Liu et al., 1998; Hurley et Humphreys, 2003). Cet alignement progressif serait la conséquence de l'accumulation des micro-cisaillements des blocs de cellules (Hughes et Hansen, 1993).



Figure 2.4 : Micrographie obtenue par MET de la subdivision d'un grain lors du laminage à froid de nickel pur (réduction de 50% ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.8$ )) où des bandes de micro-cisaillement traversant les blocs de cellules sont visibles. Figure tirée de (Hughes et Hansen, 2018).

## **Classifications utilisées**

Pour décrire la microstructure déformée, plusieurs classifications sont proposées dans la littérature. Une première classification distingue les joints de grains à faible angle de désorientation (Low Angle Grain Boundaries, « LAGBs ») des joints de grains à fort angle de désorientation (High Angle Grain Boundaries, « HAGBs »). La valeur limite pour la transition entre ces deux types de joints de grains est généralement prise entre 10° et 15° (Read et Shockley, 1950). Ainsi, les LAGBs désignent les sous-joints et les HAGBs les joints de grains à proprement parler.

Une autre classification (Kuhlmann-Wilsdorf et Hansen, 1991) distingue les sousjoints en se basant sur les mécanismes par lesquels ils sont formés. Les sous-joints des cellules de dislocations constituent les sous-joints accidentels (Incidental Dislocation
Boundaries, « IDBs »). Tous les autres types de sous-joints (parois de dislocations, microbandes, sous-joints lamellaires, sous-joints dans les bandes de micro-cisaillement) constituent les sous-joints géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Boundaries, « GNBs »). Les IDBs sont le résultat de l'accumulation aléatoire des dislocations induites par une activité de glissement localement homogène. Ces dislocations se piègent et forment des sous-joints à faible désorientation. Les GNBs sont en revanche causés par les différentes activités de glissement entre blocs de cellules voisins d'où leur dénomination de « géométriquement nécessaires » afin d'accommoder les désorientations. Néanmoins, cette classification n'est pas unanimement acceptée dans la littérature. Comme souligné par Humphreys et Hatherly (Humphreys et Hatherly, 2004), les IDBs, malgré leur dénomination, sont géométriquement nécessaires au même titre que les GNBs car ils permettent d'accommoder des désorientations. C'est pourquoi ces auteurs considèrent qu'il est plus approprié de distinguer les sous-joints en fonction de leur nature transitoire (sous-joints des cellules) ou permanente (parois de dislocations, microbandes) dans la microstructure déformée.

## Synthèse

- Les matériaux pour lesquels le glissement dévié peut avoir lieu (CFC à forte énergie de faute d'empilement ou CC) développent des sous-structures de dislocations lors de la déformation ;
- Plusieurs classifications pour décrire ce développement existent dans la littérature : LAGBs et HAGBs, IDBs et GNBs ;
- Cependant, il n'y pas de consensus dans la littérature à propos de ces classifications, en particulier celle distinguant les IDBs et les GNBs.

## 1.2. Evolution des sous-structures lors de la déformation plastique Taille des sous-structures

Pour décrire quantitativement les sous-structures de dislocations, les évolutions de leur taille et de leur désorientation lors de la déformation ont été examinées dans de nombreux travaux. Gil Sevillano et al. (Gil Sevillano et al., 1980) ont fait la revue de différentes caractérisations réalisées par MET avant 1980 sur des matériaux CC (fer, niobium) et CFC (aluminium, cuivre) déformés à froid par différents modes de déformation. Les résultats montrent que les tailles de sous-structures diminuent quand la déformation augmente d'une manière identique indépendamment de la structure cristallographique du matériau et de son mode de déformation (figure 2.5a). Il est à noter que les tailles de sous-structures considérées ne sont pas des diamètres équivalents mais très souvent des intercepts linéaires en raison de l'alignement des sous-joints à partir d'un certain niveau de déformátion. Les études plus récentes réalisées principalement sur des matériaux CFC déformés à froid comme l'aluminium (Liu et Hansen, 1995; Furu et al., 1995; Hughes et al., 1997; Mishin et al., 2003; Hurley et Humphreys, 2003; Kapoor et al., 2013; Kamikawa et Tsuji, 2016; Hughes et Hansen, 2018; Almeida et al., 2020a), le nickel

(Hughes et al., 1998; Hughes et Hansen, 2000, 2018; Wu et al., 2011; Bhattacharjee et al., 2013; Zhang et al., 2013a, 2017b), le cuivre (Gu et al., 2010; Mishin et al., 2003; Shaarbaf et Toroghinejad, 2008; Suresh et al., 2012; Zolotorevsky et al., 2020) et l'acier inoxydable 304L (Hughes et al., 1998; Odnobokova et al., 2015) ont abouti à des tendances similaires. Dans une moindre mesure, les matériaux CC comme le niobium (Gapontseva et al., 2016; Srinivasan et al., 2009) et l'acier IF (Interstitial Free) (Li et al., 2004b; Samet-Meziou et al., 2008; Orlov et al., 2013; Jamaati et al., 2015; Cruz-Gandarilla et al., 2016) ont été caractérisés et les tendances observées sont similaires à celles observées sur les matériaux CFC. Pour le tantale, les tailles de sous-structures mesurées lors de la déformation à froid de monocristaux (Vandermeer et Snyder, 1979), d'oligocristaux (Sandim et al., 1999a, 2001) et de polycristaux (Deng et al., 2014a; Hughes et Hansen, 1997; Liu et al., 2017, 2018b; Mathaudhu et Ted Hartwig, 2006; Zhu et al., 2020a) sont de même ordre de grandeur que les résultats précédents. D'une manière générale, après une diminution rapide jusqu'à un niveau de déformation d'environ 1,5, les tailles de sous-structures diminuent ensuite plus lentement de manière linéaire (figure 2.5a). Nes (Nes, 1997) relie cette linéarité à celle ayant lieu lors du stade IV de l'écrouissage en utilisant la corrélation couramment employée entre la contrainte d'écoulement et l'inverse de la taille des sous-structures. Un parallèle similaire est également reporté par Hughes et Hansen (Hughes et Hansen, 2018).

D'autre part, la taille des sous-structures évolue de manière différente lorsque les IDBs sont distingués des GNBs. En effet, il a été observé sur de l'aluminium pur, du nickel pur et de l'acier IF laminés à froid (Hansen et Hughes, 1995; Hughes et al., 1997; Li et al., 2004b; Hughes et Hansen, 2018) que la diminution de l'espacement entre les GNBs quand la déformation augmente est plus rapide que celle de l'espacement entre les IDBs (figure 2.5b). Pour les niveaux de déformation élevés, les deux espacements sont à peu près similaires ce qui laisse supposer que la microstructure s'est réorganisée en bandes d'une cellule d'épaisseur.



Figure 2.5 : (a) Evolution de la taille des sous-structures avec le niveau de déformation (taille normalisée par la valeur trouvée pour  $\varepsilon_{VM} \approx 1,5$ ) pour plusieurs matériaux CC (Fe, Nb) et CFC (Al, Cu) déformés à froid par différents modes de déformation. Figure tirée de (Gil Sevillano et al., 1980) ; (b) Evolution de l'espacement entre les IDBs et entre les GNBs avec le niveau de déformation pour de l'aluminium pur laminé à froid. Figure tirée de (Hansen et Hughes, 1995).

## Désorientation des sous-joints

L'évolution de l'angle de désorientation des sous-joints avec la déformation a également été étudiée mais dans une moindre mesure. Les travaux ont été réalisés principalement sur des matériaux CFC notamment l'aluminium (Almeida et al., 2020b; Furu et al., 1995; Hansen et Hughes, 1995; Hughes et Hansen, 1997, 2018; Kamikawa et Tsuji, 2016; Kapoor et al., 2013; Lanjewar et al., 2020; Liu et Hansen, 1995; Liu et al., 2020; Mishin et al., 2003), le nickel (Wu et al., 2011; Korznikova et al., 2012; Zhang et al., 2013a) et le cuivre (Deng et al., 2016; Suresh et al., 2012; Uniwersał et al., 2016; Yoshida et al., 2014; Zolotorevsky et al., 2020). Moins de travaux ont été réalisés sur des matériaux CC comme le fer (Gil Sevillano et al., 1980), l'acier IF (Li et al., 2003, 2004b; Orlov et al., 2013; Samet-Meziou et al., 2020b). D'une manière générale, l'angle de désorientation augmente avec la déformation mais dans une gamme de valeurs qui varie selon le matériau étudié, le mode de déformation utilisé ou encore la technique de détermination de l'angle de désorientation.

Cette augmentation est généralement assez linéaire sans saturation apparente. Cependant, une saturation de l'angle de désorientation entre 2° et 3° à partir d'un niveau de déformation d'environ 1 est observée dans quelques études (Furu et al., 1995; Li et al., 2003; Nes et al., 1982) (figure 2.6a). Pantleon (Pantleon, 2005a) a examiné cette différence et a démontré que cette saturation n'est qu'apparente. Elle est causée par la superposition de différents types de sous-joints (IDBs et GNBs) et par l'utilisation de valeurs seuil pour la détermination des sous-joints. D'une part, l'angle de désorientation augmente au cours de la déformation pour les IDBs et les GNBs mais d'une manière bien distincte : l'augmentation est beaucoup plus rapide et les angles de désorientation plus élevés pour les GNBs que pour les IDBs (figure 2.6b). Ainsi, les angles de désorientation des GNBs peuvent dépasser la valeur seuil pour la détermination des joints de grains pour les niveaux de déformation élevés ce qui indique la transformation d'un GNB en un joint de grain (Hughes et Hansen, 1997; Sandim et al., 1999a). Le fait de ne pas considérer cette fragmentation de grain dans l'analyse donne lieu, en partie, à la conclusion d'une saturation de la désorientation des GNBs. Il est à noter qu'il est difficile de différencier les joints de grains présents dès l'état initial de ceux formés lors de la déformation par fragmentation. Une méthode pour réaliser cette distinction lors de caractérisations par EBSD est proposée par Zolotorevsky et al. (Zolotorevsky et al., 2019) et est détaillée plus bas. D'autre part, l'utilisation d'un seuil inférieur, notamment imposée par la résolution angulaire lors de caractérisations par EBSD, revient à exclure également une partie des sous-joints notamment des IDBs.



Figure 2.6 : (a) Evolution de l'angle de désorientation des sous-joints avec le niveau de déformation pour de l'aluminium pur laminé à froid (saturation apparente pour  $\varepsilon_{VM} \approx 1$ ). Figure tirée de (Furu et al., 1995) ; (b) Evolution de l'angle de désorientation des IDBs et des GNBs avec le niveau de déformation pour de l'aluminium pur laminé à froid. Les lignes noires sont les ajustements par la méthode des moindres carrés des équations (2.1) et (2.2) pour respectivement les IDBs et les GNBs. Figure tirée de (Pantleon, 2005a).

#### Modèles d'évolution des sous-structures

Dans le but de décrire l'évolution de l'angle de désorientation en fonction du type de sous-joints, des lois puissances empiriques ont tout d'abord été proposées par Hughes et al. (Hughes et al., 1997). Des lois puissances avec des exposants d'environ 1/2 et 2/3 pour respectivement les IDBs et les GNBs ont permis un accord assez correct avec des données expérimentales obtenues sur de l'aluminium laminé à froid. Plus tard, Pantleon (Pantleon, 2001, 2004) a proposé de nouvelles expressions à partir de modèles théoriques basés sur les mécanismes de formation de chaque type de sous-joints :

$$\overline{\theta_{IDB}}(^{\circ}) = \sqrt{\frac{\pi}{2}} \sqrt{C_{IDB} \varepsilon_{VM}} = A_{IDB} \sqrt{\varepsilon_{VM}}$$
(2.1)

$$\overline{\theta_{GNB}}(^{\circ}) = \sqrt{\frac{\pi}{2}} \sqrt{C_{GNB} \varepsilon_{VM} + \sigma_{des}^2 \varepsilon_{VM}^2} = A_{GNB} \sqrt{\varepsilon_{VM} + B \varepsilon_{VM}^2}$$
(2.2)

Où  $C_{IDB}$  et  $C_{GNB}$  sont des constantes égales à  $Pb/d^*$  (avec P la probabilité d'immobilisation des sous-joints, b le module du vecteur de Burgers et  $d^*$  la distance entre sous-joints) et  $\sigma_{des}$  est le déséquilibre d'activation des systèmes de glissement de part et d'autre des sous-joints.

L'expression déterminée pour l'angle de désorientation moyen des IDBs est en accord avec la loi puissance avec un exposant de 1/2. En revanche, l'expression pour les GNBs se distingue d'une loi puissance notamment par le second membre de la racine. Celui-ci représente la contribution causée par la différence d'activité des systèmes de glissement. De plus, la transition entre une évolution rapide et ensuite plus linéaire est mieux transcrite avec cette expression (Pantleon, 2005a). Cette transition peut être reliée à

celle entre le stade III et le stade IV de l'écrouissage. Ainsi, d'autres auteurs (Hughes et Hansen, 2018) proposent de manière alternative de décrire les évolutions par des lois bilinéaires avec une pente différente pour chaque stade de l'écrouissage.

La distribution des angles de désorientation des sous-joints a aussi été examinée afin d'avoir une description plus précise de la microstructure en complément de l'information des valeurs moyennes. Les densités de probabilité des angles de désorientation des IDBs et des GNBs sont très bien décrites par des distributions de Rayleigh (Pantleon et Hansen, 2001) s'exprimant sous la forme :

$$f_R(\theta) = \frac{\theta}{\sigma^2} \exp\left(-\frac{\theta^2}{2\sigma^2}\right)$$
(2.3)

Où  $\sigma$  est l'écart-type de la distribution égal à  $\bar{\theta}\sqrt{2/\pi}$  (avec  $\bar{\theta}$  l'angle de désorientation moyen).

Les auteurs proposent une description universelle de la distribution de chaque type de sous-joints en normalisant l'angle de désorientation par l'angle de désorientation moyen (Pantleon et Hansen, 2001) (figure 2.7a). De manière similaire, l'existence d'une description universelle pour l'espacement entre sous-joints indépendante des conditions de déformation et du matériau a été proposée (Godfrey et Hughes, 2000).

La distribution globale des angles de désorientation considérant à la fois ceux des IDBs et ceux des GNBs simultanément peut être décrite par une combinaison linéaire de deux distributions de Rayleigh (figure 2.7b). Ainsi, à partir d'une distribution globale, les paramètres relatifs aux IDBs et aux GNBs peuvent être estimés (Pantleon et Hansen, 2001). En se basant sur cette observation, Moussa et al. (Moussa et al., 2017) ont transposé cette méthode à des gradients d'angle de désorientation mesurés par EBSD sur du tantale pur comprimé à froid. L'utilisation de deux distributions de Rayleigh s'est montrée satisfaisante pour décrire la distribution globale expérimentale. Des valeurs moyennes de gradients d'angle de désorientation propres aux IDBs et aux GNBs ont alors été estimées. D'autres auteurs (Lanjewar et al., 2020) ont procédé d'une manière similaire avec des données EBSD acquises sur de l'aluminium pur déformé à froid par torsion. Il a été observé que l'ajustement aux résultats expérimentaux par deux distributions de Rayleigh ne se révèle plus satisfaisant pour des niveaux de déformation élevés. Cela peut être causé par l'existence de deux populations distinctes parmi les IDBs et parmi les GNBs pour lesquelles l'angle de désorientation évolue de manière différente (Pantleon et Hansen, 2001). Ces deux populations différentes peuvent être le résultat de l'influence de l'orientation cristallographique qui va induire un développement de sous-structures différent selon les grains (Liu et al., 1998) (voir section suivante). Dans ce cas, l'utilisation d'uniquement deux distributions pour décrire la distribution globale est probablement trop simplificatrice. Une autre méthode pour décrire les distributions expérimentales d'angle de désorientation obtenues par EBSD est proposée par Zolotorevsky et al. (Zolotorevsky et al., 2019) pour le cas d'un cuivre pur comprimé à froid. Les auteurs suggèrent de déconvoluer la distribution globale en trois distributions partielles. Les deux premières peuvent être reliées aux IDBs

et aux GNBs. La troisième regroupe les angles de désorientation très élevés (supérieurs à 20°) causés par un important changement dans l'activité des systèmes de glissement selon les auteurs.



Figure 2.7 : (a) Distribution de probabilité cumulée des angles de désorientation normalisés par l'angle de désorientation moyen des GNBs pour différents taux de réduction atteints par laminage à froid sur de l'aluminium pur ; (b) Distribution de probabilité cumulée des angles de désorientation de tous les sous-joints confondus pour deux taux de réduction atteints par laminage à froid sur de l'aluminium pur. Figures tirées de (Pantleon et Hansen, 2001).

Une autre description des sous-structures est proposée par Nes (Nes, 1997) à travers quatre paramètres : la tailles des sous-structures, l'épaisseur des sous-joints et les densités de dislocations à l'intérieur des sous-structures et dans les sous-joints. Cependant, la détermination expérimentale de ces quatre paramètres est relativement compliquée. Plus récemment, des modèles numériques ont été proposés dans la littérature (Amir H. Motaman et Prahl, 2019; He et al., 2020) avec une description des sous-structures à travers trois densités de dislocations différentes : celle des dislocations mobiles à l'intérieur des cellules et celles des dislocations immobiles dans les parois des cellules (assimilés aux IDBs) et dans les autres types de sous-joints (assimilés aux GNBs). Bien que les données expérimentales soient assez bien retranscrites par les modèles dans chacune des études, il est difficile d'identifier un modèle universel capable de décrire ces évolutions pour différents matériaux dans différentes conditions de déformation.

## Synthèse

- De manière générale, la taille des sous-structures diminue et la désorientation des sousjoints augmente quand la déformation augmente ;
- Lorsque les sous-joints sont classifiés en IDBs et en GNBs, il est observé que la taille et la désorientation évoluent différemment selon le type de sous-joints ;
- Plusieurs travaux ont cherché à déterminer un comportement universel pour l'évolution des sous-structures avec la déformation. Les résultats sont relativement corrects mais seuls des matériaux CFC ont été étudiés.

# 1.3. Influence de l'orientation cristallographique, de la vitesse de déformation et du trajet et mode de déformation

#### Influence de l'orientation cristallographique

L'influence de l'orientation cristallographique sur la déformation plastique et sur le développement des sous-structures de dislocations a été un sujet très étudié dans la littérature. Dillamore et al. (Dillamore et al., 1967) sont parmi les premiers à observer par MET que la taille des sous-structures et la désorientation des sous-joints dépendent de l'orientation cristallographique sur du fer laminé à froid. La taille des sous-structures est plus élevée et la désorientation est plus faible pour l'orientation {001} <110> en comparaison avec l'orientation {110} <110>. Une influence de l'orientation cristallographique sur l'énergie stockée (estimée par l'analyse des profils de rayons X) a aussi été observée sur de l'acier bas-carbone laminé à froid (Every et Hatherly, 1974) et plus récemment par une méthode haute résolution de diffraction des rayons X sur du fer déformé à froid (Borbély et al., 2000). Les évolutions au cours de la déformation varient en fonction des orientations comme observé sur de l'acier IF laminé à froid (Wauthier-Monnin et al., 2015). Les densités de dislocations sont plus élevées dans les grains de la fibre  $\alpha$  (<110>// direction de laminage) que dans les grains de la fibre  $\gamma$  (<111>// direction normale de la tôle) au début de la déformation. Cependant, l'augmentation avec le niveau de déformation a tendance à être plus rapide pour les grains de la fibre  $\gamma$  car ils présentent des densités de dislocations plus élevées à partir de 60% de réduction. Une autre étude sur le même matériau (Li et al., 2004a) a confirmé cette différence de comportement avec des désorientations intragranulaires (grandeur liée à la densité de dislocations) toujours supérieures pour les grains de la fibre  $\gamma$ . De plus, l'influence de l'orientation peut dépendre du mode de déformation comme observé sur de l'acier IF (Kang et al., 2007). La hiérarchie des orientations en fonction de l'angle de désorientation n'est pas identique si le mode de déformation est de la compression plane ou du cisaillement simple. Cette différence est reliée aux évolutions de texture lors de la déformation par les auteurs. L'influence de l'orientation cristallographique est également remarquée sur du niobium pur avec un développement de sous-structures qui varie significativement entre trois monocristaux d'orientations différentes déformés par ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) (Zhu et al., 2013).

Cette dépendance à l'orientation est également rencontrée pour les matériaux CFC notamment l'aluminium (Driver et al., 1994; Huang et Hansen, 1997; Liu et al., 1998; Hurley et Humphreys, 2003; Huang et Winther, 2007; Lin et al., 2009; Hansen et al., 2011; Le et al., 2012), le cuivre (Huang, 1998; Huang et al., 2001; Huang et Winther, 2007; Hansen et al., 2011; Jiang et al., 2015) et le nickel (Hansen et al., 2011; Wu et al., 2011). Pour les matériaux CFC, trois morphologies de sous-structures ont été très souvent observées et semblent indépendantes du matériau étudié et du mode de déformation utilisé (figure 2.8) (Huang et Winther, 2007). Le « Type 1 » correspond à une morphologie courante de sous-structures avec des blocs de cellules et avec des GNBs à peu près alignés avec les plans de glissement les plus actifs. Le « Type 2 » correspond à un ensemble de cellules de dislocations plus ou moins équiaxes sans présence de GNBs. Le « Type 3 »

correspond à une structure similaire à celle du « Type 1 » mais avec des GNBs qui ne sont pas tous alignés avec les plans de glissement activés. Il a été remarqué que pour les déformations uniaxiales (comme la traction par exemple) ces trois types peuvent être associés à trois régions distinctes du triangle stéréographique standard. Pour les déformations par laminage, chaque composante de texture correspond à un type de sousstructures. Dès lors, les caractéristiques des sous-joints (angle de désorientation et espacement) varient en fonction du type de sous-structures, en particulier celles des GNBs dans une plus grande mesure entre le « Type 1 » et le « Type 3 » (Hansen et al., 2001). Une étude réalisée sur du molybdène (structure CC) déformé par traction et compression à chaud (Wang et al., 2014) montre qu'une classification similaire des sous-structures en trois types est également possible pour les matériaux CC. Cependant, il est observé, pour le cas des déformations uniaxiales, que les localisations des « Type 1 » et « Type 3 » dans le triangle standard sont inversées pour les matériaux CC par rapport aux matériaux CFC. Cette inversion peut venir du fait que les plans de glissement principalement activés sont {111} <110> pour les matériaux CFC et réciproquement {110} <111> pour les matériaux CC. Avec ces différentes constatations, plusieurs auteurs (Huang et Winther, 2007; Lin et al., 2009; Hansen et al., 2011) estiment ainsi que l'orientation cristallographique des grains est la propriété la plus dominante pour le développement de sous-structures, devant la taille des grains, les joints de grains ou le taux d'impuretés par exemple.



Figure 2.8 : Classification des morphologies de sous-structures en fonction de l'orientation cristallographique des grains. (a) Représentation de l'orientation des grains dans le triangle standard (direction transversale projetée) en fonction du type de sous-structures ; Micrographies obtenues par MET sur du cuivre pur déformé par traction à froid représentant les sous-structures de (b) « Type 1 », (c) « Type 2 » et (d) « Type 3 ». Figures tirées de (Huang et Winther, 2007).

L'influence de l'orientation cristallographique a aussi été étudiée pour le cas spécifique du tantale pur. Une étude par MET sur des monocristaux laminés à froid (Vandermeer et Snyder, 1979) a mis en évidence le développement de sous-structures pour l'orientation {111} <110> après 80% de réduction alors que pour l'orientation {001} <110> les dislocations étaient réparties de façon uniforme. Ce développement de sous-structures radicalement différent a également été constaté par Sandim et al. (Sandim et al., 2001) à travers des observations par MEB d'un oligocristal de tantale pur laminé à froid (figure 2.9). Après déformation, un développement de sous-structures marqué par une distribution assez large d'angle de désorientation est observé dans un grain A (orientation non précisée) alors que le grain B voisin (orientation {001} <110>) présente peu de sous-structures avec principalement des sous-joints à faible désorientation. De plus, d'autres études par EBSD réalisées sur du tantale pur polycristallin (Deng et al., 2014a; Liu et al., 2018b; Lin et al., 2019) ont permis de dégager une tendance générale pour le cas du laminage à froid : les grains de la fibre  $\gamma$  (<111>// direction normale de la tôle) contiennent plus de sous-structures que les grains de la fibre  $\theta$  (<100> // direction normale de la tôle).



Figure 2.9 : Micrographie obtenue par MEB (mode électrons rétrodiffusés) de deux grains voisins lors du laminage à froid d'un oligocristal de tantale pur ; Distributions d'angle de désorientation pour respectivement le grain A (orientation non précisée) et le grain B (orientation {001} <110>). Figure tirée de (Sandim et al., 2001).

## Influence de la vitesse de déformation

Dans la littérature, l'influence spécifique de la vitesse de déformation sur la formation de sous-structures n'a pas été examinée dans une aussi grande proportion que l'a été celle de l'orientation cristallographique. Certains auteurs (Huang et Winther, 2007) suggèrent que la vitesse de déformation a très peu d'effet sur le développement de sousstructures car des résultats assez similaires ont été obtenus pour deux vitesses de déformation différentes  $(10^{-4} \text{ s}^{-1} \text{ et } 6 \text{ s}^{-1})$  sur plusieurs matériaux CFC (Al, Ni, Cu). Des travaux réalisés sur des monocristaux de cuivre (Edington, 1969) tendent à confirmer cette observation car le développement des sous-structures est similaire sur une plage de vitesse de déformation allant de  $10^{-5}$  à  $10^4 \text{ s}^{-1}$ . Cependant, d'autres études réalisées sur du cuivre monocristallin (Rashid et al., 1992) et polycristallin (Cheval et Priester, 1989) contredisent cette observation de faible influence de la vitesse de déformation. En effet, un développement de sous-structures moins important est remarqué lorsque la vitesse de déformation est plus élevée  $(10^3 \text{ s}^{-1})$ . Une tendance similaire mais plus modérée est observée sur de l'aluminium polycristallin déformé par traction à froid entre  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> et  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup> (Chao et Varma, 1991). Les différents auteurs suggèrent qu'avec une vitesse de déformation plus faible le glissement dévié, mécanisme dépendant du temps, a plus de temps pour avoir lieu et ainsi les dislocations peuvent se regrouper en sous-structures pour minimiser leur énergie.

La vitesse de déformation impacte également la formation des sous-structures pour les matériaux CC. Par exemple, comme observé par MET sur des monocristaux de niobium (déformation de 30%) (Edington, 1968), des sous-structures commencent à être distinguées pour une vitesse de déformation de 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> alors que les dislocations restent sous forme de « forêts » pour une vitesse de déformation de  $10^3$  s<sup>-1</sup> (figure 2.10). En plus de l'effet de la vitesse, la température joue un rôle car pour le cas  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> la déformation se déroule en condition isotherme alors que pour le cas  $10^3$  s<sup>-1</sup> elle se déroule plutôt en condition adiabatique ce qui peut donner lieu à un auto-échauffement de la matière. L'influence de la vitesse de déformation sur la formation des sous-structures n'a pas été étudiée pour le cas spécifique du tantale pur. Néanmoins, compte tenu de la forte sensibilité du comportement mécanique du tantale à la vitesse de déformation rapportée dans la littérature (Buy, 1996; Chen et Gray, 1996; Hoge et Mukherjee, 1977; Kapoor et Nemat-Nasser, 2000; Regazzoni, 1983), il peut être raisonnablement présumé que la vitesse de déformation a un effet sur le développement de sous-structures pour le tantale. Par ailleurs, l'influence de la vitesse de déformation sur la formation de sous-structures semble aussi dépendre de la taille de grains comme observé sur du cuivre pur (Mao et al., 2018).



Figure 2.10 : Micrographies obtenues par MET acquises sur des monocristaux de niobium pur déformés à froid (30%) avec des vitesses de déformation de (a)  $10^{-4} s^{-1}$  et (b)  $10^3 s^{-1}$ . Figures tirées de (Edington, 1968).

## Influence du trajet et du mode de déformation

Le trajet de déformation selon lequel le matériau est déformé a également une influence sur la microstructure qui va se développer comme observé sur du cuivre pur déformé par compression Channel Die (Paul et al., 2010). Un monocristal d'orientation

Goss {110} <001> a été comprimé lors d'une première passe. Ensuite, plusieurs échantillons ont été prélevés selon différentes directions afin d'avoir différentes orientations puis ont été comprimés lors d'une seconde passe. Il a été observé par MET que le développement de sous-structures et la formation de bandes de cisaillement varient fortement selon l'orientation de compression lors de la seconde passe. Ces différences sont dues à la compatibilité des systèmes de glissement activés lors de la première passe avec ceux activés lors de la seconde passe avec la « nouvelle » orientation. Une plus forte incompatibilité conduit à un développement de sous-structures plus important.

Un trajet de déformation différent peut également modifier l'influence de l'orientation cristallographique sur la déformation comme observé sur du tantale pur (Liu et al., 2017; Zhang et al., 2013b). Lors d'un laminage unidirectionnel, le développement de sous-structures a tendance à être plus important pour les grains de la fibre  $\gamma$  que pour les grains de la fibre  $\theta$ . Lors d'un laminage croisé avec une rotation de 135° autour de la direction normale de la tôle entre chaque passe (135-degree clock rolling), les grains de la fibre  $\gamma$  forment moins de sous-structures et donc leur comportement est plus proche de celui des grains de la fibre  $\theta$ . Une analyse basée sur le facteur de Schmid (Liu et al., 2017) montre que pour les grains de la fibre  $\gamma$  un seul système de glissement est principalement activé lors d'un laminage unidirectionnel et que cela contribue à l'accumulation locale de dislocations et donc à la formation de sous-joints. A l'opposé, plusieurs systèmes de glissement sont activés lors d'un laminage croisé à cause du trajet de déformation différent à chaque passe et cela tend à perturber le développement de sous-structures à cause du réarrangement moins régulier des dislocations.

Le nombre de passes de laminage pour atteindre une épaisseur souhaitée a aussi un impact sur l'homogénéité de la microstructure comme observé sur du tantale pur (Zhu et al., 2020c). Un même taux de réduction est atteint sur deux échantillons respectivement en 8 et 16 passes de laminage croisé. Dans les grains de la fibre  $\gamma$ , il est observé que le développement de sous-structures est moins important pour l'échantillon laminé en 16 passes que pour celui laminé en 8 passes. Dans les grains de la fibre  $\theta$ , moins de différences sont notées avec peu de sous-structures formées pour les deux cas. Le nombre de systèmes de glissement activés lors de la déformation est évalué pour les deux cas avec les facteurs de Schmid et de Taylor. De manière similaire à l'étude précédente, le développement de sous-structures moins important pour le nombre de passes le plus élevé semble être causé par l'activation d'un plus grand nombre de systèmes de glissement. En effet, cela tend à une répartition plus homogène des dislocations et moins sous forme de sous-structures.

La microstructure conserve une « mémoire » des systèmes de glissement activés tout au long du chemin de déformation. Une observation in-situ par EBSD sur un échantillon d'aluminium pur laminé puis déformé par traction selon la direction transversale de laminage (Zhang et al., 2019) a mis en évidence que les sous-joints formés lors du laminage étaient toujours présents après l'essai de traction. Cela montre que chaque mode de déformation composant le trajet de déformation global contribue au développement des sous-structures.

## Synthèse

- Le développement de sous-structures évolue avec le niveau de déformation mais dépend également des conditions de déformation (vitesse, trajet, mode) ;
- L'orientation cristallographique a une influence significative sur la formation de sousstructures ;
- Une forte incompatibilité ou un faible nombre de systèmes de glissement activés semble mener à un développement de sous-structures important.

## 1.4. Evolution de texture lors de la déformation à froid **Déformations uniaxiales**

Lors de déformations uniaxiales, comme la traction ou la compression, des textures type fibre ont tendance à se former pour les matériaux CC et CFC (Dillamore et al., 1974; Wilkinson, 2001). Du fait de la symétrie de ce type de déformation, la texture peut être décrite simplement par la direction cristallographique par rapport à la direction de sollicitation. Pour les matériaux CC, la traction uniaxiale mène généralement à une texture fibre <110> et la compression uniaxiale à une texture double fibre <111> et <100>, les directions cristallographiques étant parallèles aux directions de sollicitation respectives. Pour les matériaux CFC, les textures en traction et en compression correspondent respectivement à celles en compression et en traction pour les matériaux CC. Cette inversion vient du fait de la permutation entre les systèmes de glissement {111} <110> pour les matériaux CFC et {110} <111> pour les matériaux CC (le glissement étant aussi possible sur les plans {112} et {123} pour ces matériaux) (voir section 1.1). Pour les matériaux CFC, la proportion entre les fibres <111> et <100> semble dépendre de l'énergie de faute d'empilement du matériau, avec une fibre <111> d'autant plus intense que l'énergie est élevée (Wilkinson, 2001). Le trajet de déformation peut cependant causer certains écarts par rapport aux textures finales attendues. Comme observé in-situ par EBSD sur un échantillon d'aluminium pur (Zhang et al., 2019), une pré-déformation par laminage avant une traction induit des déviations au niveau des orientations obtenues par rapport à celles attendues pour un cas de traction simple sans pré-déformation.

## Déformations par laminage

Les textures obtenues à l'issue du laminage à froid ont été en grande partie étudiées pour les matériaux CFC. Elles sont souvent décrites par des composantes particulières (orientations Cube {001} <100>, Goss {110} <001> ...) et par des fibres dans l'espace tridimensionnel des angles d'Euler ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ) (convention de Bunge (Bunge, 1983)). Le cas des matériaux CFC ne sera pas plus détaillé ici car sans intérêt pour la compréhension des textures des matériaux CC. Les textures de laminage des matériaux CC ont été principalement étudiées sur des aciers du fait de leur utilisation industrielle plus importante (Hölscher et al., 1991; Kestens et Pirgazi, 2016; Ray et al., 1994). Les études réalisées sur d'autres matériaux CC comme le tantale (Raabe et al., 1994; Deng et al., 2014b; Liu et al., 2015), le molybdène (Oertel et al., 2010; Xing et al., 2020) et le tungstène (Bonk et al., 2016; Zhang et al., 2016) ont montré des résultats similaires. Des textures type fibre ont le plus souvent tendance à se développer lors du laminage plutôt que des composantes isolées. Le tableau 2.1 récapitule les fibres pouvant être utilisées pour la description de la texture et les composantes principales de chaque fibre. Par convention pour le cas du laminage, {hkl} correspond aux indices de Miller du plan cristallographique parallèle au plan de laminage et <uvv> correspond aux indices de Miller de la direction cristallographique parallèle à la direction de laminage. Les différentes fibres peuvent être représentées dans l'espace d'Euler réduit ( $0^{\circ} \le \varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2 \le 90^{\circ}$ ) compte tenu de la symétrie de la structure cubique (figure 2.11a). Les fibres  $\alpha$ ,  $\gamma$  et  $\theta$  sont les fibres les plus couramment rencontrées et sont situées toutes les trois dans le plan à  $\varphi_2 = 45^{\circ}$ . Il est donc habituel de représenter les fonctions de distribution d'orientations dans ce plan (figure 2.11b).

Tableau 2.1 : Fibres développées lors du laminage à froid de matériaux CC (Liu et al., 2015; Raabe et Lücke, 1994) (DL : Direction de Laminage ; DN : Direction Normale ; DT : Direction Transversale).

Nom de la fibre	Axe de la fibre	Composantes principales de la fibre
Fibre α	<110> // DL	{100} <110> - {112} <110> - {111} <110>
Fibre γ	<111>// DN	{111} <110> - {111} <112>
Fibre θ	<100> // DN	{100} <110> - {100} <100>
Fibre η	<100> // DL	{001} <100> - {011} <100>
Fibre ξ	<110>// DN	{110} <100> - {110} <211> - {110} <111> - {110} <011>
Fibre $\varepsilon$	<110> // DT	{001} <110> - {112} <111> - {111} <112> - {011} <100>



Figure 2.11 : (a) Représentation schématique des fibres pour les matériaux CC dans l'espace tridimensionnel des angles d'Euler ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ) ; (b) Composantes principales des fibres  $\alpha$ ,  $\gamma$  et  $\theta$  dans le plan à  $\varphi_2 = 45^{\circ}$  (Liu et al., 2015; Raabe et Lücke, 1994).

La texture de laminage évolue en fonction de la déformation. Par exemple, sur des aciers bas-carbone (Hölscher et al., 1991; Ray et al., 1994), les orientations {100} <110> et {112} <110> de la fibre  $\alpha$  et l'orientation {111} <112> de la fibre  $\gamma$  prédominent jusqu'à environ 70% de réduction. Mais pour une déformation plus importante, les orientations {112} <110> et {111} <110> deviennent plus intenses pour respectivement les fibres  $\alpha$  et  $\gamma$ . Des tendances similaires ont été observées pour plusieurs métaux CC dits de transition (Fe, Ta, Nb, Mo et W) (Raabe et Lücke, 1994). Différentes simulations de plasticité cristalline (modèle de Taylor type contraintes relâchées) ont été réalisées pour retrouver les textures expérimentales (Raabe et al., 1994; Raabe et Lücke, 1994). En ne considérant que le glissement sur les plans {110}, seules des composantes isolées étaient obtenues. Lorsque le glissement sur les plans {112} et {123} est également possible (avec des contraintes résolues critiques de cisaillement identiques), la concordance expérimental/simulation est meilleure avec l'obtention de textures fibre.

Selon les conditions de laminage, la texture après déformation peut être hétérogène dans l'épaisseur de la tôle. Deux facteurs principaux influencent la formation de ces hétérogénéités et peuvent induire des composantes de cisaillement : la géométrie du contact rouleaux/matière et le frottement.

A partir de travaux expérimentaux sur de l'aluminium et du cuivre (Asbeck et Mecking, 1978; Truszkowski et al., 1982), l'impact de la géométrie du contact rouleaux/matière sur la texture a été étudié. Pour décrire cette géométrie, le ratio  $\frac{l_c}{h_0}$  a été proposé, où  $l_c$  est la longueur de l'arc de contact entre les rouleaux et la tôle et  $h_0$  l'épaisseur de la tôle en entrée du laminoir. Des valeurs limites ont pu être déterminées pour estimer l'homogénéité de la texture. Pour  $\frac{l_c}{h_0} > 0,5$ , la déformation est homogène dans l'épaisseur de la tôle et la déformation par cisaillement due à la géométrie du contact rouleaux/matière est localisée dans une fine couche en surface ( $\approx 0,05$  mm). Pour  $\frac{l_c}{h_0} < 0,5$ , l'hétérogénéité de texture est plus importante avec une déformation et une texture de cisaillement pouvant apparaître dans les couches intermédiaires de la tôle jusqu'au premier quart environ. Cette texture est causée par les composantes de cisaillement qui se superposent à la déformation longitudinale et n'est pas une conséquence de déformations dans la direction transversale. Un modèle de plasticité cristalline par éléments finis (Schoenfeld et Asaro, 1996) retrouve ces tendances et les simulations de texture de déformation sont concordantes avec les résultats expérimentaux précités.

Le frottement a également une influence majeure sur l'homogénéité de la texture car il augmente le cisaillement. La lubrification est le moyen le plus direct pour contrôler le frottement lors de la déformation. Par exemple, différents échantillons de cuivre pur monocristallins ont été laminés avec et sans lubrification pour étudier l'influence du frottement (Asbeck et Mecking, 1978). Les résultats montrent qu'un frottement élevé mène à des textures très inhomogènes mais uniquement dans une fine épaisseur en surface de la tôle ( $\approx 0,05$  mm). D'autres auteurs (Huh et al., 1998) ont réalisé une expérience similaire sur du cuivre pur polycristallin mais n'ont pas observé cette fois-ci d'influence du

frottement sur la texture. Pour les deux cas (monocristal et polycristal), les échantillons ont été laminés avec un rapport  $\frac{l_c}{h_0} > 0,5$  pour avoir une déformation homogène donc cette différence ne semble pas venir des conditions de déformation. Cependant, pour le cas du polycristal, il est observé un nombre très élevé de bandes de cisaillement lorsque le frottement est élevé. Les auteurs suggèrent alors que les composantes de cisaillement causées par le frottement ont pu être dissipées par la formation de bandes de cisaillement. De plus, comme les matériaux à faible énergie de faute d'empilement (comme le cuivre) ont tendance à se déformer en formant des bandes de cisaillement, les auteurs supposent que l'influence du frottement sur la texture est faible pour ces matériaux contrairement aux matériaux à forte énergie de faute d'empilement. Le fait que des hétérogénéités de texture dues au frottement sont observées dans une zone pouvant aller de la surface de la tôle jusqu'au quart de l'épaisseur sur de l'acier (Huh et al., 1999), de l'aluminium (Jin et Lloyd, 2010) et du tantale (Liu et al., 2015) par exemple semble confirmer cette hypothèse. Par conséquent, il est probable que la différence entre les deux cas soit due à l'orientation spécifique du monocristal, le polycristal ne présentant pas de texture dominante à l'état initial.

Les textures finales dépendent également du mode de laminage. Comme observé sur du tantale pur (Liu et al., 2015) et de l'acier (Huh et al., 1995), un laminage croisé contribue à éliminer l'orientation prédominante  $\{112\} < 110 >$  de la fibre  $\alpha$  et à former des orientations appartenant à la fibre  $\theta$ . Les auteurs considèrent que l'intensité moindre de la fibre  $\alpha$  est causée par la rotation de l'échantillon à chaque passe. En effet, la fibre  $\alpha$  qui commence à se former par rapport à la direction de laminage lors d'une passe va « disparaître » lors de la passe suivante car la direction de laminage ne sera plus la même. La fibre  $\gamma$  semble moins impactée par ce changement de mode de laminage. Par ailleurs, la taille de grains initiale avant le laminage croisé pourrait avoir une influence sur la formation de la fibre  $\gamma$  pour le cas du tantale (Liu et al., 2015). Des échantillons avec des petits grains au centre et des plus gros grains en périphérie ont été étudiés. Après laminage croisé, la fibre  $\gamma$  est plus intense au centre qu'en proche surface de la tôle et cette différence pourrait être liée à la différence de taille de grains initiale selon les auteurs. Néanmoins, il est très difficile de confirmer cet effet de la taille de grains à partir de ces résultats. En effet, la baisse de l'intensité de la fibre  $\gamma$  en proche surface de la tôle peut être la cause du cisaillement dû à la géométrie du contact rouleaux/matière et/ou au frottement comme discuté précédemment.

Pokharel et al. (Pokharel et al., 2014) font la revue de plusieurs études où les résultats expérimentaux de texture sont comparés aux résultats obtenus par simulation numérique. Avec l'utilisation de modèles simples type Taylor ou plus complexes de plasticité cristalline, il est généralement observé un bon accord entre les tendances globales expérimentales et celles simulées. En revanche, quand cette comparaison est réalisée à l'échelle des grains, de plus importantes différences sont très souvent reportées. Cela vient du fait que la déformation de la microstructure est principalement modélisée de manière continue en se basant sur des lois phénoménologiques sans considérer les évolutions à l'échelle des dislocations. En particulier, les interactions entre dislocations et leur

répartition non uniforme sous forme de sous-structures dans la microstructure sont rarement prises en compte dans ces simulations. Le développement de modèles basés sur la théorie des dislocations est jugé nécessaire pour des simulations plus conformes aux observations expérimentales. La dynamique des dislocations permet de simuler de manière juste le mouvement des dislocations mais pas de manière statistique à grande échelle.

## Synthèse

- Les textures de déformation dépendent des conditions de déformation (type de sollicitation mécanique, lubrification, ...);
- Les textures de déformation expérimentales sont relativement bien prédites par les simulations de plasticité cristalline à l'échelle macroscopique ;
- Cependant, des différences importantes restent observées à l'échelle du grain. Une meilleure prise en compte des interactions et du mouvement des dislocations lors de la déformation est nécessaire pour améliorer les simulations.

## Synthèse globale

- Pour les matériaux CFC à forte énergie de faute d'empilement et les matériaux CC, des sous-structures de dislocations se développent lors de la déformation ;
- Dans la littérature, différentes classifications sont proposées pour décrire ce développement mais ne sont pas acceptées de manière unanime par tous les auteurs ;
- La taille des sous-structures diminue et la désorientation des sous-joints augmente généralement quand la déformation augmente. Ces évolutions varient en fonction des conditions de déformation et de l'orientation cristallographique des grains ;
- Il n'existe pas de modèle universel capable de décrire l'évolution des sous-structures pour différents matériaux dans différentes conditions de déformation. Néanmoins, des avancées ont été faites pour les matériaux CFC ;
- Les textures de déformation dépendent des conditions de déformation. Les simulations de plasticité cristalline permettent de prédire correctement ces textures à l'échelle macroscopique mais pas à l'échelle du grain.

# 2. Analyses qualitative et quantitative de la microstructure déformée à froid

## 2.1. Plan d'expériences

Dans le but d'étudier les évolutions microstructurales lors de la déformation à froid, plusieurs échantillons ont été déformés par compression et par laminage à différents niveaux de déformation.

Pour la déformation par compression, les échantillons ont été prélevés au centre de la tôle initiale comme illustré dans la figure 2.12a de sorte à ce que la direction de compression DC correspond à la direction normale DN de la tôle initiale. L'état initial correspondant aux échantillons comprimés est celui présenté dans la figure 1.8a avec une fibre  $\gamma$  prédominante (section 2.1 du chapitre 1). Des géométries double-cône (figure 2.12b) ont été utilisées car elles permettent d'obtenir un gradient de déformation selon le rayon de l'éprouvette avec un seul essai mécanique. La première géométrie (appelée dans la suite « géométrie 1 ») est tirée des travaux de Kerisit (Kerisit, 2012) et la seconde géométrie (« géométrie 2 »), en adaptant la hauteur à l'épaisseur de la tôle initiale (12 mm), est issue des travaux de Charpagne (Charpagne, 2016). Les essais de compression ont été simulés avec le logiciel Forge<sup>®</sup> avec les paramètres matériaux et les conditions limites décrits dans la section 1.1 du chapitre 1. Les géométries 1 et 2 mènent à une déformation plastique équivalente  $\varepsilon_{VM}$  variant respectivement de 0,05 à 0,65 et de 0,15 à 1,09 (figure 2.12c). Dans le cadre de l'étude, l'influence de la vitesse de déformation n'est pas analysée. Les essais ont été réalisés à vitesse de traverse constante de 0,1 mm/s.

Pour la déformation par laminage, les échantillons ont été prélevés dans une des deux moitiés de la tôle initiale comme illustré dans la figure 2.12a. Les directions normale DN et de laminage DL sont parallèles respectivement aux directions normale DN et X de la tôle initiale. Pour rappel, la direction de la dernière passe de laminage pour mettre en forme la tôle initiale étant inconnue, la direction X (direction inconnue du plan de laminage) est uniquement indicative contrairement à la direction normale DN. L'état initial correspondant aux échantillons laminés est celui présenté dans la figure 1.8b (section 2.1 du chapitre 1). Cinq échantillons ont été laminés avec le laminoir Di Maio LS 100 (section 1.1 du chapitre 1) en plusieurs passes de 0,05 mm chacune. Cinq taux de réduction différents de 38%, 45%, 58%, 68% et 76% ont été analysés, correspondant respectivement à cinq niveaux de déformation 0,56, 0,70, 1,00, 1,33 et 1,67 (équation (1.1)).

Il est important de mentionner que l'influence du mode de déformation n'est pas l'objectif de ce travail. Il peut être considéré que le centre des échantillons laminés, correspondant aux zones caractérisées dans cette étude, est soumis principalement à de la compression comme c'est le cas pour les échantillons comprimés. Il est à noter que la zone périphérique des pions double-cône proche du bord extérieur (volume du pion compris entre le bord extérieur et 3 mm à partir de ce bord) est soumise à de la traction tout au long de l'essai. Toutes les cartographies EBSD ont été réalisées en dehors de cette zone. Dans le cas présent, toutes les observations sont discutées par rapport à la différence de texture entre les deux états initiaux et non par rapport à la différence du mode de déformation. Les



deux cas étudiés sont tout de même distingués par « compression » et « laminage » pour faciliter la présentation des résultats.

Figure 2.12 : (a) Représentation schématique du prélèvement des échantillons pour la compression et le laminage dans la tôle initiale ; (b) Géométries des pions double-cône ; (c) Déformation plastique équivalente  $\varepsilon_{VM}$  dans le plan DC-DR (DC : direction de compression et DR : direction radiale) après compression. Réductions d'environ 36% (11 mm à 7 mm) et 52% (12 mm à 5,8 mm) pour respectivement les géométries 1 et 2. La direction de compression DC est parallèle à la direction normale DN de la tôle initiale. Les rectangles noirs représentent les zones examinées au MEB.

## 2.2. Evolution de la texture cristallographique

2.2.1. Déformations par compression et par laminage

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques des échantillons déformés par compression, avec les géométries 1 et 2, et par laminage sont présentées respectivement dans les figures 2.13, 2.14 et 2.15. Toutes les cartographies ont été acquises avec un pas de mesure de 1,20  $\mu$ m pour une surface observée de 1,20 mm x 0,90 mm.



Figure 2.13 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises à des niveaux de déformation de (a) 0,08, (b) 0,17, (c) 0,30, (d) 0,52 et (e) 0,65 sur l'échantillon double-cône géométrie 1 déformé par compression (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits blancs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.



Figure 2.14 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises à des niveaux de déformation de (a) 0,45, (b) 0,65, (c) 0,83 et (d) 1,05 sur l'échantillon doublecône géométrie 2 déformé par compression (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits blancs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.



Figure 2.15 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons laminés à des niveaux de déformation de (a) 0,56, (b) 0,70, (c) 1,00, (d) 1,33 et (e) 1,67 (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. R correspond au taux de réduction (en %).

Dans un premier temps, l'évolution de la texture cristallographique en fonction du niveau de déformation est étudiée pour les deux modes de déformation. Les évolutions respectives des orientations de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » (méthode



de classification détaillée dans la section 2.1 du chapitre 1) sont présentées pour les échantillons comprimés et laminés respectivement dans les figures 2.16a et 2.16b.

Figure 2.16 : Evolution de la fraction surfacique des grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » en fonction du niveau de déformation pour (a) les échantillons comprimés et (b) les échantillons laminés.

Pour les deux géométries de pion double-cône de compression, la fibre  $\gamma$  reste stable et très intense avec la déformation. Pour les échantillons géométrie 1, la fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  est d'environ 90% pour tous les niveaux de déformation analysés avec un maximum de 96% atteint pour  $\varepsilon_{VM} \approx 0,65$ . Pour les échantillons géométrie 2, la fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  est plus faible autour de 65% et celle de grains de la fibre  $\theta$  est d'environ 20% pour tous les niveaux de déformation analysés. Dans les deux cas, la déformation plastique ne semble pas modifier significativement la texture cristallographique. Cette stabilité de la fibre  $\gamma$  pendant la compression est cohérente avec la formation de textures type double fibre <111> et <100> lors de la compression de matériaux CC (Dillamore et al., 1974; Wilkinson, 2001) (voir section 1.4). Celles-ci correspondent respectivement aux fibres  $\gamma$  et  $\theta$  car elles sont définies respectivement par l'alignement des directions <111> et <100> par rapport à la direction de compression. La fibre  $\gamma$  étant déjà très intense à l'état initial, elle le reste ainsi lors de la déformation. Cette stabilité de la fibre  $\gamma$  est aussi un indicateur que le système de glissement {110} <111> est le système principalement activé lors de la compression (Humphreys et Hatherly, 2004).

La différence de fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  entre les deux géométries est probablement causée par les variations de texture présentes à l'état initial (section 2 du chapitre 1). L'intensité de la fibre  $\gamma$  pouvant varier au moins entre 50% et 80% selon la localisation de la cartographie EBSD (figure 1.12), cela peut expliquer cette différence entre les deux échantillons.

La vitesse de déformation en fonction du taux de réduction est présentée dans la figure 2.17 pour les deux géométries de double-cône et pour les niveaux de déformation étudiés (figure 2.12c). Il apparaît que la vitesse de déformation évolue différemment selon la position de la zone considérée le long du rayon du pion. Globalement, ces variations ont

lieu dans une plage réduite entre 5.10 <sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> et 2.10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> qui ne suffit pas pour expliquer la différence d'intensité de la fibre  $\gamma$  entre les deux géométries de double-cône.



Figure 2.17 : Evolution de la vitesse de déformation en fonction du taux de réduction pour (a) la géométrie 1 et (b) la géométrie 2 de double-cône. P<sub>X</sub> définit la position (en mm) par rapport au centre du pion le long du rayon pour chaque niveau de déformation considéré (représenté dans la figure 2.12c).

Pour le cas des échantillons laminés, plus d'évolutions de texture ont été observées. Dans l'état initial associé (figure 1.8b), les fibres  $\gamma$  et  $\theta$  sont présentes respectivement à environ 10% et 30% comme illustré dans la figure 2.16b. Jusqu'à  $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$ , l'intensité de la fibre  $\gamma$  tend à augmenter ce qui est cohérent avec la présence de composantes de compression au centre de la tôle. Pour des déformations plus élevées, la fibre  $\gamma$  devient de moins en moins intense et inversement plus d'orientations « Autres » sont présentes jusqu'à atteindre plus de 50% en fraction surfacique. Comme vu précédemment (voir section 1.4), des composantes de cisaillement peuvent être causées par le frottement et/ou par la géométrie du contact rouleaux/matière. Dans le cas présent, une interprétation possible peut donc être que le frottement soit une des causes de la diminution de la fibre  $\gamma$ . En effet, les composantes de cisaillement se superposent aux composantes de compression déjà présentes et tendent à rendre moins marquée la texture tout en diminuant la fraction de la fibre y. Cet effet, observé sur des matériaux CC et CFC (Clark et al., 1991; Jin et Lloyd, 2010; Truszkowski et al., 1980), affecte des couches pouvant aller de la surface de la tôle jusqu'au quart de l'épaisseur environ. Comme l'épaisseur des échantillons pour les deux niveaux de déformation les plus élevés (respectivement  $\approx$  1,9 mm et 1,4 mm pour  $\varepsilon_{VM} \approx 1.33$  et 1.67) devient assez proche de la largeur de la zone analysée par EBSD (0.9 mm), plus de volume affecté par le frottement est inclus dans la caractérisation ce qui pourrait expliquer la diminution observée de l'intensité de la fibre  $\gamma$ . Des cartographies EBSD supplémentaires seraient nécessaires afin de confirmer cette explication. L'activation de systèmes de glissement supplémentaires peut aussi rendre moins stable et donc moins intense la fibre y comme observé sur du tantale pur déformé par laminage croisé (Deng et al., 2014b; Zhang et al., 2013b). Par ailleurs, il est observé que la fibre  $\alpha$  reste relativement stable lors du laminage avec une fraction surfacique de grains de la fibre  $\alpha$ entre 32% et 46%.

Afin de vérifier si la géométrie du contact rouleaux/matière peut être une autre cause de composantes de cisaillement (voir section 1.4), le ratio  $\frac{l_c}{h_0}$ , où  $l_c$  est la longueur de l'arc de contact entre les rouleaux et la tôle et  $h_0$  l'épaisseur de la tôle en entrée du laminoir, a été calculé pour le cas présent. En considérant la représentation schématique d'une passe de laminage présentée dans la figure 2.18a, la longueur de l'arc de contact entre les rouleaux et la tôle  $l_c$  s'exprime par :

$$l_c = R\alpha = R \arccos\left(1 - \frac{red/2}{R}\right)$$
(2.4)

Où R = 27 mm est le rayon des rouleaux et *red* est la réduction par passe (mm).

La réduction par passe ayant été conservée constante (0,05 mm) tout au long du laminage des échantillons, la longueur de l'arc de contact est donc constante et le ratio  $\frac{l_c}{h_0}$  dépend alors uniquement de  $h_0$ . La figure 2.18b montre l'évolution du ratio  $\frac{l_c}{h_0}$  en fonction du taux de réduction. Dans le cas présent,  $5 > \frac{l_c}{h_0} > 1$  donc la déformation par cisaillement causée par la géométrie du contact rouleaux/matière devrait être limitée à une épaisseur fine en surface de la tôle ( $\approx 0,05$  mm) (Asbeck et Mecking, 1978) ce qui ne suffit pas pour expliquer la diminution observée de l'intensité de la fibre  $\gamma$ . Cette diminution pourrait donc être causée par l'effet du frottement comme discuté précédemment mais des analyses supplémentaires seraient nécessaires pour valider cette explication.



*Figure 2.18 : (a) Représentation schématique d'une passe de laminage (vue dans le plan DL/DN) ; (b) Evolution du ratio*  $\frac{l_c}{h_0}$  *en fonction du taux de réduction.* 

D'une manière générale, la vitesse de déformation peut également avoir une influence importante sur la texture. Pour le laminage, la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  peut être estimée par l'équation suivante (Roberts, 1978) :

$$\dot{\varepsilon} \approx V \sqrt{\frac{2\left(1 - \frac{red}{h_0}\right)}{Dh_0}} \tag{2.5}$$

Où V = 4 m/min est la vitesse de rotation des rouleaux, red = 0.05 mm est la réduction par passe,  $h_0$  est l'épaisseur de la tôle en entrée du laminoir (mm) et D = 54 mm est le diamètre des rouleaux. Cette équation est basée sur l'hypothèse de non déformation des rouleaux du laminoir. Comme précédemment pour le cas de la compression, la vitesse de déformation évolue avec la réduction lors du laminage (figure 2.19) : elle est d'environ 0,5 s<sup>-1</sup> pour la première passe de laminage et augmente jusqu'à environ 2,2 s<sup>-1</sup> pour la dernière. Compte tenu de l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte résolue critique de cisaillement (Chapuis et Liu, 2018), cette augmentation pourrait impliquer des systèmes de glissement activés différents et donc une texture de déformation différente. Une étude approfondie concernant la vitesse de déformation serait néanmoins nécessaire pour mieux comprendre son influence sur la texture.



*Figure 2.19 : Evolution de la vitesse de déformation lors du laminage en fonction du taux de réduction.* 

#### 2.2.2. Stabilité de la fibre $\gamma$ en fonction de la direction de sollicitation

La fibre  $\gamma$  s'est révélée être stable en compression mais moins en laminage à cause des effets de frottement probablement. Cependant, les états initiaux pour ces deux modes de déformation étant différents (section 2.1 du chapitre 1, figure 1.8), une comparaison quantitative est compliquée. Afin de palier à cette complexité, des échantillons avec un état initial identique dans la zone centrale ont été déformés par compression Channel Die comme illustré dans la figure 2.20 (essais réalisés à vitesse de traverse constante de 0,1 mm/s). Un échantillon parallélépipédique de dimensions 8 mm x 7 mm x 12 mm (épaisseur, largeur, hauteur) est placé dans la fente de l'outil. La direction de compression DC est verticale et la déformation de la matière étant bloquée dans la direction transversale DT, l'écoulement a lieu dans la direction radiale DR.

Afin de solliciter dans deux directions différentes la zone centrale de la tôle, deux essais Channel Die à des taux de réduction identiques mais avec deux directions de prélèvement différentes ont été réalisés. Comme présenté dans la figure 2.21, le premier prélèvement est effectué de manière à réaliser la compression selon la direction normale de

la tôle DN<sub>tôle</sub> (échantillon CD\_DN, CD : Channel Die). Le second prélèvement est effectué de manière à réaliser la compression selon la direction X (X étant une direction inconnue du plan de laminage de la tôle, échantillon CD\_X). Dans ce second cas, la direction DN<sub>tôle</sub> correspond à la direction d'écoulement de la matière. Les cartographies EBSD des états initiaux des deux prélèvements sont présentées respectivement dans les figures 2.22a et 2.22b (projection selon la direction de compression pour chaque cas i.e. DN<sub>tôle</sub> pour CD\_DN et X pour CD\_X). Pour le premier cas, l'état initial correspond à celui pour le cas de la compression sur double-cône avec une fibre  $\gamma$  très intense. Pour le second cas, la forte concentration de directions cristallographiques <111> est située dans la direction d'écoulement (figure 2.22b).



Figure 2.20 : Représentation schématique de l'essai de compression Channel Die.



Figure 2.21 : Représentation schématique du prélèvement des échantillons pour Channel Die selon la direction normale de la tôle  $DN_{tôle}$  (gauche, échantillon  $CD_DN$ ) et selon la direction X de la tôle (droite, échantillon  $CD_X$ ). Les flèches rouge et verte indiquent respectivement la direction de compression et la direction d'écoulement de la matière (parois latérales avant non représentées par souci de clarté). Pour rappel, X et Y sont deux directions inconnues du plan de laminage de la tôle initiale.



Figure 2.22 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques et figures de pôles associées acquises sur (a) et (b) les états initiaux respectifs des échantillons CD\_DN et CD\_X (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard, i.e. DN<sub>tôle</sub> pour CD\_DN et X pour CD\_X ; figures de pôle représentées dans le plan normal à la direction de compression pour chaque cas). Les traits blancs et noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10° sur les cartographies respectivement de l'état initial pour CD\_DN et de l'état initial pour CD\_X.

Après réduction de 40%, il peut être observé visuellement que les deux échantillons se déforment très différemment comme présenté dans la figure 2.23. L'échantillon CD\_DN présente deux bombés (figure 2.23a) alors que l'échantillon CD\_X présente un bombé unique typique d'une déformation par compression (figure 2.23b). Ces deux bombés étant quasiment centrés dans l'épaisseur pour l'échantillon CD\_DN, leur formation est vraisemblablement causée par la zone centrale dans laquelle la fibre  $\gamma$  est très intense. Les grains de la fibre  $\gamma$  semblent se déformer plus difficilement lorsqu'ils sont comprimés selon DN<sub>tôle</sub>. Lorsque DN<sub>tôle</sub> n'est pas la direction de compression (échantillon CD\_X), les grains de la fibre  $\gamma$  se déforment plus facilement sans doute pour se réorienter par rapport à la nouvelle direction de compression. Cette différence de comportement a été retrouvée par simulation numérique (figures 2.23c et 2.23d) en imposant une limite d'élasticité trois fois supérieure dans la zone centrale. Le choix d'un rapport de trois est arbitraire, l'objectif étant d'identifier qualitativement la cause de cette différence d'écoulement.

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises au centre de chaque échantillon déformé dans le plan DC-DR sont présentées dans la figure 2.24. Pour l'échantillon CD\_DN (figure 2.24a), la fibre  $\gamma$  reste stable lors de la compression Channel Die de manière similaire à ce qui avait été observé précédemment lors de la compression des pions double-cône. La fraction surfacique de grains de la fibre  $\gamma$  atteint presque 90% et l'intensité sur la figure de pôles {111} est toujours élevée. Pour l'échantillon CD\_X (figure 2.24b), la majorité des grains sont devenus des grains de la fibre  $\gamma$  avec la direction

cristallographique <111> alignée avec la nouvelle direction de compression. Ainsi, une nouvelle fibre  $\gamma$  commence à se développer par rapport à la direction de compression (DC parallèle à X).



Figure 2.23 : (a) et (b) Images par loupe binoculaire (plan DC-DR) respectivement des échantillons CD\_DN et CD\_X après environ 40% de réduction ; (c) et (d) Simulations numériques des deux échantillons après déformation.



Figure 2.24 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques et figures de pôles associées acquises sur (a) et (b) les états déformés après compression Channel Die des échantillons CD\_DN et CD\_X (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard, i.e.  $DN_{tôle}$  pour CD\_DN et X pour CD\_X; figures de pôle représentées dans le plan normal à la direction de compression pour chaque cas). Les traits blancs et noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10° sur les cartographies associées à respectivement CD\_DN et CD\_X. R correspond au taux de réduction (en %).



Figure 2.25 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons déformés par compression Channel Die à des taux de réduction de (a) 9%, (b) 19%, (c) 30%, (d) 43%, (e) 60% et (f) 74% (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. R correspond au taux de réduction (en %).

Les évolutions respectives des orientations de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » (par rapport à la direction de compression DC) avec le taux de réduction sont détaillées quantitativement dans la figure 2.26.



Figure 2.26 : Evolution de la fraction surfacique des grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » en fonction du taux de réduction atteint par compression Channel Die.

L'intensité de la fibre  $\gamma$  augmente linéairement avec le taux de réduction jusqu'à environ 30% de réduction puis semble saturer pour un maximum d'environ 55% en fraction surfacique. L'intensité de la fibre  $\theta$  reste assez faible quel que soit le taux de réduction. Les effets de frottement étant restreints à une zone proche de la surface outil-échantillon, ils ne permettent pas d'expliquer les évolutions de texture observées au centre des échantillons. En revanche, la saturation apparente de l'intensité de la fibre  $\gamma$  peut probablement être reliée au mode de déformation à l'intérieur de l'échantillon. En effet, il est possible qu'à partir d'environ 30% de réduction, des composantes de cisaillement viennent s'ajouter à celles de compression et ainsi empêchent le développement de la fibre  $\gamma$ .

Pour connaître le mode de déformation prédominant lors d'une déformation, le paramètre de triaxialité des contraintes peut être considéré. Ce paramètre correspond au ratio de la contrainte isostatique  $\sigma_i$  par la contrainte équivalente de von Mises  $\sigma_{eq_VM}$ . Par exemple, des valeurs proches de 0,33 et de 0,66 correspondent respectivement à un cas de traction uniaxiale et à un cas d'équi-bitraction. A partir de la simulation numérique de l'essai, la triaxialité peut être connue en tout point de l'échantillon. La figure 2.27 présente l'évolution de la triaxialité au centre de l'échantillon en fonction du taux de réduction.



*Figure 2.27 : Evolution de la triaxialité obtenue par simulation numérique au centre de l'échantillon en fonction du taux de réduction atteint par compression Channel Die.* 

La triaxialité diminue rapidement jusqu'à une valeur d'environ -0,6 à partir de 10% de réduction puis plus lentement jusqu'à 30% de réduction. Cette valeur est proche de la valeur de -0,66 correspondant à un cas d'équi-bicompression. Au-delà de 30% de réduction, la triaxialité diminue de nouveau et de plus en plus rapidement en dessous de -1. En comparaison avec les évolutions de texture (figure 2.26), il peut être supposé que lorsque la triaxialité diminue en dessous d'une valeur seuil d'environ -0,6 ou -0,7, la déformation s'éloigne d'un état de bi-compression ce qui interrompt le développement de la fibre  $\gamma$ . Pour tester l'hypothèse d'une corrélation entre la fraction de grains de la fibre  $\gamma$  et la triaxialité des contraintes, un plan d'expériences sur des pions cylindriques de compression a été réalisé (voir annexe B). Cependant, cette hypothèse n'a pu être validée car les pions comprimés présentaient une forte anisotropie liée à l'hétérogénéité de texture de l'état initial.

## **Conclusions intermédiaires**

- La fibre γ est stable en compression. Cela pourrait indiquer que le système de glissement principalement activé est {110} <111>;
- La fibre γ est moins stable en laminage. Le frottement engendre probablement des composantes de cisaillement qui mènent à une diminution de l'intensité de la fibre γ et à une texture moins marquée ;
- La fibre γ est également stable lors d'un essai de compression Channel Die. Lorsque la direction de compression n'est plus la direction normale de la tôle initiale, un développement très rapide d'une nouvelle fibre γ suivi d'une saturation sont observés. La fraction maximale de grains de la fibre γ semble être corrélée avec la triaxialité des contraintes mais cette hypothèse reste à valider.

## 2.3. Analyse des microstructures de déformation à l'échelle du polycristal

## 2.3.1. Densité de dislocations

## Méthode de quantification utilisée

Dans le but de quantifier les hétérogénéités intragranulaires, la densité de dislocations locale est généralement estimée. La technique EBSD permet d'accéder à l'orientation cristallographique de chaque point de mesure de la surface d'un échantillon. Dès lors, un angle de désorientation  $\theta_{ij}$  peut être calculé entre deux points de mesure i et j. Dans un cristal déformé, l'accumulation de dislocations induit une rotation du réseau cristallin, en d'autres termes des désorientations intragranulaires. L'amplitude angulaire de ces désorientations permet d'estimer ensuite une densité de dislocations (longueur de dislocations par unité de volume).

La classification d'Ashby (Ashby, 1970) distingue les dislocations statistiquement stockées (Statistically Stored Dislocations, « SSDs ») et les dislocations géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Dislocations, « GNDs »). Selon cette classification, les SSDs sont générées lors d'une déformation plastique homogène et n'occasionnent pas de gradient d'orientation important. A l'inverse, les GNDs sont générées pour accommoder une déformation non-homogène et donnent lieu à des gradients d'orientation importants. Cependant, comme une désorientation est détectée ou non selon le pas de mesure, cette classification dépend fortement de l'échelle d'observation. Par conséquent, les densités de dislocations estimées à partir des données EBSD sont notées  $\rho_{EBSD}$  (et non  $\rho_{GND}$ ) dans toute la suite afin d'éviter de mêler une différenciation entre SSDs et GNDs définie sur des bases physiques avec une différenciation dépendante de l'échelle d'observation.

Plusieurs approches existent pour estimer une densité de dislocations à partir des données EBSD. La première est géométrique et basée sur le modèle de Read et Shockley (Read et Shockley, 1950) qui décrit les sous-joints comme un empilement de dislocations individuelles. La quantité de GNDs nécessaire pour induire l'angle de désorientation mesuré s'exprime par (Moussa et al., 2015, 2017; Konijnenberg et al., 2015; Kubin et Mortensen, 2003) :

$$\rho_{EBSD}(m^{-2}) = \frac{\alpha\theta}{bx}$$
(2.6)

Où  $\alpha$  est une constante dépendant de la nature des dislocations et des sous-joints induits,  $\theta$  est l'angle de désorientation (rad), *b* est la norme du vecteur de Burgers (2,86.10<sup>-10</sup> m pour le tantale) et *x* est la distance entre les deux points considérés (m). Pour un sous-joint de flexion (« tilt boundary »)  $\alpha = 2$  et pour un sous-joint de torsion (« twist boundary »)  $\alpha = 4$  (Konijnenberg et al., 2015; Kubin et Mortensen, 2003). Cependant, la détermination du type de sous-joints de dislocation n'est pas possible à partir d'une coupe 2D et une microstructure avec une mixité de type de sous-joints est alors considérée avec  $\alpha = 3$  dans ce cas-là (Liu et al., 1998). De plus, en supposant aléatoire la distribution des axes de désorientation, une valeur  $\alpha = 5$  est également proposée (Konijnenberg et al., 2015). Cette approche géométrique pour estimer une densité de GNDs a été comparée à des données EBSD 3D (Calcagnotto et al., 2010; Konijnenberg et al., 2015) et les résultats sont satisfaisants.

Pour quantifier l'angle de désorientation, plusieurs paramètres existent. Le Kernel Average Misorientation (« KAM ») est le plus fréquemment utilisé. Ce paramètre est calculé pour chaque point de mesure de la cartographie EBSD. Le KAM correspond à l'angle de désorientation moyen entre le pixel considéré et ses voisins situés à une certaine distance (équation (2.7)).

$$KAM = \frac{1}{N} \sum_{\substack{i=1\\\theta_i \leq \theta_{JDG}}}^{N} \theta_i$$
(2.7)

Où *N* est le nombre de pixels voisins pour lesquels  $\theta_i \leq \theta_{JDG}$  et  $\theta_i$  est l'angle de désorientation entre le pixel *i* du voisinage et le pixel central. Le voisinage est défini selon la nature de la grille, carrée ou hexagonale (figure 2.28). La valeur limite angulaire de désorientation pour définir un joint de grains,  $\theta_{JDG}$ , doit être fixée et dans le cas présent elle est fixée à 10°. Seuls les angles de désorientation inférieurs à cet angle sont pris en compte pour exclure les joints de grains du calcul. Ainsi en remplaçant l'angle de désorientation  $\theta$ 

par le KAM et *x* par la distance entre le pixel central et ses voisins considérés (multiple du pas de mesure) dans l'équation (2.6), la densité de GNDs peut être alors estimée.



*Figure 2.28 : Exemples de grille (a) carrée et (b) hexagonale pour la définition du voisinage d'un pixel pour le calcul du KAM.* 

La seconde approche pour estimer une densité de GNDs à partir de données EBSD est basée sur la théorie continue des dislocations proposée par Nye (Nye, 1953). Cette théorie permet de relier le tenseur de dislocations (tenseur de Nye)  $\underline{\alpha}$  au tenseur de courbure élastique  $\underline{\kappa_{el}}$  et au tenseur de déformation élastique  $\underline{\varepsilon_{el}}$  par l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\alpha}} = \underline{\underline{rot}(\varepsilon_{el})} + tr\left(\underline{\underline{\kappa}_{el}}\right)\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{\kappa}_{el}}^{T}$$
(2.8)

Où  $\underline{I}$  est le tenseur identité de rang 2, tr et T sont respectivement la trace et la transposée des tenseurs de rang 2.

Le tenseur de courbure élastique décrit les hétérogénéités d'orientation induites par les GNDs. L'hypothèse  $\underline{\varepsilon_{el}} = 0$  est réalisée dans le cas présent car cette donnée n'est pas accessible avec la technique de traitement de données EBSD à disposition. Un post-traitement des diagrammes de diffraction plus avancé par exemple basé sur de la corrélation croisée d'images permet d'accéder aux déformations cristallines élastiques (Wilkinson et al., 2006). Cependant, cette hypothèse n'est pas très grossière car la contribution élastique est faible (Wilkinson et Randman, 2010). Ainsi, le calcul des désorientations à partir des orientations cristallographiques mesurées par EBSD permet d'obtenir le tenseur de courbure élastique et donc le tenseur de Nye. Il est alors possible de remonter ensuite à la densité de GNDs.

Avec cette méthode, les informations obtenues sont plus complètes qu'avec la méthode précédente avec le KAM. Avec la méthode KAM, seuls les angles de désorientation sont considérés pour estimer une densité de dislocations. Avec la méthode basée sur le tenseur de Nye, les angles et les axes de désorientation sont considérés et permettent de déterminer six des neuf composantes du tenseur de courbure élastique (Pantleon, 2008). Il est à noter que les trois autres composantes ne sont pas accessibles par une observation 2D car elles sont associées à la direction normale au plan d'observation. A

partir de ces six composantes, cinq composantes du tenseur de Nye sont déterminées. Une densité de dislocations peut être ensuite estimée en prenant en compte les quatre composantes manquantes (Ruggles et Fullwood, 2013). Par conséquent, la méthode basée sur le tenseur de Nye pour l'estimation de la densité de dislocations est retenue pour le cas présent. Le formalisme proposé par Pantleon (Pantleon, 2008) et implémenté par Seret et al. (Seret et al., 2019) sur Matlab<sup>®</sup> en utilisant la boîte à outils MTEX (Bachmann et al., 2010) est utilisé.

Afin d'éviter toute interprétation biaisée en lien avec l'hypothèse de la méthode retenue pour estimer  $\rho_{EBSD}$ , l'angle de désorientation de proche en proche  $\theta$  est utilisé comme second paramètre pour quantifier les désorientations intragranulaires. Il est calculé pour chaque couple de pixels adjacents de la cartographie EBSD et les désorientations associées aux joints de grains sont exclus du calcul.

#### Résultats

Les deux paramètres  $\rho_{EBSD}$  et  $\theta$  sont calculés pour les cartographies EBSD des états initiaux (figures 1.8a et 1.8b) et des états déformés (figures 2.13, 2.14 et 2.15). Contrairement à l'angle de désorientation, la densité de dislocations peut être représentée sous la forme de cartographies. La figure 2.29 représente les cartographies de densité de dislocations des deux états initiaux (a et b), de deux niveaux de déformation atteints par compression ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.52$  et 1,05, respectivement c et d) et de deux niveaux de déformation atteints par laminage ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.56$  et 1,67, respectivement e et f). Seuls les niveaux de déformation précités sont présentés dans un souci d'espace mais tous les niveaux de déformation sont pris en compte pour les analyses quantitatives dans la suite. Par ailleurs, il est à noter que les résultats présentés dans la suite sont ceux obtenus à partir des données EBSD brutes, i.e. non filtrées. Un filtre permettant de réduire la contribution liée au bruit de mesure a été appliqué sur les données EBSD (Seret et al., 2019). Les résultats obtenus sont similaires à ceux obtenus à partir des données brutes (les valeurs sont plus faibles mais les évolutions sont les mêmes). Ainsi, seuls les résultats obtenus à partir des données brutes sont présentés et discutés dans la suite.

Les cartographies de densité de dislocations des deux états initiaux (figures 2.29a et 2.29b) révèlent que les microstructures sont entièrement recristallisées. Quelques lignes à fortes densités de dislocations ressortent en rouge sur les cartographies. Celles-ci correspondent principalement à des joints de grains avec des angles de désorientation inférieurs à 10° séparant des grains recristallisés. D'un point de vue qualitatif pour une première approche, la quantité de dislocations augmente avec le niveau de déformation comme attendu pour les deux modes de déformation. De plus, la répartition des dislocations est hétérogène d'un grain à l'autre et au sein d'un même grain.



Figure 2.29 : Cartographies de densité de dislocations  $(m^{-2})$  estimée à partir des données EBSD. (a) et (b) : Etats initiaux pour respectivement les échantillons comprimés et les échantillons laminés ; (c) et (d) : Etats déformés obtenus par compression à des niveaux de déformation de respectivement 0,52 et 1,05 ; (e) et (f) : Etats déformés obtenus par laminage à des niveaux de déformation de respectivement 0,56 et 1,67. R correspond au taux de réduction (en %).

Afin d'analyser quantitativement l'évolution des désorientations intragranulaires, les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$  sont calculées pour chaque cas. Pour les échantillons comprimés, les évolutions de ces deux valeurs moyennes avec le niveau de déformation sont présentées dans la figure 2.30a. Pour l'état initial les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$  ont été estimées à respectivement 9,7.10<sup>13</sup> m<sup>-2</sup> et 0,4°, cette dernière valeur étant du même ordre de grandeur que la résolution angulaire de la technique EBSD ( $\approx 0,5^{\circ}$  (He et al., 2008)). Avec un niveau de déformation croissant, la quantité de dislocations augmente tout d'abord rapidement puis semble saturer à partir de  $\varepsilon_{VM} \approx 0.83$  avec un plateau atteignant environ  $1.3.10^{15} \,\mathrm{m}^{-2}$  et  $2.9^{\circ}$  pour respectivement les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$ . Une continuité acceptable des valeurs est observée entre les deux géométries de double-cône.

Pour les échantillons laminés, les évolutions des valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$  avec le niveau de déformation sont présentées dans la figure 2.30b. De manière similaire au cas de la compression, ces valeurs augmentent avec la déformation comme attendu mais aucune saturation apparente n'est observée pour ce cas. Il est à noter également que l'augmentation pour le cas du laminage est plus lente que pour le cas de la compression (figure 2.30a). Cela peut être remarqué visuellement avec les cartographies de densité de dislocations où pour un niveau de déformation voisin ( $\varepsilon_{VM} \approx 0,5$ ), plus de dislocations sont présentes pour le cas de la compression (figure 2.29c) que pour le cas du laminage (figure 2.29e). Cette différence peut s'expliquer par une différence importante de l'état initial et par une texture cristallographique très prononcée pour les échantillons comprimés (voir section 2.3.4). D'autre part, comme  $\rho_{EBSD}$  et  $\theta$  ont des tendances relativement similaires pour les deux modes de déformation, seuls les résultats concernant les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  sont présentés dans la suite.



Figure 2.30 : Evolutions des valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$  avec le niveau de déformation pour (a) les échantillons comprimés et (b) les échantillons laminés.

## 2.3.2. Densité de joints de grains

Afin de prendre en compte l'augmentation de la quantité de joints de grains due à l'allongement des grains et aux sous-joints qui se transforment en joints de grains (angle de désorientation > 10°), l'évolution de la densité de joints de grains (longueur de joints de grains par unité de surface notée  $\rho_{JDG}$ ) est analysée. L'évolution de la densité de joints de grains avec le niveau de déformation est présentée dans la figure 2.31 pour les échantillons comprimés et laminés. Une certaine continuité entre les deux modes de déformation est observable et la densité de joints de grains augmente avec la déformation. Par ailleurs, pour le cas de la compression, il est probable qu'une partie des joints de grains soient considérés comme des sous-joints en raison de la très forte intensité de la fibre  $\gamma$ . Par exemple, il peut
être observé dans la figure 2.13e que la densité de joints de grains est plus faible par rapport aux autres zones analysées le long du rayon du pion. Dans ce cas, cela a pour effet de surestimer la densité de dislocations.



Figure 2.31 : Evolution de la densité de joints de grains avec le niveau de déformation pour les deux modes de déformation (Géométries 1 et 2 confondues pour les échantillons comprimés).

#### 2.3.3. Dureté

Afin de vérifier la tendance trouvée pour la densité de dislocations (figure 2.30), des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur les échantillons déformés. Pour les échantillons comprimés, trois profils de dureté ont été réalisés au centre le long du rayon de chaque double-cône puis un écart-type et une moyenne ont été calculés. Pour les échantillons laminés, au moins cinq mesures ont été faites pour chaque niveau de déformation puis un écart-type et une moyenne ont été calculés. L'évolution de la dureté moyenne avec le niveau de déformation est présentée dans la figure 2.32a pour les échantillons comprimés et laminés. Comme attendu, la dureté augmente avec la déformation pour les deux cas. De plus, la plus rapide augmentation et la saturation apparente sont retrouvées pour le cas de la compression. Afin de confirmer la corrélation entre la dureté et la densité de dislocations, l'évolution de la dureté moyenne en fonction de  $\sqrt{\rho_{EBSD}}$  est présentée dans la figure 2.32b. En effet, d'après Tabor (Tabor, 1951), la dureté est proportionnelle à la contrainte représentative  $\sigma_R$  (correspondant à la contrainte d'écoulement associée à la déformation représentative  $\varepsilon_R$  de 0,08 pour le cas des indenteurs Vickers) par la relation suivante :

$$HV = C_f \sigma_R \tag{2.9}$$

Où *HV* est la dureté Vickers,  $C_f$  est le facteur de confinement proposé par Tabor ( $\approx$  3). Par ailleurs, la contrainte est elle-même proportionnelle à la racine carrée de la densité de dislocations d'après la relation de Taylor (Taylor, 1938) :

$$\sigma_{\rm v} \approx \alpha MGb \sqrt{\bar{\rho}} \tag{2.10}$$

Où  $\sigma_y$  est la contrainte d'écoulement,  $\alpha$  est un facteur compris entre 0,05 et 2,6 selon le matériau considéré (Lavrentev, 1980), *M* est le facteur de Taylor (paramètre explicité dans la section suivante), *G* est le module de cisaillement, *b* est la norme du vecteur de Burgers et  $\rho$  est la densité de dislocations. La combinaison des équations (2.9) et (2.10) permet donc de relier la dureté à la densité de dislocations.

Une corrélation peut être observée entre la dureté Vickers et  $\sqrt{\rho_{EBSD}}$  mais un écart au niveau de l'évolution semble exister entre les cas de la compression et du laminage (figure 2.32b). Cette différence d'évolution vient probablement des différences d'orientations cristallographiques entre les deux états initiaux. En effet, pour le cas de la compression, la microstructure à l'état initial contient entre 50% et 80% de grains appartenant à la fibre  $\gamma$  (section 2.2 du chapitre 1). Pour le cas du laminage, la microstructure à l'état initial contient environ 10% et 30% de grains appartenant respectivement à la fibre  $\gamma$  et à la fibre  $\theta$ . Comme il a été observé dans la section 2.2.2, le comportement mécanique de ces deux microstructures est très différent. Or le facteur de confinement  $C_f$  et la déformation représentative  $\varepsilon_R$  (nécessaires pour déterminer la contrainte représentative  $\sigma_R$ ) de l'équation (2.9) dépendent du comportement mécanique (Hernot et al., 2014). De plus, le facteur de Taylor (équation (2.10)) n'est pas le même pour les grains de la fibre  $\gamma$  et ceux de la fibre  $\theta$  comme il sera présenté dans la section suivante.

Une autre piste d'explication pourrait être la vitesse de déformation différente entre les deux modes de déformation ( $\dot{\epsilon} \approx 0,005 \text{ s}^{-1} - 0,02 \text{ s}^{-1}$  pour la compression et  $\dot{\epsilon} \approx 0,5 \text{ s}^{-1} - 2,2 \text{ s}^{-1}$  pour le laminage, section 2.2.1). Dans le cas du tantale, lorsque la vitesse de déformation augmente l'écrouissage diminue (Kapoor et Nemat-Nasser, 2000) et la probabilité d'annihilation des dislocations dans les joints de grains ou avec d'autres dislocations est plus importante (Buy, 1996). Cependant, l'influence de la vitesse de déformation n'ayant pas été étudiée dans cette étude, la comparaison entre ces deux modes de déformation n'est pas plus discutée ici.



Figure 2.32 : Evolutions de la dureté moyenne avec (a) le niveau de déformation et (b)  $\sqrt{\overline{\rho_{EBSD}}}$  pour les deux modes de déformation (Géométries 1 et 2 confondues pour les échantillons comprimés). Les barres représentent les écarts-types de mesure.

# 2.3.4. Influence de l'orientation cristallographique sur la déformation intragranulaire

Afin d'analyser l'influence de l'orientation cristallographique sur la déformation intragranulaire, tous les pixels des grains appartenant à chaque classe d'orientations sont réunis et la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  est ensuite calculée pour chaque classe séparément. La fibre  $\gamma$  étant très prédominante pour les échantillons comprimés (plus de 90% avec la géométrie 1 de double-cône), seuls les résultats concernant cette fibre sont présentés dans la figure 2.33a pour le cas de la compression. Les évolutions des valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  avec le niveau de déformation pour les grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » sont présentées dans la figure 2.33b pour les échantillons laminés. Les densités de dislocations diffèrent selon la classe d'orientations pour le cas du laminage. Les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  sont toujours plus élevées et augmentent plus rapidement pour les grains de la fibre  $\gamma$  que pour les grains de la fibre  $\theta$ . L'évolution de la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  dans les grains de la classe « Autres » se situe entre celle des grains de la fibre  $\gamma$  et celle des grains de la fibre  $\theta$ . Ces différences de comportement peuvent expliquer pourquoi la densité de dislocations moyenne toutes orientations confondues augmente plus rapidement pour le cas de la compression que pour le cas du laminage comme présenté dans la section précédente (figure 2.30).

Une densité de dislocations plus élevée est un indicateur soit d'une déformation plastique plus élevée soit d'une déformation plastique similaire mais avec plus de dislocations immobiles (donc au total plus de dislocations pour accommoder une même déformation). Or les grains de la fibre  $\gamma$  semblent stocker moins de dislocations lorsqu'ils sont entourés par des grains d'autres orientations pour le cas du laminage (figure 2.33b) par rapport au cas de la compression où la fibre  $\gamma$  est très dominante (figure 2.33a). Cette observation peut donc indiquer que les grains de la fibre y en compression soit se déforment plus que les grains de la fibre  $\gamma$  en laminage soit se déforment de manière assez équivalente mais avec plus de dislocations immobiles. Cependant, pour une déformation macroscopique donnée, il n'est pas possible que les grains de la fibre  $\gamma$  en compression se déforment plus que les grains des trois classes d'orientations en laminage. Ainsi, cela semble indiquer que les grains de la fibre  $\gamma$  stockent plus de dislocations immobiles en compression qu'en laminage et plus que les grains des deux autres classes d'orientations. Cette conclusion est cohérente avec les observations de la suite du chapitre qui montrent que les grains de la fibre  $\gamma$  forment plus de sous-structures, les dislocations dans les sousjoints étant immobiles.

Les distributions de  $\rho_{EBSD}$  pour chaque classe d'orientations sont présentées dans les figures 2.34a et 2.34b pour deux niveaux de déformation atteints par laminage ( $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$  et 1,67) à titre d'exemples. Pour chaque classe d'orientations, les distributions s'élargissent avec la déformation. De plus, les distributions pour les grains de la fibre  $\gamma$  sont toujours plus larges que celles pour les grains de la fibre  $\theta$  avec une queue de distribution plus prononcée du côté des valeurs élevées de  $\rho_{EBSD}$ . Cette observation illustre un développement intragranulaire distinct entre les grains de ces deux fibres. Ces résultats sont cohérents avec plusieurs études de la littérature sur l'influence de l'orientation cristallographique réalisées sur des matériaux CC déformés à froid le plus souvent par laminage. Par exemple, elles ont été réalisées sur du fer (Borbély et al., 2000; Dillamore et al., 1967), de l'acier (Every et Hatherly, 1974; Hutchinson, 1999; Li et al., 2004a; Wauthier-Monnin et al., 2015) ou du tantale (Deng et al., 2014a; Lin et al., 2019; Sandim et al., 2001, 2005).



Figure 2.33 : Evolutions des valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations pour (a) les échantillons comprimés (Géométries 1 et 2 confondues, fibre  $\gamma$  uniquement) et (b) les échantillons laminés.



Figure 2.34 : Distribution de  $\rho_{EBSD}$  pour chaque classe d'orientations pour deux niveaux de déformation atteints par laminage de (a) 0,56 et (b) 1,67. R correspond au taux de réduction (en %).

### Facteur de Taylor

Pour corréler la déformation d'un grain avec son orientation cristallographique, le facteur de Taylor (noté «M») peut être utilisé. Ce paramètre informe sur l'activité des systèmes de glissement pendant la déformation. Il est généralement défini par l'expression suivante (Rosenberg et Piehler, 1971) :

$$M = \frac{dW}{\tau_{CRSS} \, d\varepsilon} \tag{2.11}$$

Où dW est l'incrément de travail réalisé,  $\tau_{CRSS}$  est la contrainte résolue critique de cisaillement (« Critical Resolved Shear Stress ») et  $d\varepsilon$  est l'incrément de déformation.

L'incrément de travail étant relié au nombre d'étapes de glissement nécessaires pour réaliser l'incrément de déformation, un facteur de Taylor élevé correspond donc à une forte activité des systèmes de glissement pendant la déformation et inversement. Les trois systèmes de glissement des matériaux CC ({110} <111>, {112} <111> et {123} <111>) ont été pris en compte pour calculer le facteur de Taylor. La contrainte résolue critique de cisaillement est considérée identique pour tous les systèmes de glissement, une hypothèse généralement acceptée (Raabe, 1995). Pour chaque mode de déformation, le tenseur de déformation exprimé dans la base macroscopique de déformation est spécifié.

Comme l'influence de l'orientation cristallographique est observable plus clairement avec les échantillons laminés, seuls ces échantillons sont analysés dans cette partie. Un cas de déformation plane (cas idéal de laminage sans déformation transversale) est considéré. Le tenseur de déformation considéré s'écrit ainsi sous la forme :  $\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ 

 $\underline{d\varepsilon} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ . L'évolution du facteur de Taylor en fonction de la position  $\varphi_1$  le long

des fibres  $\theta$  et  $\gamma$  est présentée respectivement dans les figures 2.35a et 2.35b. Les courbes rouge et noire représentent respectivement le cas où seul le système de glissement {110} <111> est considéré et le cas où les trois systèmes de glissement sont considérés. Le facteur de Taylor varie peu entre ces deux cas, diminuant légèrement de manière logique lorsque le glissement est possible sur les trois familles de plans. Comme attendu, le facteur de Taylor est plus élevé le long de la fibre  $\gamma$  que le long de la fibre  $\theta$ .



*Figure 2.35 : Evolution du facteur de Taylor le long de (a) la fibre*  $\theta$  *et (b) la fibre*  $\gamma$  *pour un cas de déformation plane.* 

A partir des cartographies EBSD des états déformés précédents (figure 2.15), l'orientation moyenne de chaque grain est déterminée puis le facteur de Taylor est calculé pour chaque grain. L'évolution du facteur de Taylor moyen avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations pour le cas du laminage est présentée dans la figure 2.36a. Il est à nouveau observé que les grains de la fibre  $\gamma$  ont un facteur de Taylor plus élevé que les grains de la fibre  $\theta$  (environ respectivement 3,5 et 2,4) pour chaque niveau de déformation. Cette observation est en accord avec la différence de valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  entre les grains de ces deux fibres (figure 2.33b) et confirme la différence de comportement pendant la déformation plastique. De plus, le facteur de Taylor moyen pour les grains de la classe « Autres » est situé entre celui des grains de la fibre  $\gamma$  et celui des grains de la fibre  $\theta$  avec une valeur moyenne d'environ 3 mais l'écart-type est beaucoup plus important. Par conséquent, ces grains ont un comportement intermédiaire et assez varié lors de la déformation.

Le facteur de Taylor est donc pertinent pour expliquer les tendances globales entre chaque classe d'orientations. Cependant, il ne permet pas de corréler la déformation avec l'orientation cristallographique de chaque grain. En effet, aucune corrélation directe entre le facteur de Taylor et la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  par grain n'a été trouvée pour chaque niveau de déformation étudié. Le cas pour le niveau de déformation de 0,56 atteint par laminage est présenté dans la figure 2.36b. Par exemple, un grain de la fibre  $\theta$  avec un facteur de Taylor faible peut avoir une valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  plus élevée qu'un grain de la fibre  $\gamma$  avec un facteur de Taylor plus élevé. Cela peut s'expliquer par le fait que les conditions limites de déformation pour chaque grain dépendent principalement des grains voisins. De plus, la différence de taille de grains dans un polycristal va également causer des disparités de comportement. Cela est illustré par exemple pour le cas des grains de la fibre  $\theta$  dans la figure 2.36c. La valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  d'un grain tend à diminuer lorsque sa taille augmente. Cela s'explique probablement par le fait que les dislocations s'accumulent préférentiellement aux abords des joints de grains. Cette absence de corrélation entre le facteur de Taylor et la densité de dislocations par grain a aussi été observée dans d'autres études menées sur du tantale (Hansen, 2019), de l'acier (Rajmohan et al., 1997) et un alliage Al-Mg-Mn (Takayama et Szpunar, 2004) par exemple.



Figure 2.36 : (a) Evolution du facteur de Taylor moyen avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations pour les échantillons laminés ; Graphiques de la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  en fonction (b) du facteur de Taylor pour chaque classe d'orientations et (c) du diamètre équivalent pour les grains de la fibre  $\theta$  pour le niveau de déformation de 0,56 atteint par laminage. Chaque point correspond à un grain dans la microstructure. R correspond au taux de réduction (en %).

# **Conclusions intermédiaires**

- La densité de dislocations évolue avec la déformation d'une manière relativement similaire entre les cas de la compression et du laminage. Cependant, une saturation semble être atteinte pour un niveau de déformation proche de 1 pour le cas de la compression. Les valeurs de dureté confirment ces évolutions ;
- L'orientation cristallographique impacte la déformation des grains. Pour le cas du laminage, les grains de la fibre γ ont toujours des densités de dislocations supérieures à celles des grains de la fibre θ. Cette différence semble résulter d'un nombre plus important de dislocations immobiles dans les grains de la fibre γ. Les grains de la classe « Autres » ont un comportement intermédiaire entre les grains de ces deux fibres ;
- Les densités de dislocations des grains de la fibre γ pour le cas de la compression sont supérieures à celles pour le cas du laminage pour un niveau de déformation donné.

Ainsi, plus de dislocations immobiles, donc plus de sous-joints sont attendus pour le cas de la compression ;

• Le facteur de Taylor permet de retrouver les tendances globales de chaque classe d'orientations mais pas de faire une corrélation grain à grain.

## 2.4. Analyse intragranulaire des microstructures de déformation

Lors de l'analyse précédente à l'échelle du polycristal, une évolution différente de la densité de dislocations en fonction de l'orientation cristallographique des grains a été observée. Cependant, une densité de dislocations ne permet pas d'avoir accès à la distribution spatiale à l'échelle des sous-structures. Cela est illustré de manière claire par la figure 2.37. Un grain de la fibre  $\gamma$  dans une microstructure comprimée et un grain de la fibre  $\theta$  dans une microstructure laminée à un niveau de déformation cinq fois supérieur ont des densités de dislocations proches. Cependant, le grain de la fibre  $\theta$  ne développe aucune sous-structure de dislocations contrairement au grain de la fibre  $\gamma$ . Ces microstructures présenteront un comportement radicalement différent en recristallisation et en restauration (chapitres 3 et 4). La caractérisation des sous-structures est nécessaire et fait l'objet de cette partie.



Figure 2.37 : Micrographies obtenues par ECCI et cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises à l'intérieur (a) d'un grain de la fibre  $\gamma$  dans la microstructure déformée par compression à un niveau de déformation de 0,30 (figure 2.13c) et (b) d'un grain de la fibre  $\theta$  dans la microstructure déformée par laminage à un niveau de déformation de 1,67 (figure 2.15e) (code de couleur défini selon la projection de respectivement la direction de compression DC et la direction normale DN dans le triangle standard).

### 2.4.1. Analyse qualitative avec la technique ECCI

Les microstructures déformées étudiées dans la partie précédente ont été caractérisées à l'échelle des sous-structures de dislocations. Une première observation qualitative du développement des sous-structures a été réalisée avec la technique d'imagerie ECCI. Les micrographies ECCI ont été effectuées loin des joints de grains dans les microstructures déformées par compression et par laminage. Les grains de la fibre  $\theta$  et de la fibre  $\gamma$  ont été spécifiquement étudiés car ces grains se déforment de manière très distincte comme observé précédemment. Les micrographies les plus représentatives pour les cas de la compression et du laminage sont présentées respectivement dans les figures 2.38 et 2.39.

Pour les deux modes de déformation, le développement de sous-structures de dislocations est très différent entre les grains de ces deux fibres. Pour les grains de la fibre  $\gamma$ (figures 2.38a, 2.38b, 2.39a et 2.39b), les sous-structures sont assez bien formées même pour le plus faible niveau de déformation étudié ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.30$ ). Pour les niveaux de déformation faibles (figures 2.38a et 2.39a), des dislocations à l'intérieur des sousstructures et des enchevêtrements au niveau des sous-joints sont visibles. Pour les niveaux de déformation élevés (figures 2.38b et 2.39b), les sous-structures sont mieux définies avec des parois de dislocations moins épaisses et moins de dislocations enchevêtrées aux abords des sous-joints. Cette meilleure organisation des dislocations en sous-structures tend à améliorer l'aptitude des sous-joints à migrer. Ces observations sont cohérentes avec les résultats de travaux précédents réalisés sur plusieurs matériaux CC et CFC (voir section 1.2). Pour le cas spécifique du laminage, les sous-joints apparaissent être progressivement amenés en position parallèle à la direction de laminage avec la déformation, comme indiqué par les lignes pointillées sur les figures 2.39a et 2.39b. Des résultats similaires ont été rapportés dans des études réalisées sur de l'aluminium pur et du nickel pur laminés à froid (Hughes et Hansen, 1997; Hurley et Humphreys, 2003; Liu et al., 1998).

Pour les grains de la fibre  $\theta$  (figures 2.38c, 2.38d, 2.39c et 2.39d), seuls quelques sous-joints sont visibles de manière très localisée même pour le niveau de déformation le plus élevé ( $\varepsilon_{VM} \approx 1,67$ ). Cette quasi-absence de sous-structures vient compléter les observations précédentes (section 2.3.4) sur l'influence de l'orientation cristallographique sur la densité de dislocations. De plus, il peut être noté que même si la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  des grains de la fibre  $\theta$  augmente avec la déformation (figure 2.33b), cette augmentation n'implique pas un développement de sous-structures. L'évolution de la quantité de dislocations et leur répartition spatiale sous forme de sous-structures sont donc différentes entre les grains de la fibre  $\theta$  et les grains de la fibre  $\gamma$  indépendamment du niveau de déformation ou de  $\overline{\rho_{EBSD}}$ . Nous pouvons ainsi noter qu'il n'est pas suffisant de décrire une microstructure déformée uniquement avec une densité de dislocations estimée à l'échelle du polycristal.



Figure 2.38 : Micrographies obtenues par ECCI à l'intérieur de (a) et (b) grains de la fibre  $\gamma$ , (c) et (d) grains de la fibre  $\theta$  pour des niveaux de déformation atteints par compression de respectivement 0,30 et 1,05 (la direction de compression est verticale).



Figure 2.39 : Micrographies obtenues par ECCI à l'intérieur de (a) et (b) grains de la fibre  $\gamma$ , (c) et (d) grains de la fibre  $\theta$  pour des niveaux de déformation atteints par laminage de respectivement 0,56 et 1,67 (la direction de laminage est horizontale). Les lignes pointillées rouges représentent les directions principales d'alignement des sous-joints. R correspond au taux de réduction (en %).

L'inconvénient majeur de la technique ECCI telle qu'elle a été mise en œuvre ici est que la caractérisation reste principalement qualitative car elle ne donne pas accès directement aux désorientations cristallographiques. Récemment, une nouvelle méthode permettant de réaliser des études quantitatives à partir de la technique ECCI a été développée. Celle-ci permet l'acquisition de diagrammes de diffraction avec une haute résolution angulaire (0,04°) (High Resolution Selected Area Channeling Patterns, « HR-SACPs ») (Guyon et al., 2015). Cette technique est appropriée pour caractériser des microstructures faiblement déformées avec des densités de dislocations peu élevées.

Cependant, le post-traitement des diagrammes est assez coûteux en temps. Dans le cas présent, les sous-structures ont été analysées quantitativement avec la technique EBSD comme détaillé dans la section suivante.

# 2.4.2. Analyse quantitative avec la technique EBSD Conditions et paramètres d'analyse

Des cartographies EBSD avec un pas d'acquisition de 90 nm ont été acquises à l'intérieur des grains déformés pour analyser quantitativement les sous-structures de dislocations. De plus, elles ont été acquises loin des joints de grains afin d'observer un comportement le plus représentatif de l'orientation cristallographique et le moins influencé par le voisinage. Dans le but d'avoir des résultats statistiquement représentatifs, les cartographies EBSD ont été réalisées dans plusieurs grains pour chaque niveau de déformation étudié et pour chaque classe d'orientations. Seuls les grains de la fibre  $\gamma$  ont été examinés pour le cas de la compression compte tenu de l'intensité très élevée de cette fibre. Le nombre de grains examinés et la surface totale observée par EBSD pour chaque cas sont résumés dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Nombre de grains examinés et surface totale observée par EBSD pour l'observation à l'échelle des sous-structures de dislocations.

Mode de déformation	Niveau de déformation (ɛvm)	Classe d'orientations	Nombre de grains examinés	Surface totale observée par EBSD (µm <sup>2</sup> )	Gradient d'orientation estimé moyen (°/µm)
	0,30	Fibre y	6	21891	0,07
Compression	0,65	Fibre y	6	17602	0,12
	1,05	Fibre γ	8	24177	0,17
	0,56	Fibre θ	2	2990	0,23
	1,00	Fibre θ	2	2256	0,28
	1,33	Fibre θ	4	6957	0,45
	1,67	Fibre $\theta$	4	2080	0,91
	0,56	Fibre y	5	15037	0,22
	1,00	Fibre y	6	9278	0,23
	1,33	Fibre y	6	12305	0,32
Laminage	1,67	Fibre y	7	3631	0,93
Lummuge	0,56	Classe « Autres »	5	10104	0,27
	1,00	Classe « Autres »	4	4454	0,39
	1,33	Classe « Autres »	4	5265	0,52
	1,67	Classe « Autres »	5	3091	0,73

La figure 2.40a présente un exemple de cartographie EBSD réalisée à l'échelle des sous-structures dans un grain de la fibre y dans la microstructure déformée par compression à un niveau de déformation de 0,30. Le début de développement de sous-structures peut être observé comme précédemment avec les micrographies ECCI (figure 2.38a). Pour une première approche de quantification, des profils de désorientation peuvent être tracés à partir de droites perpendiculaires à la direction moyenne approximative des sous-joints, comme par exemple la droite tracée en rouge sur la figure 2.40a. Les courbes bleue et rouge de la figure 2.40b représentent l'évolution de l'angle de désorientation respectivement pixel à pixel et par rapport au premier pixel du profil en fonction de la distance (par souci de clarté, seuls les vingt premiers microns du profil sont montrés). Les pics qui émergent du profil pixel à pixel (courbe bleue) correspondent aux angles de désorientation des sousjoints et les distances entre ces pics correspondent à la largeur des sous-structures. D'autre part, le profil par rapport au premier pixel du profil (courbe rouge) permet d'observer que les désorientations ne se cumulent pas et donc que les signes des angles de désorientation ont tendance à alterner entre sous-joints adjacents. Cette alternance a été observée de façon claire lors d'une analyse par MET des sous-structures développées lors du laminage à froid d'aluminium pur (Liu et al., 1998). Pour déterminer le signe des angles de désorientation autrement que par rapport au choix arbitraire du premier pixel du profil, Pantleon (Pantleon, 2005b) propose une méthode alternative. Celle-ci consiste à utiliser l'axe de rotation prédominant dans le grain considéré pour calculer l'angle de désorientation. Cela permet de révéler plus clairement l'alternance de signe entre sous-joints adjacents et la présence potentielle de gradients d'orientation. Malgré les informations qu'apporte cette méthode, l'inconvénient majeur réside dans le tracé des droites pour obtenir les profils d'angle de désorientation. En effet, pour des cas où la microstructure est très déformée ou à cause du voisinage, tous les sous-joints ne sont pas forcément alignés dans la même direction et il est alors compliqué de considérer des droites rigoureusement perpendiculaires aux sousjoints.

Dans le cas présent, le paramètre  $\theta$  est calculé sur toute la cartographie EBSD et tout angle de désorientation entre deux pixels adjacents compris entre 1,5° et 10° est considéré comme étant causé par un sous-joint. A titre d'exemple, une cartographie des sous-joints considérés pour l'analyse est présentée dans la figure 2.40c. Ces angles de désorientation sont notés dans la suite  $\theta_{sj}$ . Le seuil bas est utilisé pour ne pas considérer les dislocations qui ne forment pas de sous-joints. Le seuil haut correspond au seuil utilisé pour la détermination des joints de grains. Les sous-joints caractérisés dans le cas présent sont donc principalement des GNBs car l'angle de désorientation des IDBs ne dépasse pas 2° pour un niveau de déformation inférieur à 2 (observé sur de l'aluminium (Pantleon, 2005a)).

Pour quantifier le nombre de sous-joints, une densité de sous-joints (notée dans la suite  $\rho_{sj}$ ) est calculée en divisant la somme des longueurs des segments considérés comme des sous-joints (1,5° <  $\theta$  < 10°) par la surface totale observée. Ce paramètre a été choisi car il ne nécessite pas de faire d'hypothèses sur la forme des sous-structures et sur la répartition spatiale des sous-joints dans la surface d'observation. Il permet également de

prendre en compte les cas où les sous-joints ne forment pas des structures fermées, en particulier lorsque le développement des sous-structures est très peu avancé. Ainsi, dans le but de décrire le développement des sous-structures de dislocations, deux paramètres sont utilisés : la valeur moyenne de  $\theta_{sj}$  (°) et la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  (µm/µm<sup>2</sup>).



Figure 2.40 : (a) Cartographie EBSD des orientations cristallographiques acquise dans un grain de la fibre  $\gamma$  dans la microstructure déformée par compression à un niveau de déformation de 0,30 (figure 2.13c) (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). (b) Profils d'angle de désorientation pixel à pixel (courbe bleue) et cumulatif par rapport au premier pixel du profil (courbe rouge) obtenus à partir de la droite rouge tracée en (a). (c) Cartographie des segments avec un angle de désorientation compris entre 1,5° et 10°.

## Evolution de l'angle de désorientation des sous-joints $\theta_{si}$

L'évolution de la valeur moyenne de  $\theta_{sj}$  avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations et pour chaque mode de déformation est présentée dans la figure 2.41.



Figure 2.41 : Evolution de la valeur moyenne de  $\theta_{sj}$  avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations et pour chaque mode de déformation. Les lignes pointillées et pleines sont les ajustements de courbe par la méthode des moindres carrés des lois respectivement linéaires et puissances des équations (2.12), (2.13) et (2.14).

L'angle moyen de désorientation des sous-joints varie en fonction de l'orientation cristallographique du grain. La désorientation des sous-joints des grains de la fibre  $\gamma$  est plus élevée que celle des grains de la fibre  $\theta$ . Les sous-joints des grains de la classe « Autres » ont un niveau de désorientation intermédiaire entre les grains de ces deux fibres. Pour les grains de la fibre  $\gamma$ , les résultats sont assez continus entre les deux modes de déformation bien qu'il ait été observé précédemment que ce n'était pas le cas pour les densités de dislocations (figure 2.33). Pour chaque classe d'orientations, la désorientation des sous-joints augmente avec la déformation et aucune saturation n'est observée contrairement à certaines études pour des niveaux de déformation similaires (Furu et al., 1995; Li et al., 2003; Nes et al., 1982). Cette saturation, définie comme apparente par Pantleon (Pantleon, 2005a), est attribuée à la superposition des IDBs et des GNBs et à l'utilisation de valeurs seuil.

Pantleon (Pantleon, 2001, 2004) a proposé des lois semi-empiriques pour décrire l'évolution de l'angle de désorientation pour chaque type de sous-joints (équations (2.1) et (2.2) pour respectivement les IDBs et les GNBs). Elles montrent un assez bon accord avec des résultats expérimentaux obtenus sur de l'aluminium pur laminé à froid (Hughes et al., 1997; Liu et al., 2002). L'utilisation de ces lois n'a cependant pas montré un accord satisfaisant avec les données de la présente étude. Ces lois ne conviennent donc pas pour le tantale et potentiellement pour les matériaux CC en général. Des lois linéaires et puissances ont permis de décrire plus correctement les évolutions de l'angle de désorientation. La méthode des moindres carrés a permis de déterminer les équations suivantes :

Grains de la fibre 
$$\theta$$
 :  $\overline{\theta_{s_I}}$  (°) = 0,89  $\varepsilon_{VM}$  + 1,09 ou  $\overline{\theta_{s_I}}$  (°) = 2,02  $\varepsilon_{VM}^{0,45}$  (2.12)

Grains de la fibre 
$$\gamma : \overline{\theta_{s_1}} (^\circ) = 0,86 \varepsilon_{VM} + 2,12 \text{ ou } \overline{\theta_{s_1}} (^\circ) = 3,04 \varepsilon_{VM}^{0,25}$$
 (2.13)

Grains de la classe « Autres » : 
$$\overline{\theta_{s_l}}$$
 (°) = 0,30  $\varepsilon_{VM}$  + 2,23 ou  $\overline{\theta_{s_l}}$  (°) = 2,56  $\varepsilon_{VM}^{0,11}$  (2.14)

Les différences entre ces équations montrent qu'il n'existe pas de loi générique pour décrire l'évolution de l'angle de désorientation des sous-joints quelle que soit l'orientation cristallographique du grain.

### Evolution de la densité de sous-joints $\rho_{si}$

L'évolution de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations et pour chaque mode de déformation est présentée dans la figure 2.42.



Figure 2.42 : Evolution de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations et pour chaque mode de déformation. Les écarts-types sont pondérés par la surface observée de chaque cartographie EBSD. Les lignes pointillées et pleines sont les ajustements de courbe par la méthode des moindres carrés des lois respectivement linéaires et puissances des équations (2.15), (2.16), (2.17) et (2.18).

Comme observé précédemment avec les micrographies ECCI, les grains de la fibre  $\gamma$  ont un comportement distinct des autres avec une densité de sous-joints plus élevée. Pour les grains des deux autres classes d'orientations, la densité de sous-joints reste très faible même pour les niveaux de déformation les plus élevés. Pour les grains de la fibre  $\theta$ , l'augmentation plus prononcée de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  pourrait indiquer un début de développement de sous-joints. Cela semble cohérent avec les quelques sous-joints présents très localement observés avec la technique ECCI précédemment (figure 2.39d). Pour les grains de la classe « Autres », l'évolution est plus irrégulière. Cela pourrait s'expliquer par une grande disparité en termes de comportement des grains lors de la déformation, visible par les écarts-types plus importants.

Pour les grains de la fibre  $\gamma$ , l'évolution de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  apparaît être différente entre les cas du laminage et de la compression. Pour les échantillons laminés, la

valeur moyenne de  $\rho_{si}$  augmente de manière plutôt continue avec le niveau de déformation. Pour les échantillons comprimés, plus de sous-joints sont formés et la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  semble saturer rapidement autour de 2  $\mu$ m/ $\mu$ m<sup>2</sup> dès un niveau de déformation de 0,65. De plus, le développement de sous-structures dans les grains de la fibre  $\gamma$  semble plus homogène lors d'une déformation par compression que par laminage au vu des écarts-types plus importants pour le second cas. Ces deux observations sont sans doute en lien avec la différence d'intensité de la fibre  $\gamma$  entre les deux cas. En effet, les grains de la fibre  $\gamma$  sont présents entre 60% et 90% pour les échantillons comprimés alors que cette proportion atteint tout au plus 30% pour les échantillons laminés (figure 2.16). Par conséquent, avec un voisinage de grains plus régulier, le développement de sous-joints est plus homogène pour les échantillons comprimés avec une dispersion plus faible (figure 2.42). Cette homogénéité est probablement la raison de l'augmentation rapide puis de la saturation de la valeur moyenne de  $\rho_{si}$  pour ce cas. Au contraire, pour les échantillons laminés, des sousjoints continuent à se former même à des niveaux de déformation élevés à cause de l'hétérogénéité de voisinage. Cette différence de densité de sous-joints pourrait expliquer pourquoi les densités de dislocations évoluent différemment entre les cas de la compression et du laminage (figure 2.30) alors que la désorientation des sous-joints évolue de manière continue entre les deux modes de déformation (figure 2.41).

Une influence similaire de l'environnement voisin sur la déformation des grains a été observée sur de l'acier laminé à froid (Hutchinson, 1999). Le cas d'un grain « dur » avec un facteur de Taylor élevé voisin d'un grain « mou » avec un facteur de Taylor faible est en particulier analysé. Le grain « dur », avec une contrainte d'écoulement plus élevée, a tendance à résister à la déformation tandis que le grain « mou » se déforme en se courbant autour du grain « dur ». Cela mène à un grain « mou » plus allongé et également à une diminution globale de la texture car son orientation cristallographique se disperse avec la déformation. Ce cas peut être transposé au cas du laminage étudié ici. En effet, les grains de la fibre  $\gamma$  et ceux de la fibre  $\theta$  ont un comportement très différent comme présenté dans la figure 2.43 pour l'échantillon laminé à un niveau de déformation de 1,67. Il peut être constaté l'hétérogénéité des sous-structures dans le grain de la fibre  $\gamma$  du fait de son voisinage avec un grain de la fibre  $\theta$  qui se déforme de plus en plus intensément. A l'inverse, pour le cas de la compression, les grains de la fibre  $\gamma$  étant très souvent entourés par d'autres grains de la fibre  $\gamma$ , ils doivent se déformer d'une manière relativement similaire pour accommoder la déformation macroscopique. Ainsi, le développement de sous-structures est plus homogène et continu avec la déformation.

Plusieurs auteurs (Hansen et Hughes, 1995; Hughes et al., 1997; Li et al., 2004b; Hughes et Hansen, 2018) ont aussi observé que la taille des sous-structures évolue de manière différente en fonction du type de sous-joints les composant, c'est-à-dire des IDBs ou des GNBs. En particulier, l'espacement entre les GNBs diminue plus rapidement que l'espacement entre les IDBs quand la déformation augmente. Pour le cas du nickel pur (Hughes et Hansen, 2018), les données relatives aux densités de GNBs (calculées comme l'inverse de l'espacement entre GNBs) peuvent être comparées aux valeurs moyennes de  $\rho_{si}$  obtenues dans le cas présent (figure 2.42). Dans cette étude, la densité de GNBs augmente très rapidement jusqu'à une valeur d'environ 2-2,5  $\mu$ m<sup>-1</sup> pour un niveau de déformation d'environ 1 puis continue d'augmenter ensuite mais plus lentement et de manière linéaire. Cette évolution est relativement similaire à celle des grains de la fibre  $\gamma$  pour le cas de la compression à la seule différence qu'une saturation pourrait être attendue pour une déformation plus élevée dans le cas présent. Des niveaux de déformation supérieurs en compression seraient nécessaires pour vérifier cette hypothèse.



Figure 2.43 : Cartographie EBSD des orientations cristallographiques acquise dans la microstructure déformée par laminage à un niveau de déformation de 1,67 (figure 2.15e) (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Grain de la fibre  $\theta$  déformé en se courbant au voisinage d'un grain de la fibre  $\gamma$  plus sous-structuré. R correspond au taux de réduction (en %).

Comme précédemment, des lois linéaires et puissances ont permis de décrire de manière acceptable l'évolution de la densité de sous-joints avec le niveau de déformation. Les équations suivantes ont pu être déterminées pour chaque classe d'orientations :

Grains de la fibre 
$$\gamma$$
 comprimés :  $\overline{\rho_{sj}} (\mu m / \mu m^2) = 2,23 \varepsilon_{VM} - 0,19$  ou  
 $\overline{\rho_{sj}} (\mu m / \mu m^2) = 2,00 \varepsilon_{VM}^{1,01}$ 
(2.15)

Grains de la fibre 
$$\gamma$$
 laminés :  $\overline{\rho_{sj}} (\mu m/\mu m^2) = 0,70 \varepsilon_{VM} + 0,38$  ou  
 $\overline{\rho_{sj}} (\mu m/\mu m^2) = 1,10 \varepsilon_{VM}^{0,66}$ 
(2.16)

Grains de la fibre $\theta$ :	$\overline{\rho_{si}}  (\mu m / \mu m^2) = 0.19  \varepsilon_{VM} - 0.11  \text{ou}$	(0.17)
	$\overline{\rho_{sj}} \; (\mu m / \mu m^2) = 0.06 \; \varepsilon_{VM}^{2.64}$	(2.17)

Grains de la classe « Autres » : 
$$\overline{\rho_{sj}} (\mu m/\mu m^2) = 0,10 \varepsilon_{VM} + 0,03$$
 ou  
 $\overline{\rho_{sj}} (\mu m/\mu m^2) = 0,13 \varepsilon_{VM}^{0,76}$ 
(2.18)

Des tailles moyennes de sous-structures peuvent être estimées à partir des valeurs moyennes de  $\rho_{sj}$  en considérant des notions de stéréologie. Tout d'abord, un facteur correctif est appliqué pour prendre en compte l'effet de l'acquisition sur une grille discrète qui cause une surestimation de la densité mesurée par rapport à la valeur réelle (Cao et al., 2003) :

$$\rho_{sj\ vraie} = \frac{\pi}{4} \ \rho_{sj} \tag{2.19}$$

Où  $\rho_{sj vraie}$  est la densité de sous-joints réelle ( $\mu$ m/ $\mu$ m<sup>2</sup>) et  $\rho_{sj}$  est la densité de sous-joints mesurée par EBSD ( $\mu$ m/ $\mu$ m<sup>2</sup>). En faisant l'hypothèse que le plan d'observation 2D permette d'observer de manière parallèle toutes les sous-structures, la densité de sous-joints réelle peut être reliée à la surface de sous-joints par unité de volume par l'expression suivante (Underwood, 1973) :

$$S_{sj} = \frac{4}{\pi} \rho_{sj vraie} \tag{2.20}$$

Où  $S_{sj}$  est la surface de sous-joints par unité de volume ( $\mu$ m<sup>2</sup>/ $\mu$ m<sup>3</sup>). Compte tenu de l'équation (2.19), il apparaît alors que  $S_{sj}$  et  $\rho_{sj}$  sont égaux. En faisant les hypothèses que les sous-structures sont des sphères, qu'elles ont une taille identique et qu'elles sont réparties de manière à occuper toute la surface observée, le diamètre moyen s'exprime ainsi (DeHoff, 1986) :

$$\overline{d_{ss}} = \frac{8}{3} \frac{1}{\overline{S_{sj}}} = \frac{8}{3} \frac{1}{\overline{\rho_{sj}}}$$
(2.21)

Où  $\overline{d_{ss}}$  est le diamètre moyen des sous-structures (µm).

Le diamètre moyen des sous-structures a été calculé uniquement pour les grains de la fibre  $\gamma$  car les valeurs moyennes de  $\rho_{sj}$  pour les grains des deux autres classes sont très faibles ce qui mène à des tailles de sous-structures non physiques de plusieurs dizaines de micromètre. En effet, quand seuls quelques sous-joints sont formés l'hypothèse d'une répartition homogène des sous-structures sur toute la surface considérée utilisée pour calculer  $\overline{d_{ss}}$  (équation (2.21)) n'est plus valide. De plus, comme le même problème est rencontré pour le premier niveau de déformation atteint en compression pour les grains de la fibre  $\gamma$  ( $\varepsilon_{VM} \approx 0,30$ ), seule l'évolution pour le cas du laminage a été modélisée. La méthode des moindres carrés a mené aux équations suivantes :

Grains de la fibre 
$$\gamma$$
 laminés :  $\overline{d_{ss}} (\mu m) = -1,36 \varepsilon_{VM} + 3,94$  ou  
 $\overline{d_{ss}} (\mu m) = 2,42 \varepsilon_{VM}^{-0,51}$ 
(2.22)

Les tailles de sous-structures estimées (de 3,2 µm pour  $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$  à 1,6 µm pour  $\varepsilon_{VM} \approx 1,67$ ) sont de même ordre de grandeur que celles reportées dans la revue de Gil Sevillano et al. de plusieurs études réalisées sur des matériaux CC et CFC (Gil Sevillano et al., 1980). Des tailles inférieures à 1 µm ont en revanche été mesurées par MET sur des monocristaux de tantale pur laminés à froid à 80% de réduction ( $\varepsilon_{VM} \approx 1,86$ ) (Vandermeer et Snyder, 1979). Cette différence par rapport au cas présent peut sans doute s'expliquer par la meilleure résolution d'observation de la technique MET par rapport à la technique EBSD et par les différentes hypothèses réalisées pour calculer le diamètre moyen (équation (2.21)). La faible représentativité statistique de résultats obtenus par MET et les effets de coupe pour l'observation des échantillons sont également des sources d'écart potentielles. Par ailleurs, Gil Sevillano et al. (Gil Sevillano et al., 1980) remarquent une transition brutale dans l'évolution de la taille des sous-structures avec la déformation. En particulier, cette transition entre une diminution très rapide puis plus lente a lieu pour un niveau de déformation entre 0,4 et 1,5 selon le matériau étudié. Une telle transition brutale n'est pas

observée ici. D'autre part, dans différents travaux sur de l'aluminium pur laminé à froid (Hansen et Hughes, 1995; Hughes et al., 1997), les évolutions des espacements entre les GNBs et entre les IDBs avec la déformation ont été décrites par des lois puissances avec un coefficient d'environ respectivement -0,7 et -0,5. En comparaison avec l'équation (2.22), le diamètre moyen des sous-structures dans les grains de la fibre  $\gamma$  laminés semble avoir une évolution proche de celle pour les IDBs.

# Evolution de $\theta_{sj}$ et de $\rho_{sj}$ en fonction de la densité de dislocations estimée à l'échelle du polycristal

Les évolutions des valeurs moyennes de  $\theta_{sj}$  et de  $\rho_{sj}$  ont été analysées précédemment en fonction du niveau de déformation. Cependant, le niveau de déformation est un paramètre macroscopique et à l'échelle microscopique les déformations locales peuvent être différentes à cause de l'orientation cristallographique ou du voisinage environnant par exemple. Ainsi, l'utilisation de paramètres à l'échelle du polycristal comme la densité de dislocations peut être plus judicieuse pour prendre en compte ces différences. Pour chaque classe d'orientations, les valeurs moyennes de  $\theta_{sj}$  et de  $\rho_{sj}$ (figures 2.41 et 2.42) sont associées aux valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  de chaque classe associée (figure 2.33). Les analyses en fonction de la densité de dislocations mènent à des conclusions similaires à celles précédentes. De plus, des modèles pour décrire les évolutions des valeurs moyennes de  $\theta_{sj}$  et de  $\rho_{sj}$  en fonction de l'angle de désorientation des sous-joints pour chaque classe d'orientations :

Grains de la fibre $\theta$ :	$\overline{\theta_{s_J}}$ (°) = 1,0. 10 <sup>-15</sup> $\overline{\rho_{EBSD}}$ + 1,32 ou	(2,22)
	$\overline{\theta_{sJ}}$ (°) = 2,7. $10^{-5} \overline{\rho_{EBSD}}^{0,330}$	(2.23)
Grains de la fibre $\gamma$ :	$\overline{\theta_{sj}}$ (°) = 6,1. $10^{-16} \overline{\rho_{EBSD}}$ + 2,25 ou	(2,24)
	$\overline{\theta_{s_J}}$ (°) = 1,3. 10 <sup>-3</sup> $\overline{\rho_{EBSD}}^{0,224}$	(2.24)
Grains de la classe « Autres » :	$\overline{\theta_{sJ}}$ (°) = 2,6. $10^{-16} \overline{\rho_{EBSD}}$ + 2,26 ou	(2, 25)
	$\overline{\theta_{s_{I}}}$ (°) = 6,7. $10^{-2} \overline{\rho_{EBSD}}^{0,105}$	(2.25)

### Evolution des gradients d'orientation

Comme détaillé précédemment, très peu de sous-joints sont formés dans les grains de la fibre  $\theta$  et visibles dans les micrographies obtenues par ECCI (figures 2.38c, 2.38d, 2.39c et 2.39d). Néanmoins, une transition progressive entre les zones claires et les zones foncées est observée. Ces contrastes pourraient suggérer la présence de gradients d'orientation sur une grande distance par rapport à l'échelle d'observation par ECCI. Les grains de la fibre  $\theta$ , qui se déforment assez facilement, ont tendance à se courber au voisinage de grains qui se déforment plus difficilement (figure 2.43) ce qui peut donner lieu à de tels gradients. Comme observé sur du tantale pur laminé à froid (Zhu et al., 2020c),

les grains de la fibre  $\theta$  peuvent aller jusqu'à se fragmenter en raison de l'interaction avec les grains de la fibre  $\gamma$  de leur voisinage. A l'opposé, il peut être supposé que les gradients d'orientation soient plus faibles dans les grains de la fibre  $\gamma$  car aucun contraste significatif n'est visible dans les micrographies obtenues par ECCI (figures 2.38a, 2.38b, 2.39a et 2.39b).

Afin d'analyser quantitativement les gradients d'orientation et de vérifier les suppositions précédentes, les cartographies EBSD présentées dans le tableau 2.2 ont été utilisées. Pour chaque cartographie EBSD, des profils d'angle de désorientation passant par le centre de la cartographie ont été tracés tous les 3° (i.e. 60 profils par cartographie). Un exemple de cette méthode est présenté dans la figure 2.44. L'évolution de l'angle de désorientation le long de chaque profil a été représentée par une loi linéaire avec la méthode des moindres carrés et la pente de cette loi a été considérée comme étant la valeur du gradient d'orientation. Comme rien ne garantit que l'un des profils soit dans la même direction que le gradient d'orientation le plus important, la valeur maximale parmi les 60 profils a été considérée comme étant la valeur la plus proche du vrai gradient d'orientation du vrai gradient d'orientation. Cette sous-estimation est supposée faible car 60 profils sont tracés.

Pour chaque cas du tableau 2.2, la moyenne (pondérée par la surface de chaque cartographie EBSD) du gradient d'orientation estimé est calculée. Les résultats sont reportés dans la colonne de droite du tableau 2.2.

Pour chaque classe d'orientations, le gradient d'orientation estimé moyen augmente avec la déformation comme attendu. Les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que des gradients d'orientation estimés dans une précédente étude sur du tantale pur (Moussa et al., 2017). L'évolution du gradient avec la déformation dans cette étude semble être plus rapide que dans le cas présent. Cependant, la méthode utilisée pour la détermination du gradient est différente (gradient calculé comme la pente de la désorientation en fonction du rayon du kernel de chaque pixel). De plus, elle est appliquée sur des cartographies à l'échelle du polycristal (pas de 1,41 µm) sans discrimination de l'orientation cristallographique des grains.

L'augmentation du gradient d'orientation avec la déformation est progressive pour les grains de la fibre  $\theta$  laminés. Pour les grains de la fibre  $\gamma$  laminés, les gradients deviennent importants pour le niveau de déformation le plus élevé ( $\varepsilon_{VM} \approx 1,67$ ) ce qui pourrait révéler un début de fragmentation intragranulaire. Néanmoins, les gradients d'orientation sont relativement similaires entre ces deux classes d'orientations malgré une évolution avec la déformation différente. Par conséquent, bien que les gradients d'orientation soient plus visibles dans les micrographies des grains de la fibre  $\theta$  (figures 2.38c, 2.38d, 2.39c et 2.39d), ils ne sont pas plus importants que ceux dans les grains de la fibre  $\gamma$  comme il avait été supposé précédemment. D'autre part, les gradients d'orientation dans les grains de la fibre  $\gamma$  semblent plus importants pour le cas du laminage que pour le cas de la compression. Cette différence s'explique probablement par le voisinage plus varié des grains de la fibre  $\gamma$  dans les échantillons laminés.



Figure 2.44 : Exemple d'application de la méthode pour l'analyse des gradients d'orientation. (a) 60 profils d'angle de désorientation passant par le centre de la cartographie EBSD sont tracés tous les 3°. (b) Profils d'angle de désorientation correspondant aux gradients d'orientation minimal et maximal estimés par la pente de la loi linéaire (méthode des moindres carrés).

## Effet d'échelle sur l'estimation de la densité de dislocations

Afin d'étudier l'influence de l'échelle d'observation sur l'estimation de la densité de dislocations, le paramètre  $\rho_{EBSD}$  est calculé pour chaque cartographie du tableau 2.2 puis une moyenne (pondérée par la surface de chaque cartographie EBSD) est déterminée pour chaque cas (notée dans la suite  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$ ). L'évolution de  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  avec le niveau de déformation est présentée dans la figure 2.45 pour chaque classe d'orientations pour le cas du laminage (le cas de la compression ne permettant pas d'étudier les trois classes d'orientations). Une valeur de  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  toutes orientations globales estimées à l'échelle du polycristal (figure 2.30b). Pour ce faire, les valeurs de chaque classe d'orientations sont pondérées par la fraction surfacique correspondante, issue des cartographies EBSD réalisées avec un pas de 1,20 µm (figure 2.16b).

Comme observé précédemment lors de l'analyse à l'échelle du polycristal (figure 2.33b), la densité de dislocations moyenne des grains de la fibre  $\gamma$  est supérieure à celles des grains des deux autres classes d'orientations. Cela est cohérent avec le développement de sous-structures plus important dans les grains de la fibre  $\gamma$  (figures 2.41 et 2.42). En revanche, à cette échelle d'observation, seule la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD_{micro}}$  des grains de la fibre  $\gamma$  augmente avec la déformation alors que celles des grains de la fibre  $\theta$ , de la classe « Autres » et en considérant toutes les orientations ensemble restent quasiment constantes. Trois principales raisons pourraient expliquer ces observations.

Pour l'analyse des microstructures à l'échelle des sous-structures, les cartographies EBSD ont été acquises loin des joints de grains. Or les dislocations s'accumulent préférentiellement au niveau des joints de grains, comme discuté précédemment sur la base des résultats présentés dans la figure 2.36. Ainsi, en s'éloignant des joints de grains, les cartographies EBSD ne sont pas représentatives de tout le volume. Cette raison pourrait expliquer une saturation de la densité de dislocations mais ne suffit pas pour expliquer les différences entre les trois classes d'orientations (figure 2.45).

L'utilisation d'un seuil de 10° pour déterminer les sous-joints pourrait causer une possible saturation de la valeur estimée de  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  comme montré par Pantleon (Pantleon, 2005a). Cependant, cette raison n'explique pas les différences entre les trois classes d'orientations ni la différence entre l'évolution de  $\overline{\rho_{EBSD}}$  estimée à l'échelle du polycristal (figure 2.33b) et de  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  estimée à l'échelle des sous-structures (figure 2.45).

Différentes études (Fressengeas et al., 2018; Naghdy et al., 2018; Ruggles et al., 2016) ont étudié la manière de choisir le pas de mesure pour estimer une densité de GNDs et ont montré que le pas de mesure doit être adapté à l'échelle des structures de déformation pour une estimation correcte. Par exemple, Naghdy et al. (Naghdy et al., 2018) ont déterminé sur de l'aluminium pur déformé par torsion (déformations équivalentes étudiées entre 1 et 50) qu'un pas de mesure entre 80 nm et 320 nm permet de quantifier la densité de GNDs par EBSD. Dans le cas présent, compte tenu du pas de mesure utilisé (90 nm) et de la taille des sous-structures (figures 2.38 et 2.39), il est fort probable que  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  correspond à la densité de GNDs. Ainsi, les observations de la figure 2.45 montrent que la densité de GNDs à cœur de grain augmente seulement pour les grains de la fibre  $\gamma$  (grains formant des sous-structures) et sature pour les grains de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » (grains ne formant que très peu de sous-structures). Cette observation semble donc cohérente avec les évolutions des sous-structures observées (figures 2.41 et 2.42).

En conclusion, la troisième explication semble être la plus cohérente et il est crucial de bien choisir le pas de mesure pour estimer une densité de GNDs par EBSD. Cependant, il est important de rappeler qu'une densité de GNDs ne rend pas compte de la distribution spatiale des dislocations comme observé précédemment avec la figure 2.37.



Figure 2.45 : Evolution de  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  (calculé à partir des cartographies EBSD du tableau 2.2) avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations pour le cas du laminage.

# **Conclusions intermédiaires**

- L'orientation cristallographique impacte la formation de sous-structures. Pour les grains de la fibre θ, il n'est pas observé de sous-structure même pour une déformation élevée. Pour les grains de la fibre γ, des sous-structures se développent dès les faibles déformations ;
- Il n'y pas de corrélation directe entre la densité de dislocations estimée à l'échelle du polycristal et la formation de sous-structures sans discriminer les grains par leur orientation cristallographique. Il n'est donc pas suffisant de décrire une microstructure déformée uniquement avec une densité de dislocations ;
- La désorientation des sous-joints des grains de la fibre γ est plus élevée que celle des sous-joints des grains de la classe « Autres », elle-même plus élevée que celle des sous-joints des grains de la fibre θ. Les résultats pour les grains de la fibre γ entre les cas de la compression et du laminage sont similaires ;
- La densité de sous-joints est plus élevée dans les grains de la fibre γ et très faible dans les autres grains. Des différences sont observées entres les cas de la compression et du laminage pour les grains de la fibre γ. Celles-ci sont vraisemblablement dues aux états initiaux différents entre les deux modes de déformation ;
- Des modèles pour l'évolution de la désorientation et de la densité de sous-joints sont proposés pour chaque classe d'orientations ;
- Pour le cas du laminage, les gradients d'orientation augmentent avec la déformation de manière progressive dans les grains de la fibre θ alors qu'ils ne deviennent importants que pour les déformations élevées dans les grains de la fibre γ. Néanmoins, les gradients d'orientation sont de même ordre de grandeur pour ces deux classes d'orientations. Pour le cas spécifique des grains de la fibre γ, les gradients d'orientation dans les échantillons comprimés sont inférieurs à ceux dans les échantillons laminés ;
- Pour estimer une densité de GNDs par EBSD, un pas de mesure adapté à l'échelle des structures de déformation doit être choisi. La densité de GNDs estimée à l'échelle des sous-structures à cœur de grain augmente dans les grains de la fibre γ qui forment des sous-structures. Cette densité reste plus ou moins constante dans les grains de la fibre θ et de la classe « Autres » qui ne forment pas ou très peu de sous-structures.

# 3. Conclusions

Dans ce chapitre, plusieurs microstructures de tantale pur déformées à froid selon différentes conditions ont été caractérisées afin d'avoir une meilleure compréhension des évolutions ayant lieu lors de la déformation.

Les évolutions de la texture cristallographique ont été étudiées pour un cas de compression et un cas de laminage. Il a été observé que la fibre  $\gamma$  est stable en compression ce qui pourrait indiquer que le système de glissement principalement actif est {110} <111>. En laminage, l'intensité de la fibre  $\gamma$  varie dans l'épaisseur de l'échantillon. Au centre, elle augmente en raison des contraintes compressives. En revanche, elle diminue dans une zone

proche de la surface. Cette plus faible intensité pourrait s'expliquer par les contraintes de cisaillement causées par le frottement entre les rouleaux du laminoir et la tôle qui viennent s'ajouter aux contraintes de compression et rendent ainsi la texture moins marquée. D'autre part, le comportement de la fibre  $\gamma$  en déformation a été étudié avec des essais de compression Channel Die selon différentes directions de sollicitation. La fibre  $\gamma$  est stable lorsque la direction de sollicitation est la direction normale de la tôle initiale. Lorsqu'une nouvelle direction de sollicitation est présente, une nouvelle fibre  $\gamma$  se développe. Une corrélation entre ce développement et le paramètre de triaxialité des contraintes a été testée. Cependant, les résultats n'ont pas permis de valider cette hypothèse.

Les microstructures déformées ont ensuite été analysées qualitativement et quantitativement.

Lors d'une première analyse à l'échelle du polycristal, les désorientations causées par la déformation ont été évaluées avec des densités de dislocations. Les tendances attendues avec un niveau de déformation croissant ont été retrouvées. De plus, l'influence de l'orientation cristallographique a pu être soulignée par le fait que les grains de la fibre  $\gamma$ ont toujours des densités de dislocations moyennes supérieures à celles des grains de la fibre  $\theta$ . Les grains de la classe « Autres » ont un comportement intermédiaire entre les grains de ces deux fibres. Le facteur de Taylor permet de retrouver ces tendances globales mais ne permet pas de faire une corrélation directe avec la densité de dislocations par grain. Pour les grains de la fibre  $\gamma$ , les densités de dislocations supérieures pour le cas de la compression par rapport au cas du laminage (pour un niveau de déformation donné) laissent présumer un développement de sous-structures plus important.

Lors d'une seconde analyse intragranulaire à l'échelle des sous-structures de dislocations, une observation directe avec la technique ECCI a permis de voir que le développement de sous-structures est très important pour les grains de la fibre  $\gamma$  alors qu'il est quasi-inexistant pour les grains de la fibre  $\theta$ . Une caractérisation quantitative des sousstructures par EBSD a ensuite été réalisée à la même échelle d'observation. Le développement des sous-structures a été décrit par deux paramètres quantifiant la désorientation et la densité de sous-joints. Plus de sous-joints sont formés dans les grains de la fibre  $\gamma$  que dans les autres grains. La désorientation des sous-joints des grains de la fibre  $\gamma$  est plus élevée que celle des sous-joints des grains de la classe « Autres », elle-même plus élevée que celle des sous-joints des grains de la fibre  $\theta$ . Les modèles d'évolution reportés dans la littérature sont uniquement appliqués à des matériaux CFC et n'ont pas fonctionné pour le tantale. Des modèles ont été proposés pour l'évolution de la désorientation et de la densité de sous-joints avec le niveau de déformation pour chaque classe d'orientations. Des différences significatives sont observables entre les cas de la compression et du laminage pour les grains de la fibre y. Ces différences sont vraisemblablement dues aux états initiaux différents entre les deux modes de déformation. Lorsque la fibre  $\gamma$  est faiblement présente pour le cas du laminage, le développement de sous-structures est très hétérogène avec une augmentation continue de la densité de sousjoints et de leur désorientation avec la déformation. Lorsque la fibre  $\gamma$  est très intense pour le cas de la compression, les sous-joints se développent dès les faibles déformations et la densité de sous-joints semble saturer rapidement. Seule la désorientation des sous-joints continue d'augmenter pour une déformation plus élevée.

Les gradients d'orientation intragranulaires ont été analysés à l'échelle des sousstructures. Pour le cas du laminage, ils augmentent progressivement avec la déformation dans les grains de la fibre  $\theta$  alors qu'ils ne deviennent importants que pour les déformations élevées dans les grains de la fibre  $\gamma$ . Malgré cette évolution différente, les gradients d'orientation restent relativement similaires entre ces deux classes d'orientations. D'autre part, les gradients d'orientation dans les grains de la fibre  $\gamma$  comprimés sont inférieurs à ceux dans les grains de la fibre  $\gamma$  laminés. Cette différence est sans doute due encore une fois à l'état initial différent entre les deux cas, avec en particulier un voisinage des grains de la fibre  $\gamma$  plus varié pour le cas du laminage.

Une analyse des densités de dislocations estimées avec les données EBSD acquises à l'échelle des sous-structures a montré que la densité de GNDs augmente avec la déformation pour les grains de la fibre  $\gamma$  (qui forment des sous-structures) et reste assez constante pour les autres grains (qui ne forment pas ou très peu de sous-structures). Par ailleurs, pour estimer une densité de GNDs à partir de données EBSD, il est primordial de choisir un pas de mesure adapté à l'échelle des structures de déformation.

Une densité de dislocations estimée à l'échelle du polycristal comme unique paramètre ne permet pas de décrire ces différences. La quantification des sous-structures de dislocations avec les paramètres proposés dans ce travail est primordiale pour aboutir à une meilleure description de l'état déformé. De plus, l'orientation cristallographique doit également être prise en considération compte tenu de son influence très importante sur le développement de sous-structures. Les conséquences de cette influence sur la recristallisation et la restauration sont analysées respectivement dans les chapitres 3 et 4. Chapitre III : Influence de l'état déformé sur la recristallisation

# 1. Etat de l'art

## 1.1. Estimation de l'énergie stockée

L'énergie stockée lors de la déformation plastique représente la force motrice pour la recristallisation au cours du traitement thermique subséquent. Afin de prévoir les propriétés de la microstructure recristallisée (taille de grains, texture, ...), une estimation de l'énergie stockée est nécessaire. Plusieurs méthodes à différentes échelles de caractérisation existent et sont présentées dans cette section.

## Par calorimétrie

Les techniques de calorimétrie permettent de mesurer l'énergie stockée dans le matériau à une échelle macroscopique en observant les variations de flux de chaleur (Humphreys et Hatherly, 2004). Les évolutions microstructurales (restauration, recristallisation, transformation de phase, ...) lors du traitement thermique se traduisent par la présence de pics endothermiques ou exothermiques. Cependant, l'interprétation des résultats peut s'avérer difficile pour certains cas. Les pics de la restauration et de la recristallisation peuvent se superposer si les deux mécanismes se déroulent dans une gamme de température proche. Les transformations de phase (pour les matériaux concernés) représentent une contribution supplémentaire à la libération d'énergie globale.

## Par diffraction de rayons X

L'énergie stockée peut être mesurée avec la technique de diffraction de rayons X via l'évolution des pics de diffraction. En effet, les dislocations générées lors de la déformation induisent des distorsions du réseau cristallin qui vont avoir pour effet l'élargissement des pics (Borbély et al., 2000).

## Par microscopie électronique

L'énergie stockée globale est la somme de deux contributions : une associée aux contraintes résiduelles et une autre associée aux densités de dislocations. Il a été observé expérimentalement sur de l'acier laminé à froid que la contribution due aux dislocations est dominante (deux ordres de grandeur supérieur) (Baczmanski et al., 2007). Il est alors généralement supposé que l'énergie stockée ne dépende principalement que de la densité de dislocations, auquel cas elle peut être estimée par (Humphreys et Hatherly, 2004) :

$$E \approx C\rho G b^2 \tag{3.1}$$

Où *E* est l'énergie stockée (J/m<sup>3</sup>), *C* est une constante comprise entre 0,5 et 1 lorsqu'une population mixte de dislocations coin et vis est considérée (Hull et Bacon, 2011),  $\rho$  est la densité de dislocations (m<sup>-2</sup>), *G* est le module de cisaillement (69.10<sup>9</sup> N/m<sup>2</sup> pour le tantale) et *b* est la norme du vecteur de Burgers (2,86.10<sup>-10</sup> m pour le tantale). Ainsi, la détermination d'une densité de dislocations par MET ou MEB avec la technique EBSD permet d'estimer une valeur d'énergie stockée.

Pour les matériaux formant des sous-structures lors de la déformation, il peut être considéré que la majorité des dislocations sont situées au niveau des sous-joints. Ainsi, l'énergie stockée par les dislocations formant des sous-joints peut être estimée par :

$$E \approx \gamma_{sj} S_{sj} \tag{3.2}$$

Où *E* est l'énergie stockée (J/m<sup>3</sup>),  $\gamma_{sj}$  est l'énergie des sous-joints (J/m<sup>2</sup>) et  $S_{sj}$  est la surface totale de sous-joints par unité de volume (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>).

L'énergie des sous-joints  $\gamma_{sj}$  (J/m<sup>2</sup>) peut être estimée par le modèle de Read et Shockley (Read et Shockley, 1950) :

$$\gamma_{sj} = \gamma_{JDG} \frac{\theta_{sj}}{\theta_{JDG}} \left(1 - \ln \frac{\theta_{sj}}{\theta_{JDG}}\right)$$
(3.3)

Où  $\gamma_{JDG}$  est l'énergie d'un joint de grains ( $\approx 1,2 \text{ J/m}^2$  pour le tantale (Jafari et al., 2017)),  $\theta_{sj}$  est l'angle de désorientation des sous-joints et  $\theta_{JDG}$  est la valeur limite angulaire de désorientation pour définir un joint de grains (10° dans le cas présent).

Plusieurs méthodes et variantes existent pour déterminer la surface de sous-joints par unité de volume et l'énergie stockée. Godfrey et al. (Godfrey et al., 2015) font la description des principales méthodes proposées dans la littérature. Celles-ci sont résumées dans le tableau 3.1. Néanmoins, les valeurs d'énergie stockée estimées par la quantification des sous-structures sont très souvent inférieures à celles estimées par calorimétrie. Cette différence peut avoir plusieurs origines. Elle peut être causée par le fait que l'énergie stockée estimée par calorimétrie prend en compte l'effet de toutes les dislocations alors que l'estimation par microscopie électronique prend en compte uniquement les dislocations qui occasionnent des désorientations élevées c'est-à-dire les GNDs. Les hypothèses inhérentes au modèle de Read et Shockley pour l'estimation de l'énergie des sous-joints (équation (3.3)) sont également une autre source de différence. Pour le cas de caractérisations réalisées par EBSD, l'utilisation de valeurs seuil pour la détermination des sous-joints a pour effet supplémentaire de sous-estimer la valeur d'énergie stockée (Godfrey et al., 2005, 2015). En effet, l'énergie associée aux sous-joints à très faible désorientation n'est pas prise en compte afin d'éviter un grand effet du bruit de mesure. Cette sous-estimation est d'autant plus importante que le niveau de déformation est faible.

La qualité des clichés de diffraction acquis par EBSD diminue avec l'augmentation du nombre de défauts cristallins. Une méthode a été proposée afin de corréler la qualité des clichés à une valeur d'énergie stockée (Choi et Jin, 2004). Cependant, cette méthode reste semi-quantitative car les conditions expérimentales (préparation de l'échantillon, paramètres d'acquisition) impactent grandement la qualité des clichés.

γ <sub>moy,i</sub> calculée à partir de l'énergie moyenne de chaque segment du sous-joint.	$\gamma_{moy,i} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{M} (\frac{1}{n} \sum_{k=1}^{N} \gamma_{i,j,k})$ $E = \sum_{i=1}^{M} \frac{A_i}{A_{tot}} \gamma_{moy,i} \cdot 3/D_{moy,i}$	$D_{moy,i} \qquad \qquad$	Méthode des sous-grains alternative
	$1 \sum^{N} 1 \sum^{n} n$		
Chaque sous-structure est considérée individuellement.	$E = \sum_{i=1}^{M} \frac{A_i}{A_{tot}} \gamma_{sj}(\theta_{moy,i}).3/D_{moy,i}$	$i \\ D_{moy,i} \\ f \\ A_i \\ A_i$	Méthode des sous-grains
Calcul de $\theta_{KAM}$ rappelé dans l'équation (2.7) ; facteur 3 considéré en supposant une mixité du nature des dislocations.	$E = \frac{3Gb}{2\Delta} \theta_{KAM}$		Méthode KAM
$\gamma_{sj}(\theta_i)$ calculée avec le modèle de Read et Shockley (équation (3.3)).	$E = \frac{\Delta}{A_{tot}} \sum_{i=1}^{N} \gamma_{sj}(\theta_i)$	$\beta_i$	Méthode des segments
$\theta_{moy}$ calculée en excluant les sous-joints présents à l'intérieur des sous-structures.	$S_{sj} = 3/D_{moy}$ $E = \gamma_{sj}(\theta_{moy}). 3/D_{moy}$	D <sub>moy</sub>	Méthode des moyennes alternative
Facteur 3 obtenu par stéréologie en supposant les sous-structures équiaxes ; θ <sub>moy</sub> calculée sur tous les sous-joints de la cartographie.	$S_{sj} = 3/D_{moy}$ $E = \gamma_{sj}(\theta_{moy}). 3/D_{moy}$	D <sub>moy</sub>	Méthode des moyennes
Commentaires	Formule	Schéma	Nom de la méthode

Tableau 3.1: Principales méthodes pour estimer l'énergie stockée à partir de données

obtenues par EBSD. Figures tirées de (Godfrey et al., 2015).

## 1.2. Influence des hétérogénéités de l'état déformé sur la recristallisation

## 1.2.1. Influence sur la germination

Les hétérogénéités présentes à l'état déformé entraînent inévitablement une recristallisation inhomogène de la microstructure. A l'échelle d'un grain, la germination a lieu préférentiellement aux abords des joints de grains et au niveau des hétérogénéités de déformation (bandes de cisaillement, de transition ...). A l'échelle du polycristal, la recristallisation ne se déroule pas de manière similaire pour tous les grains en raison de leurs différences de sous-structure et d'énergie stockée liées à leur orientation cristallographique. En effet, comme observé précédemment dans le chapitre 2, l'orientation cristallographique a une influence importante sur le développement intragranulaire de sous-structures qui va nécessairement impacter la recristallisation.

Les sous-structures de dislocations représentent des sites de germination potentiels, en particulier lorsque la désorientation des sous-joints est suffisamment élevée pour qu'ils soient mobiles, condition nécessaire à la viabilité d'un germe. Ainsi, la recristallisation est favorisée dans les grains formant des sous-structures. Cet effet notamment lié à l'orientation cristallographique est clairement mis en évidence dans les travaux réalisés sur des oligocristaux de tantale pur (Hupalo et Sandim, 2001; Sandim et al., 1999b, 2001, 2005). La recristallisation varie significativement d'un grain à un autre en fonction de son orientation et les grains sous-structurés présentant des désorientations intragranulaires élevées recristallisent plus rapidement. Cependant, la recristallisation n'est pas homogène dans un grain car les premiers grains recristallisés apparaissent généralement à proximité des joints de grains plutôt qu'au cœur des grains comme observé sur des oligocristaux (Hupalo et Sandim, 2001; Sandim et al., 2005) et des polycristaux (Liu et al., 2017; Fan et al., 2018) de tantale pur. Cela est cohérent avec le fait que ces zones présentent localement de plus fortes densités de dislocations, nécessaires pour accommoder les différences locales de déformation entre grains.

Pour le cas spécifique du tantale pur laminé à froid, les grains de la fibre  $\gamma$  sont parmi les premiers grains à recristalliser comme observé sur des monocristaux (Vandermeer et Snyder, 1979) et des polycristaux (figure 3.1) (Deng et al., 2014a; Fan et al., 2018; Liu et al., 2017, 2018a). Cela s'explique par le développement de sous-structures plus important lors de la déformation. A l'opposé, les grains de la fibre  $\theta$  ont généralement tendance à être consommés par les grains recristallisés voisins plutôt qu'à former des germes en raison de l'absence de sous-structures. Néanmoins, il a été observé sur du tantale pur (Fan et al., 2018) et de l'acier ultra bas carbone (Ray et al., 1994) que des grains recristallisés de la fibre  $\theta$  peuvent tout de même apparaître via une germination par le mécanisme de Strain-Induced Boundary Migration (« SIBM »). Ce mécanisme, présenté dans la figure 3.2, consiste en la migration d'un joint de grains préexistant vers l'intérieur d'un grain qui présente une plus forte énergie stockée (Humphreys et Hatherly, 2004). La différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains représente la force motrice de ce mécanisme. Par exemple, le grain entouré en blanc dans la figure 3.1 s'est probablement développé de cette manière.



Figure 3.1 : Cartographie EBSD des orientations cristallographiques acquise sur un échantillon de tantale pur laminé à froid (réduction de 87%) puis traité thermiquement (code de couleur défini selon la projection de la direction normale dans le triangle standard). Les traits blancs et noirs représentent respectivement les sous-joints (angle de désorientation entre 2° et 10°) et les joints de grains (angle de désorientation supérieur à 10°). Figure tirée de (Fan et al., 2018).



Figure 3.2 : Représentation schématique de germination par le mécanisme SIBM ; le grain II possède une énergie stockée supérieure à celle du germe en croissance et le trait gras correspond à un joint de grains à forte désorientation. Figure tirée de (Bréchet et Martin, 2006).

1.2.2. Influence sur l'orientation cristallographique des grains recristallisés

Les différences de développement de sous-structures mènent à des microstructures recristallisées hétérogènes, tout d'abord en termes d'orientations cristallographiques des grains recristallisés car celles-ci ne sont généralement pas aléatoires. En effet, les germes des futurs grains recristallisés ont généralement des orientations assez semblables à celles des « grains parents » dans lesquels ils se sont formés (Humphreys et Hatherly, 2004; Xu et al., 2017). Ainsi, la recristallisation plus favorable pour certaines orientations peut mener à des textures de recristallisation prononcées. Les différentes théories proposées dans la littérature pour expliquer la formation de ces textures sont détaillées dans la prochaine section (section 1.3). Néanmoins, des expériences 4D (x, y, z et temps) in-situ non-destructives réalisées avec la technique synchrotron sur du cuivre pur (Larsen et al., 2005) et de l'aluminium pur (Juul Jensen et al., 2012; Hefferan et al., 2012) ont révélé l'existence de quelques germes avec de « nouvelles » orientations non présentes dans la matrice déformée environnante. Il est important de noter que la résolution spatiale pour ces études est de quelques micromètres ce qui ne permet pas une caractérisation détaillée de l'état déformé avant la germination. Ces germes sont généralement observés aux abords des

lignes triples mais le mécanisme précis menant à leur formation reste encore non déterminé. Ces nouvelles orientations pourraient être le résultat d'une réorientation particulière de la microstructure dans les régions très désordonnées en termes d'orientations (Hefferan et al., 2012; Larsen et al., 2005). Juul Jensen et al. (Juul Jensen et al., 2012) ont remarqué que les axes de désorientation entre les germes et la matrice déformée correspondent aux axes de désorientation possibles des sous-joints présents dans le grain parent. Cette observation pourrait alors indiquer que la formation de germes avec de nouvelles orientations dépend de la distribution des désorientations dans le grain déformé.

## 1.2.3. Influence sur la taille des grains recristallisés

La taille de grains dans la microstructure recristallisée est hétérogène. En effet, la force motrice pour la croissance étant l'énergie stockée, la croissance va se produire plus rapidement dans les grains avec une énergie stockée élevée. Par ailleurs, la taille des grains recristallisés n'est pas homogène non plus à l'intérieur d'un même grain comme observé dans la figure 3.3 pour un oligocristal de tantale pur (Sandim et al., 2005). La présence d'une bande de déformation à l'état déformé est à l'origine dans ce cas de la séparation nette entre les deux régions recristallisées différentes. La taille des grains recristallisés va dépendre également du temps d'incubation de germination. Comme observé dans la figure 3.1 pour du tantale pur, la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  est plus élevée que celles des autres grains. Cela est vraisemblablement dû à un temps d'incubation plus court en raison du développement de sous-structures qui favorise la germination et donc à un temps pour croître plus long. Cet avantage de taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  a été observé pour d'autres matériaux CC comme le molybdène (Primig et al., 2012b) et des aciers ultra bas carbone et « Interstitial Free » (Bocos et al., 2003) par exemple. La taille des grains va aussi dépendre de la densité de germes, c'est-à-dire du nombre de germes qui vont apparaître par unité de volume. Si le nombre de germes est localement important, les grains recristallisés vont se rencontrer plus tôt ce qui va ralentir leur croissance. La densité de germes varie localement en raison des hétérogénéités microstructurales, notamment liées à l'orientation cristallographique.



Figure 3.3 : Micrographie obtenue par MEB (mode électrons rétrodiffusés) de la microstructure recristallisée après traitement thermique d'un ancien grain d'un oligocristal de tantale pur laminé à froid (réduction de 80%). Le rectangle pointillé blanc délimite la localisation de l'ancienne bande de déformation à l'origine des deux régions recristallisées différentes. Figure tirée de (Sandim et al., 2005).

La croissance des grains recristallisés vers la matrice déformée ne se déroule généralement pas de manière isotrope. Cela a été observé aussi bien sur des matériaux CC comme le tantale (Kerisit et al., 2013; Martorano et al., 2007) et le niobium (figure 3.4a) (Brekailo et al., 2019; Martorano et al., 2007) que sur des matériaux CFC comme le cuivre (Sun et al., 2015) et l'aluminium (Zhang et al., 2014). D'importantes courbures locales sont présentes le long d'un même front de recristallisation et indiquent des vitesses de migration locales différentes. Ces courbures locales représentent des variations de force capillaire qui s'ajoutent ou s'opposent à la force motrice liée à l'énergie stockée. Elles pourraient expliquer pourquoi un joint de grains rugueux semble migrer plus rapidement qu'un joint de grains lisse (Juul Jensen et Zhang, 2020). L'observation 4D de la migration d'un front de recristallisation (Zhang et al., 2017a) a permis d'avoir une meilleure compréhension de la formation de ces courbures locales. Il a été constaté que ni les différences locales de force motrice ni de désorientation ne permettent d'expliquer les vitesses de migration différentes à l'origine des courbures locales. En revanche, la migration du front de recristallisation semble être fortement affectée par la présence de sous-joints et de leur disposition spatiale par rapport au front de recristallisation. Comme représenté schématiquement dans la figure 3.4b, plus le front de recristallisation est perpendiculaire aux sous-joints (lignes épaisses noires) plus il a tendance à migrer rapidement, et inversement. L'orientation cristallographique a donc également une influence importante sur la migration du front de recristallisation au niveau local car le développement de sous-structures dépend de l'orientation du grain déformé.



Figure 3.4 : (a) Micrographie obtenue par microscopie optique des courbures locales du front de recristallisation pour un échantillon de niobium pur laminé à froid (réduction de 33%) puis traité thermiquement. Figure tirée de (Martorano et al., 2007); (b) Représentation schématique de l'influence de l'arrangement spatial des sous-joints sur la migration du front de recristallisation. La désorientation des sous-joints principaux, représentés par les lignes épaisses noires, est supérieure à celle des sous-joints secondaires, représentés par les lignes fines rouges. Les lignes fines noires, bleues et vertes représentent le front de recristallisation à trois temps différents. Figure tirée de (Juul Jensen et Zhang, 2020).

# 1.3. Texture de recristallisation et théories proposées

La texture de recristallisation à l'issue du traitement thermique doit pouvoir être contrôlée en fonction des propriétés ciblées et de l'utilisation de la pièce mise en forme. Par exemple, une texture de recristallisation avec une fibre  $\gamma$  intense facilite l'emboutissage à froid du tantale pur (Clark et al., 1992). A l'inverse, une texture de recristallisation peu marquée est souhaitable lorsque le tantale est employé sous forme de cibles pour la réalisation de dépôt en phase vapeur de films minces (Michaluk, 2002). Pour le tantale pur, il a été observé qu'un laminage unidirectionnel favorise le premier cas et un laminage croisé le second (figure 3.5) (Deng et al., 2014b). Cette différence entre les deux modes de laminage est attribuée à un état déformé différent. En effet, le changement de trajet de déformation à chaque passe de laminage croisé tend à modifier les systèmes de glissement activés. Cela donnerait lieu à une diminution de la densité de dislocations dans les grains de la fibre  $\gamma$  et inversement à une augmentation dans les grains de la fibre  $\theta$ . Ces grains seraient alors plus enclins à former de potentiels germes lors du traitement thermique.



Figure 3.5 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur des échantillons de tantale pur recuits après déformation à froid par (a) laminage unidirectionnel et (b) laminage croisé (réduction de 87%) (code de couleur défini selon la projection de la direction normale dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains (angle de désorientation supérieur à 10°). Figure tirée de (Deng et al., 2014b).

Afin d'expliquer la formation des textures de recristallisation qui peuvent être très intenses selon les cas, deux principales théories sont proposées dans la littérature : la « germination orientée » et la « croissance orientée » (Humphreys et Hatherly, 2004). Pour le premier cas, la formation préférentielle de germes avec des orientations spécifiques engendrerait la texture de recristallisation finale. Pour le second cas, la germination est aléatoire en termes d'orientations cristallographiques mais certains germes croissent aux dépens des autres ce qui va rendre prédominantes leurs orientations dans la texture finale. La croissance favorisée de ces germes est liée à certaines relations d'orientation spécifiques. La croissance orientée et la germination orientée ont longtemps été mises en opposition dans la littérature mais il est maintenant communément admis qu'elles contribuent toutes les deux à la formation des textures de recristallisation (Raabe et Lücke, 1992; Engler, 1998).
Pour expliquer la texture de recristallisation observée sur un aluminium pur, Juul Jensen (Juul Jensen, 1995) a proposé un concept alternatif à la croissance orientée : le concept d'« orientation pinning ». Plutôt que de supposer que certaines relations d'orientation peuvent favoriser la croissance comme précédemment, il est considéré avec ce concept que certaines relations d'orientation peuvent la défavoriser. Par exemple, la croissance de grains recristallisés dans une matrice déformée d'orientation similaire aura tendance à être assez lente car un joint à faible désorientation donc peu mobile sera présent entre eux et la matrice. Le concept d'orientation pinning est présenté schématiquement dans la figure 3.6. Le grain recristallisé va préférentiellement croître vers sa gauche car la présence de grains déformés avec des orientations similaires sur sa droite (en gris) va entraver sa croissance.



Figure 3.6 : Représentation schématique du concept d'orientation pinning. Les grains en gris ont une orientation similaire à celle du grain recristallisé central ce qui va tendre à ralentir sa croissance dans leur direction. Figure tirée de (Engler, 1998).

# Synthèse

- Plusieurs techniques existent pour estimer l'énergie stockée d'un matériau qui représente la force motrice pour la recristallisation. Cette estimation peut être réalisée aussi bien à l'échelle de l'échantillon par calorimétrie qu'à l'échelle des sous-structures par microscopie ;
- L'orientation cristallographique des grains déformés a une influence significative sur la recristallisation. Elle est favorisée dans les grains dans lesquels des sous-structures de dislocations sont formées lors de la déformation ;
- En raison de ces différences, la microstructure recristallisée n'est pas homogène. Les grains recristallisés présentent notamment des différences en termes de taille et d'orientation cristallographique. Ces hétérogénéités sont causées par différents facteurs : le temps d'incubation de germination, la densité de germes et la vitesse de migration de joints de grains.

# 2. Recristallisation du tantale pur déformé par laminage et par compression

Les travaux présentés dans cette partie ont pour objectif d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes qui ont lieu lors de la recristallisation et de l'influence de l'état déformé sur la recristallisation.

Trois traitements thermiques à une même température de  $850^{\circ}$ C mais pendant des temps différents (1h, 2h et 3h)<sup>2</sup> ont été réalisés sur les échantillons déformés caractérisés précédemment dans le chapitre 2. Pour chaque mode de déformation, deux niveaux de déformation ont été analysés : 1,00 et 1,67 pour le cas du laminage ; 0,65 et 1,05 pour le cas de la compression. Pour rappel, ces deux cas sont distingués par « laminage » et « compression » pour faciliter la présentation des résultats car la texture de l'état initial est très différente entre ces deux cas. L'influence du mode de déformation n'est pas l'objectif de ce travail, celui-ci étant d'étudier l'influence des différences de l'état déformé, liées à la texture initiale différente, sur la recristallisation.

#### 2.1. Cas du laminage

#### 2.1.1. Evolution en fonction du niveau de déformation

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques des échantillons laminés puis recuits avec les traitements thermiques de recristallisation sont présentées dans la figure 3.7. On rappelle ici que l'état initial des échantillons laminés est présenté dans la figure 1.8b du chapitre 1 et que les états déformés sont présentés dans les figures 2.15c et 2.15e du chapitre 2. Toutes les cartographies ont été acquises avec un pas de mesure de 1,20  $\mu$ m pour une surface observée de 1,20 mm x 0,90 mm.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Comme détaillé dans la section 1.2 du chapitre 1, le traitement thermique de 850°C-3h a été réalisé avec un autre four que celui utilisé pour les deux autres traitements thermiques.
Il présente la différence d'avoir un temps de refroidissement plus rapide. Néanmoins, aucune conséquence sur les résultats n'a été observée.



Figure 3.7 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons déformés par laminage puis traités thermiquement à 850°C pendant différents temps (a) 1h, (c) 2h et (e) 3h pour le niveau de déformation de 1,00 ; (b) 1h, (d) 2h et (f) 3h pour le niveau de déformation de 1,67 (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.

Pour chaque cartographie EBSD, la fraction de grains recristallisés dans la microstructure est déterminée à partir du Grain Orientation Spread (« GOS ») et du Grain Average Misorientation (« GAM ») qui permettent de quantifier la désorientation intragranulaire par grain. Le GOS correspond à la moyenne des angles de désorientation entre l'orientation moyenne du grain et l'orientation de chaque pixel du grain. Le GAM correspond à la moyenne des valeurs de KAM (équation (2.7)) sur l'ensemble du grain. Par conséquent, le GOS et le GAM seront faibles pour un grain recristallisé et inversement pour un grain déformé ou restauré. Afin de correctement discriminer les grains recristallisés des grains non recristallisés, des valeurs seuil pour les deux paramètres doivent être définies. Des valeurs de  $0.8^{\circ} \pm 0.2^{\circ}$  et  $0.6^{\circ} \pm 0.2^{\circ}$  ont été définies pour respectivement la valeur seuil GOS et la valeur seuil GAM en se basant sur le profil des distributions de GOS et de GAM, et sur une vérification visuelle de la discrimination réalisée par rapport aux grains semblant recristallisés (selon leur morphologie notamment). D'autre part, la taille moyenne des grains recristallisés est calculée de la même manière que la taille moyenne des grains pour l'état initial (i.e. la moyenne surfacique des diamètres de cercles équivalents, cf. section 2.1 du chapitre 1).

### Fraction recristallisée

L'évolution de la fraction recristallisée pour les deux niveaux de déformation en fonction du temps de traitement thermique est présentée dans la figure 3.8. Comme attendu, la fraction recristallisée augmente avec le temps pour les deux niveaux de déformation. D'autre part, la fraction recristallisée augmente avec la déformation pour un temps donné. En effet, comme observé lors de la caractérisation de l'état déformé, la densité de dislocations (figure 2.30b) et la désorientation des sous-joints (figure 2.41) augmentent avec la déformation. L'augmentation de la densité de joints de grains, décrite dans le tableau 3.2, implique une augmentation du nombre de potentiels sites de germination ce qui favorise également la recristallisation.

Tableau 3.2 : Evolution de la densité de joints de grains avec le niveau de déformation (calculée à partir des cartographies EBSD des microstructures déformées par laminage, figures 2.15c et 2.15e).

Niveau de déformation ( $\varepsilon_{VM}$ )	Densité de joints de grains $\rho_{JDG}$ (µm/µm <sup>2</sup> )
1,00	0,08
1,67	0,17



*Figure 3.8 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de traitement thermique pour le cas du laminage.* 

#### Taille des grains recristallisés

L'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés pour les deux niveaux de déformation en fonction du temps de traitement thermique est présentée dans la figure 3.9. La taille moyenne des grains recristallisés augmente avec le temps de manière identique pour les deux cas. Elle diminue quand la déformation augmente pour un temps donné. Avec une déformation plus élevée, la densité de germes par unité de temps est plus élevée mais comme la croissance est ralentie vers les grains recristallisés, les grains recristallisés restent dans leur globalité de petite taille.



*Figure 3.9 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction du temps de traitement thermique pour le cas du laminage.* 

# 2.1.2. Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés

#### Orientation des grains recristallisés

L'évolution de l'orientation cristallographique des grains recristallisés est présentée dans les figures 3.10a et 3.11a pour respectivement les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67. Pour les deux cas, les orientations appartiennent principalement à la fibre  $\gamma$  et à la classe « Autres ». Très peu de grains recristallisés de la fibre  $\theta$  sont observés. Sur la base de cette observation et de l'influence de l'orientation sur la déformation des grains

précédemment détaillée dans le chapitre 2, une dépendance de la recristallisation à l'orientation des grains déformés peut être présumée.



Figure 3.10 : Evolution de (a) la fraction surfacique des grains recristallisés par classe d'orientations et de (b) la fraction relative des grains déformés ayant été consommés par la recristallisation en fonction du temps de traitement thermique pour le niveau de déformation de 1,00 atteint par laminage. La composition de la texture à l'état déformé est indiquée au temps 0h.



Figure 3.11 : Evolution de (a) la fraction surfacique des grains recristallisés par classe d'orientations et de (b) la fraction relative des grains déformés ayant été consommés par la recristallisation en fonction du temps de traitement thermique pour le niveau de déformation de 1,67 atteint par laminage. La composition de la texture à l'état déformé est indiquée au temps 0h.

Afin d'examiner le lien entre cette dépendance apparente et celle de l'état déformé, les orientations des grains déformés qui ont été consommés par la recristallisation sont étudiées. Pour chaque classe d'orientations, la fraction relative de grains déformés ayant été consommés par la recristallisation est calculée par l'équation suivante :

$$f_{consomm\acute{e}}^{rel} = \left(f_{\acute{e}tat \ d\acute{e}form\acute{e}} - f_{non \ recristallis\acute{e}}\right) / f_{\acute{e}tat \ d\acute{e}form\acute{e}}$$
(3.4)

Où, pour les grains de chaque classe d'orientations,  $f_{consommé}^{rel}$  est la fraction relative de grains déformés ayant été consommés par la recristallisation,  $f_{état \ déformé}$  est la fraction surfacique de grains à l'état déformé (indiquée au temps 0h dans les figures 3.10a et 3.11a) et  $f_{non \ recristallisé}$  est la fraction surfacique de grains non recristallisés à l'état recuit.

Les fractions n'ont pas été calculées pour les cas 1h et 2h pour le niveau de déformation de 1,00 car les faibles fractions recristallisées pour chaque classe d'orientations ne permettaient pas d'avoir des résultats statistiquement pertinents. Pour les autres cas, les fractions sont présentées dans les figures 3.10b et 3.11b pour respectivement les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67.

Pour les deux niveaux de déformation, les grains déformés de la fibre  $\gamma$  sont les plus consommés lors du traitement thermique. Il est important de préciser qu'en valeur absolue, la fraction consommée est faible car la fraction de la fibre  $\gamma$  à l'état déformé est faible (< 10% pour  $\varepsilon_{VM} \approx 1,67$ ). Cependant, cette observation n'est pas qu'un simple effet statistique et peut être raisonnablement reliée au développement de sous-structures plus avancé dans les grains de la fibre  $\gamma$  (figures 2.41 et 2.42). En effet, comme la désorientation des sous-joints est plus élevée, ils ont tendance à être plus mobiles ce qui rend la germination rapide et les grains recristallisés croissent ensuite vers les grains non recristallisés. De plus, comme très peu de sous-structures sont formées à l'intérieur des grains de la fibre  $\theta$  lors de la déformation, le nombre de germes potentiels est plus faible dans ces grains. Dès lors, les grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la fibre  $\gamma$  sont principalement consommés par des grains qui ont germé dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$ . Les grains déformés de la classe « Autres » pourraient avoir un comportement intermédiaire lors de la recristallisation en lien avec un développement de sous-structures modéré.

Des résultats récents d'observation en 4D (Hefferan et al., 2012; Juul Jensen et al., 2012; Xu et al., 2017) ont montré que les orientations des germes étaient pour la plupart déjà présentes dans la microstructure déformée. Ainsi, il peut être supposé que les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  proviennent essentiellement de grains déformés de la fibre  $\gamma$  et de manière similaire que les grains recristallisés de la classe « Autres » proviennent essentiellement de grains déformés de la fibre  $\gamma$  et de manière similaire que les grains recristallisés de la classe « Autres » proviennent essentiellement de grains déformés de la classe « Autres » proviennent essentiellement de grains consommés (figures 3.10b et 3.11b) et les orientations des grains recristallisés (figures 3.10a et 3.11a) tend à confirmer que la plupart des grains déformés de la classe « Autres ». Cela explique la faible proportion de la fibre  $\theta$  parmi les orientations des grains recristallisés. D'autre part, les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  ne sont pas majoritaires malgré la recristallisation favorisée des grains déformés de la fibre  $\gamma$ . Cela s'explique par la fraction des grains de la fibre  $\gamma$  toujours inférieure à celle des grains de la classe « Autres » à l'état déformé (temps 0h dans les figures 3.10a et 3.11a).

Pour les deux niveaux de déformation, la répartition des orientations des grains recristallisés n'évolue pas significativement avec le temps (figures 3.10a et 3.11a). Pour le niveau de déformation de 1,67 (figure 3.11b), la consommation des grains déformés de la

fibre  $\gamma$  est importante dès 1h de traitement et reste relativement stable au-delà. A l'opposé, la consommation des autres grains est plus progressive. Néanmoins, comme la texture de recristallisation évolue très peu, cela indique qu'une partie de la consommation des grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » est due à la croissance des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$ .

#### Taille des grains recristallisés en fonction de leur orientation

L'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction de leur orientation pour chaque niveau de déformation est présentée dans la figure 3.12. Pour les deux cas, la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » est supérieure à celle des grains recristallisés de la fibre  $\theta$ . Pour le niveau de déformation de 1,67 (figure 3.12b), les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  semblent légèrement plus gros que ceux de la classe « Autres ». Cette différence est sans doute due à un temps d'incubation de germination plus court plutôt qu'à une croissance plus rapide. En effet, la désorientation relativement élevée des sous-joints dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$  (figure 2.41) les rend mobiles et plus enclins à transformer facilement les sous-structures en germes puis en grains recristallisés. D'autre part, la densité de sous-joints plus importante dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$  (figure 2.42) tend à augmenter le taux d'apparition de germes et ainsi à accélérer la recristallisation. En revanche, pour le niveau de déformation de 1,00 (figure 3.12a), la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  n'est pas toujours supérieure à celle des grains recristallisés de la classe « Autres ». Cela pourrait être causé par une densité de germes plus élevée qui impliquerait une taille de grains recristallisés plus faible mais cette explication reste à confirmer compte tenu des faibles fractions recristallisées après 1h et 2h de traitement.

Pour le niveau de déformation de 1,00, la taille moyenne des grains recristallisés de chaque classe d'orientations augmente avec le temps mais de manière assez irrégulière. Les fractions recristallisées peu élevées pour chaque classe d'orientations pour les cas 1h et 2h impliquent une faible représentativité statistique qui pourrait expliquer ces évolutions non régulières. Pour le niveau de déformation de 1,67, l'augmentation de taille avec le temps est plus marquée pour les grains de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » par rapport à ceux de la fibre  $\theta$ .



Figure 3.12 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés pour chaque classe d'orientations en fonction du temps de traitement thermique pour respectivement les niveaux de déformation de (a) 1,00 et (b) 1,67 atteints par laminage.

#### 2.2. Cas de la compression

#### 2.2.1. Evolution en fonction du niveau de déformation

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques des échantillons comprimés puis recuits avec les traitements thermiques de recristallisation sont présentées dans la figure 3.13. Il est à noter que le traitement thermique de  $850^{\circ}$ C-3h n'a pas été réalisé pour le niveau de déformation de 1,05. On rappelle ici que l'état initial des échantillons comprimés est présenté dans la figure 1.8a du chapitre 1 et que les états déformés sont présentés dans les figures 2.46b et 2.47d du chapitre 2. Toutes les cartographies ont été acquises avec un pas de mesure de 1,20 µm pour une surface observée de 1,20 mm x 0,90 mm.



Figure 3.13 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons déformés par compression puis traités thermiquement à 850°C pendant différents temps : (a) 1h, (c) 2h et (e) 3h pour le niveau de déformation de 0,65 ; (b) 1h et (d) 2h pour le niveau de déformation de 1,05 (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits blancs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.

#### Fraction recristallisée

L'évolution de la fraction recristallisée pour les deux niveaux de déformation en fonction du temps de traitement thermique est présentée dans la figure 3.14. Comme attendu, la fraction recristallisée augmente avec le temps et le niveau de déformation plastique.

Il est important de noter que la microstructure recristallise de manière significative pour ce cas de la compression à une température relativement faible (T = 850°C, soit  $T/T_f \approx 0.28$ , où  $T_f = 2996^{\circ}C$  est la température de fusion) et pour des niveaux de déformation moyens. A titre de comparaison, dans la thèse de Kerisit (Kerisit, 2012) et le post-doctorat de Moussa (Moussa, 2015) très peu de recristallisation a été observée à 900°C pour du tantale pur déformé dans les mêmes conditions. La pureté du tantale utilisé étant similaire entre les deux cas (> 99,95 % massique selon la norme ASTM B708), cela ne peut pas expliquer cette différence. Celle-ci est vraisemblablement causée par la fibre  $\gamma$  très intense à l'état initial pour le cas présent (section 2 du chapitre 1) ce qui n'était pas le cas pour les précédentes études. En effet, comme détaillé précédemment pour le cas du laminage, la recristallisation est favorisée dans les grains de la fibre  $\gamma$  en raison d'un développement de sous-structures important lors de la déformation plastique. La différence de texture initiale entre les deux tantales utilisés est sans doute due à la gamme de mise en forme différente pour obtenir la tôle initiale. Pour les cas précédents, la tôle a été obtenue par forgeage. Pour le cas présent, elle a été obtenue par laminage ce qui pourrait expliquer l'intensité plus élevée de la fibre  $\gamma$ .



*Figure 3.14 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de traitement thermique pour le cas de la compression.* 

#### Taille des grains recristallisés

L'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés pour les deux niveaux de déformation en fonction du temps de traitement thermique est présentée dans la figure 3.15. La taille moyenne des grains recristallisés tend généralement à diminuer quand la déformation augmente comme observé précédemment pour le cas du laminage et pour le traitement de 2h pour le cas présent. Cependant, cela n'est pas vérifié pour le traitement d'1h sans doute du fait que la recristallisation est à peine initiée pour le niveau de déformation de 0,65 (fraction recristallisée d'environ 5%).

L'évolution de la taille moyenne en fonction du temps de traitement diffère entre les deux niveaux de déformation. La taille moyenne reste relativement stable pour le niveau de déformation de 1,05 alors qu'elle augmente avec le temps pour le niveau de déformation de 0,65. Pour le premier cas, le fait que la fraction recristallisée augmente et que la taille reste constante indique que la germination continue à avoir lieu lors du traitement. C'est donc la germination qui permet d'augmenter la fraction recristallisée et non la croissance. Pour le second cas, la contribution de la croissance devient progressivement supérieure à celle de la germination car la germination ne peut avoir lieu partout pour le cas des déformations faibles.



*Figure 3.15 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction du temps de traitement thermique pour le cas de la compression.* 

# 2.2.2. Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés

#### Orientation des grains recristallisés

L'évolution de l'orientation cristallographique des grains recristallisés en fonction du temps de traitement thermique pour chaque niveau de déformation est présentée dans la figure 3.16. Pour les deux cas, les grains de la fibre  $\gamma$  sont majoritaires dans la microstructure recristallisée, devant les grains de la classe « Autres » puis les grains de la fibre  $\theta$ . La fibre  $\gamma$  étant déjà très intense à l'état déformé (fractions indiquées au temps 0h), ces résultats illustrent la stabilité de cette fibre en recristallisation. L'étude des fractions consommées par la recristallisation aboutit à des conclusions similaires à celles du cas du laminage et n'est pas détaillée ici.

L'intensité de la fibre  $\gamma$  dans la texture de recristallisation augmente avec le temps pour le niveau de déformation de 0,65 (figure 3.16a). Cette forte augmentation semble être due à l'augmentation de leur taille plutôt qu'à un nombre plus élevé de grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  comme détaillé dans le paragraphe suivant. Pour le niveau de déformation de 1,05 (figure 3.16b), la fraction de grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  diminue légèrement avec le temps au bénéfice de ceux de la classe « Autres ». Cette diminution s'explique probablement par la germination des grains de la classe « Autres » plus étalée dans le temps alors que celle des grains de la fibre  $\gamma$  est plus rapide, avec un temps d'incubation plus court.



Figure 3.16 : Evolution de la fraction surfacique des grains recristallisés par classe d'orientations en fonction du temps de traitement thermique pour respectivement les niveaux de déformation de (a) 0,65 et (b) 1,05 atteints par compression. La composition de la texture à l'état déformé est indiquée au temps 0h.

#### Taille des grains recristallisés en fonction de leur orientation

L'évolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction de leur orientation pour chaque niveau de déformation est présentée dans la figure 3.17. Pour les deux cas, la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  est supérieure à celles des autres grains. Comme pour le cas du laminage, cet avantage de taille s'explique probablement par le temps d'incubation de germination plus court dû à la désorientation et à la densité de sous-joints plus élevées dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$ .

L'écart de taille entre les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  et les autres grains n'évolue pas de manière identique pour les deux niveaux de déformation. Celui-ci augmente avec le temps pour le niveau de déformation de 0,65 (figure 3.17a) alors qu'il reste assez stable pour le niveau de déformation de 1,05 (figure 3.17b). Cette différence peut être raisonnablement liée au nombre de germes. Pour le niveau de déformation de 0,65, peu de nouveaux germes apparaissent au-delà de 2h de recuit. Par conséquent, les grains recristallisés peuvent croître en étant moins gênés par d'autres grains de leur voisinage. A l'opposé, pour le niveau de déformation de 1,05, cet avantage de croissance des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  n'a pas lieu sans doute à cause d'un nombre de germes plus important.



Figure 3.17 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés pour chaque classe d'orientations en fonction du temps de traitement thermique pour respectivement les niveaux de déformation de (a) 0,65 et (b) 1,05 atteints par compression.

# **Conclusions intermédiaires**

- Les tendances générales pour la recristallisation sont relativement similaires entre les cas du laminage et de la compression ;
- Pour un temps de recuit donné, la fraction recristallisée augmente et la taille des grains recristallisés diminue quand le niveau de déformation initial augmente ;
- Pour un niveau de déformation initial donné, la fraction recristallisée et la taille des grains recristallisés augmentent avec le temps de recuit ;
- L'orientation cristallographique des grains déformés impacte significativement leur recristallisation. La germination est favorisée dans les grains déformés de la fibre γ en raison du développement de sous-structures plus avancé lors de la déformation. A l'opposé, les grains déformés de la fibre θ et de la classe « Autres » sont plus lents à recristalliser. Ces grains ont donc plutôt tendance à être consommés par la croissance des grains recristallisés de la fibre γ que par la germination de grains recristallisés de la fibre θ et de la classe « Autres » sont plus lents des grains recristallisés de la fibre γ que par la germination de grains recristallisés de la fibre θ et de la classe « Autres » ;
- En raison d'un temps d'incubation de germination plus court, la taille des grains recristallisés de la fibre γ est supérieure à celles des autres grains ;
- Pour le cas du laminage, les grains recristallisés de la classe « Autres » sont majoritaires devant ceux de la fibre γ. Pour le cas de la compression, la fibre γ est très intense en recristallisation comme elle l'était à l'état déformé.

# 2.3. Comparaison et estimation de l'énergie stockée

### 2.3.1. Introduction

Les évolutions de la fraction recristallisée avec le temps pour les cas du laminage et de la compression sont comparées dans la figure 3.18. Il est clairement observé que les échantillons comprimés recristallisent plus rapidement que ceux laminés. Par exemple,

après 3h de traitement, l'échantillon le moins déformé en compression ( $\epsilon_{VM} \approx 0,65$ ) recristallise plus que l'échantillon le plus déformé en laminage ( $\epsilon_{VM} \approx 1,67$ ). Cette différence s'explique vraisemblablement par les sous-structures de dislocations mieux formées pour le cas de la compression (majoritairement des grains de la fibre  $\gamma$ ) qui facilitent la germination et donc la recristallisation. Cette comparaison illustre le fait que le niveau de déformation n'est clairement pas un paramètre suffisant pour retranscrire les différences de l'état déformé et ses conséquences sur la recristallisation. L'énergie stockée est un des paramètres à considérer afin de mieux quantifier ces différences. L'estimation de l'énergie stockée et la comparaison des cas du laminage et de la compression sont présentées dans cette partie.



*Figure 3.18 : Comparaison de l'évolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de traitement entre les cas du laminage et de la compression.* 

#### 2.3.2. Méthodes d'estimation mises en œuvre

Afin d'estimer une valeur d'énergie stockée à partir des données obtenues par EBSD, deux méthodes ont été utilisées : celle à partir de la densité de dislocations et celle à partir des sous-structures. Ces deux méthodes sont tout d'abord rappelées dans cette section en détaillant les limites de chacune.

#### Estimation à partir de la densité de dislocations

Cette méthode considère que l'énergie stockée totale est la somme des énergies de chaque dislocation prise individuellement. Les interactions entre les dislocations ne sont considérées que très approximativement (Hull et Bacon, 2011). Une valeur d'énergie stockée peut être alors estimée à partir d'une densité de dislocations :

$$E \approx C\rho G b^2 \tag{3.1}$$

Où *E* est l'énergie stockée totale (J/m<sup>3</sup>), C = 0.5 est une constante ( $\approx 0.5 - 1$  (Hull et Bacon, 2011)),  $\rho$  est la densité de dislocations (m<sup>-2</sup>), *G* est le module de cisaillement (69.10<sup>9</sup> N/m<sup>2</sup> pour le tantale) et *b* est la norme du vecteur de Burgers (2,86.10<sup>-10</sup> m pour le tantale).

L'inconvénient majeur de cette méthode est que les interactions entre les dislocations ne sont considérées que d'une manière approximative (Hull et Bacon, 2011). En effet, en réalité, les champs de déformation élastique autour des dislocations interagissent entre eux et se compensent mutuellement, surtout pour les déformations moyennes et élevées. Ces interactions, maximales lorsque les dislocations sont regroupées en sous-joints, donnent lieu à une énergie par dislocation plus faible (Humphreys et Hatherly, 2004). Par ailleurs, les désorientations détectées par EBSD sont celles causées par des dislocations qui ont un effet cumulatif (i.e. les GNDs ou une partie de celles-ci en fonction de l'échelle de mesure) et non par des dislocations individuelles qui donnent lieu à des désorientations très faibles, non détectées par EBSD. Ainsi, l'hypothèse de base de l'équation (3.1) va à l'encontre de la nature des dislocations détectées par EBSD.

#### Estimation à partir des sous-structures

Cette méthode considère que toutes les dislocations sont regroupées en sous-joints et donc que l'énergie stockée totale est la somme des énergies des sous-joints. Une valeur d'énergie stockée peut être alors estimée par :

$$E \approx E_{sous-joints} \approx \gamma_{sj} S_{sj} \tag{3.2}$$

Où *E* est l'énergie stockée totale (J/m<sup>3</sup>),  $\gamma_{sj}$  est l'énergie des sous-joints (J/m<sup>2</sup>) et  $S_{sj}$  est la surface totale de sous-joints par unité de volume (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>).

L'inconvénient majeur de cette méthode est qu'elle ne prend pas en compte la contribution des dislocations qui ne se regroupent pas en sous-joints (i.e. les SSDs). Cependant, ces dislocations ne sont pas détectées par EBSD. Il peut donc être présumé que cette méthode est plus adaptée pour la quantification de l'énergie stockée lorsque des données EBSD sont utilisées. Cette méthode présente néanmoins des limites d'application pour le cas des faibles déformations ou le cas des grains ne formant que très peu de sous-structures. Il est important de rappeler que l'énergie des sous-joints estimée avec le modèle de Read et Shockley (équation (3.3)) manque de précision car seul l'angle de désorientation est utilisé dans ce modèle et l'énergie de joint de grains utilisée ( $\gamma_{JDG} \approx 1,2 \text{ J/m}^2$  pour le tantale (Jafari et al., 2017)) est une valeur approximative, cette grandeur étant difficile à quantifier expérimentalement. Cependant, cette limitation a une faible importante dans le cas présent car les énergies stockées sont estimées pour pouvoir comparer les différents cas avec une même méthode et non pour avoir une valeur absolue d'énergie stockée.

Dans l'idéal, la contribution des dislocations organisées en sous-joints (GNDs) et celle des dislocations réparties aléatoirement à l'intérieur des sous-structures (SSDs) devraient être considérées avec une équation de la forme :

$$E = E_{sous-joints} + E(\rho_{int})$$
(3.5)

Où *E* est l'énergie stockée totale,  $E_{sous-joints}$  est l'énergie stockée des dislocations présentes sous forme de sous-joints qui pourrait être estimée par l'équation (3.2) et  $E(\rho_{int})$  est la contribution des dislocations présentes à l'intérieur des sous-structures qui pourrait être estimée par l'équation (3.1). Cependant, il est extrêmement difficile de déterminer la contribution des dislocations à l'intérieur des sous-structures. L'application de ces deux méthodes aux données EBSD obtenues dans le cas présent est présentée dans la section suivante.

#### 2.3.3. Application des méthodes à l'échelle du polycristal

La méthode d'estimation à partir de la densité de dislocations (équation (3.1)) est appliquée aux densités de dislocations moyennes des états déformés avant traitement thermique (figure 2.30) obtenues à travers les cartographies EBSD acquises à l'échelle du polycristal (pas de mesure de 1,20 µm). Les valeurs estimées de cette manière sont présentées dans le tableau 3.5 pour chaque cas étudié dans les sections 2.1 et 2.2.

La méthode d'estimation à partir des sous-structures (équation (3.2)) est appliquée aux mêmes cartographies EBSD acquises à l'échelle du polycristal (pas de mesure de 1,20  $\mu$ m). Pour cette méthode d'estimation, la méthode des segments, rappelée dans le tableau 3.1, est utilisée ici. L'énergie stockée est calculée pour chaque segment correspondant à un sous-joint (angle de désorientation entre 1,5° et 10°). L'énergie stockée totale est alors la somme des contributions de chaque segment :

$$E = \sum_{i}^{N} E_{i} = \sum_{i}^{N} \gamma_{sj}(\theta_{i}) S_{sj_{i}}$$
(3.6)

Où N est le nombre total de segments,  $\gamma_{sj}(\theta_i)$  est l'énergie de chaque segment calculée avec le modèle de Read et Shockley (équation (3.3) dans la section 1.1) à partir de l'angle de désorientation  $\theta_i$  et  $S_{sj_i}$  est la surface par unité de volume de chaque segment. Les cartographies EBSD étant acquises sur des grilles carrées, la densité (au sens de la longueur par unité de surface) est identique pour tous les segments et s'écrit ainsi :

$$\rho_{sj_i} = \frac{\Delta}{S} \tag{3.7}$$

Où  $\Delta$  est le pas de mesure (m) et *S* est la surface observée par EBSD (m<sup>2</sup>). Comme détaillé précédemment dans la section 2.4 du chapitre 2, l'utilisation du facteur correctif pour corriger la surestimation de la mesure de la densité sur une grille (équation (2.19)) et la transformation stéréologique pour convertir la densité corrigée en une surface par unité de volume (équation (2.20)) mènent à l'égalité suivante :

$$S_{sj_i} = \rho_{sj_i} \tag{3.8}$$

Où  $S_{sj_i}$  est la surface par unité de volume de chaque segment et  $\rho_{sj_i}$  est la densité (au sens de la longueur par unité de surface) de chaque segment. L'équation (3.6) devient alors :

$$E = \frac{\Delta}{S} \sum_{i}^{N} \gamma_{sj}(\theta_i)$$
(3.9)

L'équation (3.9) est appliquée aux cartographies EBSD acquises à l'échelle du polycristal (pas de mesure de 1,20  $\mu$ m). Les valeurs estimées de cette manière sont présentées dans le tableau 3.5 pour chaque cas étudié dans les sections 2.1 et 2.2.

Tableau 3.3 : Fractions	recristallisées et	t valeurs d	l'énergie stockée	estimées à	ì l'échelle du
polycristal pour chaque	cas étudié.				

Mode de déformation	Niveau de déformation	Temps du	Erection	Energie stockée (MJ/m <sup>3</sup> )		
		traitement	recristallisée (%)	Méthode	Méthode	
		à 850°C		densité de	sous-	
		(h)		dislocations	structures	
	1,00	1	14		0,41	
		2	15	2,6		
Lominogo		3	29			
Lammage	1,67	1	22		0,51	
		2	35	5,0		
		3	62			
Compression	0,65	1	5		0,64	
		2	32	3,0		
		3	77			
	1,05	1	63		0,75	
		2	81	3,6		
		3	/			

#### Ecart entre les deux méthodes

Un écart important est présent entre les énergies stockées estimées avec les deux méthodes. Différentes raisons possibles pourraient expliquer cet écart.

Comme discuté précédemment, la méthode basée sur l'équation (3.1) ne considère que grossièrement les interactions entre les dislocations. Ainsi cette méthode surestime l'énergie stockée des dislocations détectées par EBSD. D'autre part, comme des données EBSD brutes ont été utilisées, la contribution du bruit de mesure augmente les densités de dislocations estimées. Pour les cas étudiés du tableau 3.5, les densités de dislocations estimées à partir de données EBSD filtrées (Seret et al., 2019) diminuent entre 15% et 35% par exemple mais cela ne suffit pas pour expliquer entièrement l'écart entre les deux méthodes.

Une autre source d'écart possible concerne la nature supposée des dislocations pour chacune des méthodes. Pour la méthode à partir des sous-structures, le modèle de Read et Shockey pour le calcul de l'énergie des sous-joints (équation (3.3)) considère des sous-joints de flexion composés de dislocations de type coin, ce qui correspond à un coefficient  $\alpha = 2$  pour le calcul de la densité de dislocations (équation (2.6)). Pour la détermination de la densité de dislocations telle que mise en œuvre ici avec le tenseur de Nye, ce coefficient est pris égal à 3,6 (Ruggles et Fullwood, 2013) pour prendre en compte une mixité de nature

de dislocations et également le caractère 2D des données EBSD. De plus, il peut être remarqué que les densités de dislocations estimées par une approche géométrique (où seul l'angle de désorientation est pris en compte comme pour la méthode à partir des sousstructures), sont plus faibles d'un facteur 2 environ par rapport à celles estimées avec le tenseur de Nye (facteur estimé sur la base des cartographies EBSD acquises à l'échelle du polycristal, figures 2.13, 2.14 et 2.15).

#### Pertinence des méthodes par rapport aux cinétiques de recristallisation

Afin de comparer les énergies stockées estimées par rapport aux cinétiques de recristallisation, les fractions recristallisées de chaque cas étudié dans les sections 2.1 et 2.2 sont reportées dans le tableau 3.3. L'évolution de la fraction recristallisée en fonction de l'énergie stockée estimée par chacune des méthodes est présentée dans la figure 3.19 (une couleur correspond à une condition de traitement thermique).

Il apparaît clairement que la méthode à partir des sous-structures (figure 3.19b) permet de rendre compte de manière plus précise des cinétiques de recristallisation que la méthode à partir de la densité de dislocations (figure 3.19a). Par exemple, avec cette dernière méthode, bien que l'énergie stockée de l'échantillon le plus déformé en laminage  $(\epsilon_{VM} \approx 1.67)$  soit supérieure à celle de l'échantillon le moins déformé en compression  $(\epsilon_{VM} \approx 0.65)$ , la fraction recristallisée après 3h de traitement est la plus élevée pour le cas de la compression. Pour ce même cas, la figure 3.19b montre que l'énergie stockée estimée à partir des sous-structures est plus corrélée avec la fraction recristallisée. Ainsi, ce résultat montre qu'une estimation de l'énergie stockée à l'échelle du polycristal n'est correcte que par la méthode des sous-structures. Cela est cohérent avec le fait que la méthode à partir d'une densité de dislocations (équation (3.1)) mène à une surestimation de l'énergie de chaque dislocation. Par ailleurs, une seconde explication possible est un effet d'échelle. En effet, comme discuté précédemment dans la section 2.4.2 du chapitre 2 (partie Effet d'échelle sur l'estimation de la densité de dislocations), le choix du pas de mesure a une influence importante sur la densité de dislocations estimée. En particulier, le pas de mesure de 90 nm semble adapté pour estimer la densité de GNDs. A l'inverse, seule une partie des GNDs est détectée avec le pas de mesure de 1,20 µm. De la même manière, un pas de mesure de 1,20 µm ne permet pas d'observer tous les sous-joints présents pour la méthode d'estimation à partir des sous-structures. L'influence de cet effet d'échelle sur l'estimation de l'énergie stockée est analysée dans la section suivante.



Figure 3.19 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction de l'énergie stockée estimée à l'échelle du polycristal à partir de (a) la densité de dislocations et (b) des sous-structures. Chaque couleur correspond à une condition de traitement thermique.

#### 2.3.4. Application des méthodes à l'échelle des sous-structures

Pour estimer l'énergie stockée à l'échelle des sous-structures, les équations (3.1) et (3.9) ont été appliquées respectivement aux valeurs  $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$  et  $\theta_{sj}$ ,  $\rho_{sj}$  calculées à partir des cartographies EBSD (pas de mesure de 90 nm) du tableau 2.2. Pour ces deux méthodes, une valeur d'énergie stockée pondérée est calculée par une loi des mélanges à partir des fractions surfaciques des grains de chaque classe d'orientations à l'état déformé (figure 2.16). Les sous-structures des grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » n'ayant pas été caractérisées pour le cas de la compression, les valeurs pour le cas du laminage ont été utilisées à la place. Cette hypothèse n'a pas une grande influence car la contribution des grains de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » dans ce cas est faible car les grains de la fibre  $\gamma$  sont majoritaires dans la microstructure (> 62% du volume, figure 2.16a). Les résultats obtenus avec ces deux méthodes à l'échelle des sous-structures sont présentés dans le tableau 3.4. L'évolution de la fraction recristallisée en fonction de l'énergie stockée estimée par chacune des méthodes est présentée dans la figure 3.20 (une couleur correspond à une condition de traitement thermique).

Les énergies stockées estimées avec chacune des méthodes à l'échelle des sousstructures rendent compte de manière assez satisfaisante des cinétiques de recristallisation, comme celles obtenues avec la méthode à partir des sous-structures appliquée à l'échelle du polycristal (figure 3.19b). Ce résultat met donc en évidence que pour l'estimation de l'énergie stockée à partir de la densité de dislocations, le choix d'échelle est très influent. Comme discuté dans la section 2.4.2 du chapitre 2 (partie Effet d'échelle sur l'estimation de la densité de dislocations), le pas de mesure doit donc être choisi en fonction de l'échelle des structures de déformation pour quantifier la densité de GNDs. Si le pas n'est pas adapté, seule une partie des GNDs sera détectée. Par ailleurs, ce résultat montre également que la méthode d'estimation à partir des sous-structures semble être moins sensible à cet effet d'échelle.

Il est important de remarquer que l'énergie stockée ne contrôle pas entièrement les cinétiques de recristallisation et que la germination doit être également prise en compte. Cela est notamment illustré dans la figure 3.20 pour le cas du laminage. Les fractions recristallisées pour l'échantillon le plus déformé sont toujours plus élevées que celles de l'échantillon le moins déformé malgré des énergies stockées relativement similaires. Cette différence vient probablement de la densité de joints de grains plus de deux fois plus importante pour le cas le plus déformé : 0,08 et 0,17  $\mu$ m/ $\mu$ m<sup>2</sup> pour respectivement les niveaux de déformation de 1,67. A titre de comparaison, la densité de joints de grains pour les échantillons comprimés est d'environ 0,07  $\mu$ m/ $\mu$ m<sup>2</sup>. Cette densité plus importante pour le niveau de déformation de 1,67 s'explique par l'allongement des grains et par la fragmentation intragranulaire lors de la déformation élevée. Dès lors, le nombre de sites de germination potentiels est plus important et cela représente une contribution supplémentaire en plus de celle liée à l'énergie stockée. Ainsi, il est indispensable de considérer les joints de grains en plus de l'énergie stockée liée à la présence des dislocations.

Mode de Niveau de déformation	Niveau de déformation	Temps du	Fraction	Energie stockée (MJ/m <sup>3</sup> )		
		traitement	recristallisée	Méthode	Méthode	
		à 850°C		densité de	sous-	
	(h)	(70)	dislocations	structures		
	1,00	1	14		0,292	
		2	15	5,3		
Laminage –		3	29			
	1,67	1	22		0,260	
		2	35	4,9		
		3	62			
Compression	0,65	1	5		0,791	
		2	32	8,1		
		3	77			
	1,05	1	63			
		2	81	9,8	1,065	
		3	/			

Tableau 3.4 : Fractions recristallisées et valeurs d'énergie stockée estimées à l'échelle des sous-structures pour chaque cas étudié.



Figure 3.20 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction de l'énergie stockée estimée à l'échelle des sous-structures à partir de (a) la densité de dislocations ( $\overline{\rho_{EBSD}}_{micro}$ ) et (b) des sous-structures ( $\theta_{sj}$ ,  $\rho_{sj}$ ). Chaque couleur correspond à une condition de traitement thermique.

La pertinence du choix de la méthode et de l'échelle d'estimation peut être également jugée par rapport à la recristallisation des grains en fonction de leur orientation cristallographique. A titre d'illustration, les valeurs d'énergie stockée estimées aux deux échelles et avec les deux méthodes pour chaque classe d'orientations pour le cas du laminage sont présentées dans le tableau 3.5. Ces valeurs sont présentées en fonction des fractions consommées relatives de chaque classe d'orientations après les traitements de recristallisation (tirées des figures 3.10b et 3.11b) dans la figure 3.21. Le cas du laminage a été considéré car il permet de comparer les trois classes d'orientations contrairement au cas de la compression.

Pour le niveau de déformation de 1,00, les énergies stockées estimées aux deux échelles corrèlent assez bien avec les fractions consommées relatives. En revanche, pour le niveau de déformation de 1,67, les énergies stockées estimées à l'échelle du polycristal ne rendent pas compte correctement des fractions consommées relatives. En particulier, la valeur plus élevée pour les grains de la classe « Autres » par rapport à celle pour les grains de la fibre  $\theta$  n'est pas reliée à une fraction consommée de ces grains plus élevée. A l'inverse, les énergies stockées estimées à l'échelle des sous-structures avec les deux méthodes présentent une meilleure corrélation avec la fraction consommée relative même si quelques écarts restent présents entre les grains de la fibre  $\theta$  et ceux de la classe « Autres ». Ainsi, ce résultat montre que l'énergie stockée estimée à partir de données EBSD acquises à l'échelle des sous-structures semble être plus juste pour décrire les différences liées aux orientations cristallographiques. Cette observation reste qualitative car l'utilisation de fractions de fractions données relatives donne uniquement ici l'information de la consommation du grain déformé mais pas si celui-ci a servi à la germination ou à la croissance (bien que les germes

qui apparaissent dans un grain déformé ont majoritairement une orientation proche de celle du grain déformé (Juul Jensen et al., 2012)).

Idéalement, une combinaison des deux méthodes à l'échelle des sous-structures serait nécessaire pour considérer les deux types de grains : la méthode à partir de la densité de dislocations pour les grains ne formant pas de sous-structures et la méthode à partir des sous-structures pour les grains en formant. Cependant, cela n'est pas possible du fait de l'ordre de grandeur différent entre les énergies stockées estimées par les deux méthodes.

Tableau 3.5 : Valeurs d'énergie stockée estimées aux deux échelles et avec les deux méthodes pour chaque classe d'orientations et pour les deux niveaux de déformation atteints par laminage; les fractions consommées relatives correspondantes après traitement thermique (tirées des figures 3.10b et 3.11b) sont également indiquées.

Niveau de déformation	Classe d'orientations	Temps du traitement à 850°C	Fraction consommée	Energie stockée (MJ/m <sup>3</sup> )			
				Echelle polycristal		Echelle sous-structures	
				Méthode	Méthode	Méthode	Méthode
			relative (%)	densité de	sous-	densité de	sous-
		(11)		dislocations	structures	dislocations	structures
	Fibre θ	3	5	1,9	0,23	3,9	0,024
1.00	Fibre y	3	66	3,2	0,61	8,0	0,82
1,00	Classe	3	21	2,8	0,41	4,6	0,14
	« Autres »						
	Fibre θ	1	22	3,8	0,45	4,5	0,17
		2	37				
		3	63				
	Fibre γ	1	80	6,5	0,67	11,4	1,36
1,67		2	74				
		3	82				
	Classe « Autres »	1	13	5,6	0,52	4,3	0,17
		2	28				
		3	59				



Figure 3.21 : Evolution de la fraction relative des grains déformés ayant été consommés par la recristallisation pour chaque classe d'orientations en fonction de l'énergie stockée estimée à l'échelle du polycristal et à l'échelle des sous-structures à partir de la densité de dislocations et des sous-structures pour les niveaux de déformation de (a) 1,00 et (b) 1,67 atteints par laminage.

### **Conclusions intermédiaires**

- Pour une estimation de l'énergie stockée à partir de données EBSD acquises à l'échelle du polycristal (1,20 µm dans le cas présent), la méthode à partir des sous-structures permet de mieux rendre compte des fractions recristallisées que la méthode à partir d'une densité de dislocations ;
- Pour une estimation de l'énergie stockée à partir de données EBSD acquises à l'échelle des sous-structures (90 nm dans le cas présent), les deux méthodes permettent d'avoir des énergies stockées corrélées avec les fractions recristallisées. La méthode à partir d'une densité de dislocations est affectée par l'échelle d'observation alors que la méthode à partir des sous-structures semble être moins sensible à cet effet d'échelle ;
- L'énergie stockée ne contrôlant pas totalement les cinétiques de recristallisation, il est indispensable de considérer les joints de grains, en particulier pour les déformations élevées, pour prendre en compte la germination ;
- Comme attendu suite aux analyses du chapitre 2, les grains de la fibre γ ont une énergie stockée plus élevée que les grains des autres classes. Ainsi, ils recristallisent plus rapidement.

# 3. Conclusions

Dans ce chapitre, l'influence de l'état déformé sur la recristallisation a été étudiée en réalisant plusieurs traitements thermiques sur les échantillons laminés et comprimés caractérisés dans le chapitre 2.

Des tendances similaires ont été notées pour les deux cas. Pour un temps de recuit donné, la fraction recristallisée augmente et la taille des grains recristallisés diminue quand le niveau de déformation initial augmente. Pour un niveau de déformation initial donné, la fraction recristallisée et la taille des grains recristallisés augmentent avec le temps de recuit.

L'influence de l'orientation cristallographique des grains déformés sur la recristallisation a été mise en évidence pour les cas du laminage et de la compression. En effet, le degré de développement de sous-structures dans un grain gouverne son comportement en recristallisation. Ainsi, la germination est favorisée dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$  en raison du développement de sous-structures plus avancé lors de la déformation. A l'opposé, les grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » sont plus lents à recristalliser en raison du plus faible nombre de sous-joints formés. Ces grains ont donc plutôt tendance à être consommés par la croissance des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  que par la germination de grains recristallisés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres ». Par conséquent, les différences liées à l'orientation cristallographique mènent à une microstructure recristallisée hétérogène. La taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  est supérieure à celles des autres grains en raison d'un temps d'incubation de germination plus court. Pour le cas de la compression, la fibre  $\gamma$  est très intense dans la texture de

recristallisation comme elle l'était à l'état déformé. Pour le cas du laminage, la fibre  $\gamma$  se renforce au cours de la recristallisation mais n'est pas dominante. Les grains recristallisés de la classe « Autres » sont majoritaires devant ceux de la fibre  $\gamma$  car la fibre  $\gamma$  est moins intense à l'état déformé par rapport au cas de la compression.

Malgré ces similarités, la recristallisation ne se déroule pas de manière identique entre les cas du laminage et de la compression. En particulier, les cinétiques de recristallisation sont plus rapides pour les échantillons comprimés que pour les échantillons laminés. Cette différence est vraisemblablement causée par la fibre  $\gamma$  plus intense et par le développement de sous-structures plus avancé dans les grains déformés de la fibre  $\gamma$  pour le cas de la compression par rapport au cas du laminage (la différence d'intensité de la fibre  $\gamma$  étant en grande partie héritée des états initiaux).

Afin d'analyser ces différences de recristallisation entre les cas du laminage et de la compression, l'énergie stockée, force motrice pour la recristallisation, a été estimée. Cette estimation a été réalisée à deux échelles différentes (échelle du polycristal et échelle des sous-structures) avec deux méthodes différentes. La méthode à partir des sousstructures présente l'avantage de donner des estimations corrélées avec les fractions recristallisées aux deux échelles. La méthode à partir d'une densité de dislocations donne des résultats satisfaisants uniquement à l'échelle des sous-structures. Cependant, l'énergie stockée ne contrôle pas totalement les cinétiques de recristallisation et la densité de joints de grains doit être également considérée pour tenir compte de la germination, en particulier pour les déformations élevées. Chapitre IV : Evolutions microstructurales au cours de la restauration

### 1. Etat de l'art

#### 1.1. Introduction

Lors du traitement thermique après déformation plastique à froid, le phénomène de restauration statique se déroule généralement avant celui de recristallisation statique car il est activé à des températures plus faibles. Le mouvement des dislocations issues de la déformation plastique est thermiquement activé. Ainsi, l'annihilation et la réorganisation des dislocations dans des configurations minimisant l'énergie ont lieu, la dernière donnant lieu à la formation de sous-structures. L'avancée de ces mécanismes étant directement liée au glissement dévié et à la montée des dislocations, la restauration est grandement active pour les matériaux CFC à énergie de faute d'empilement élevée, comme par exemple l'aluminium, le nickel et pour les matériaux CC (Hull et Bacon, 2011; Humphreys et Hatherly, 2004; Raabe, 2014).

Comme observé précédemment dans le chapitre 2, la formation de sous-structures peut débuter lors de la déformation plastique en fonction des conditions de déformation (niveau de déformation, orientation cristallographique du grain ...). Ainsi, la restauration est directement impactée par l'état déformé. Si peu de sous-structures sont formées lors de la déformation, l'annihilation des dislocations est le principal mécanisme se produisant lors de la restauration. A l'inverse, si des sous-structures se sont formées lors de la déformation, la réorganisation des dislocations en sous-joints se poursuit lors de la restauration. En particulier, le nombre de dislocations enchevêtrées aux abords des sous-joints, qui ont pour effet d'entraver leur aptitude à migrer, diminue. Les sous-joints sont alors mieux définis et plus aptes à migrer. Si leur aptitude à migrer est suffisamment grande, la taille des sous-structures va augmenter. L'évolution des sous-structures est discutée plus amplement dans la section 1.3.

Du fait des mécanismes activés, la restauration a un double effet sur la recristallisation subséquente. D'une part, l'annihilation des dislocations implique une diminution de l'énergie stockée, ce qui défavorise donc la recristallisation. D'autre part, l'amélioration de l'aptitude des sous-joints à migrer en raison des dislocations mieux organisées favorise la germination pour la recristallisation. Ainsi, ces deux effets sont opposés et l'impact global de la restauration sur la recristallisation dépend de l'équilibre entre ces effets comme détaillé dans la section 1.4.

#### 1.2. Diminution de l'énergie stockée

L'énergie stockée peut être quantifiée de différentes manières comme détaillé précédemment dans la section 1.1 du chapitre 3. Dès lors, la diminution de l'énergie stockée lors de la restauration peut être suivie. Les formes des cinétiques phénoménologiques les plus utilisées sont détaillées par Humphreys et Hatherly (Humphreys et Hatherly, 2004) :

$$\frac{dX_r}{dt} = -\frac{C_1}{t} \tag{4.1}$$

Qui devient après intégration :

$$X_r = C_2 - C_1 \ln(t)$$
 (4.2)

Et

$$\frac{dX_r}{dt} = -C_1 X_r^m \tag{4.3}$$

Qui devient après intégration :

$$\ln(X_r) - \ln(X_0) = C_1 t \text{ pour } m = 1$$

$$X_r^{-(m-1)} - X_0^{-(m-1)} = (m-1) C_1 t \text{ pour } m > 1$$
(4.4)

Où  $X_r$  est le paramètre défini en fonction de la méthode de caractérisation utilisée (dureté, énergie stockée, densité de dislocations ...),  $X_0$  est la valeur de  $X_r$  quand t tend vers 0, t est le temps et  $C_1$ ,  $C_2$  et m sont des constantes.

L'inconvénient de la forme de l'équation (4.1) est qu'elle n'est pas valide pour le début de la restauration et pour la fin également (quand  $t \to \infty$ ,  $X_r \to 0$ ). Plusieurs variantes de l'équation (4.3) sont proposées dans la littérature. En particulier, un terme  $exp(-\frac{Q}{k_BT})$  peut être rajouté pour prendre en compte la sensibilité de la cinétique à la température (où Q est l'énergie d'activation,  $k_B$  est la constante de Boltzmann et T est la température). Par ailleurs, le terme  $X_r$  peut être remplacé par le terme  $X_r - X_\infty$  pour prendre en compte que  $X_r$  ne s'annule pas entièrement même après un long traitement de restauration mais tend vers une valeur de saturation  $X_\infty$ . L'équation (4.3) s'écrit alors :

$$\frac{dX_r}{dt} = -C_1(X_r - X_\infty)^m \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right)$$
(4.5)

En considérant une densité de dislocations  $\rho$  pour le paramètre  $X_r$  et m = 2, l'équation (4.5) correspond au modèle proposé par Houillon (Houillon, 2009) et utilisé par Kerisit (Kerisit, 2012) pour la restauration du tantale pur :

$$\frac{d\rho}{dt} = -C_1(\rho - \rho_\infty)^2 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right)$$
(4.6)

Un autre modèle assez équivalent mais écrit différemment est proposé par Stüwe et al. (Stüwe et al., 2002) sur la base des travaux de Li (Li, 1966) pour du tantale pur également.

A une échelle macroscopique, la calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry, « DSC ») permet d'estimer la diminution de l'énergie stockée lors de la restauration par la mesure des pics exothermiques sur la courbe de flux de chaleur, comme réalisé sur du tantale pur (Deng et al., 2014a) par exemple.

A une échelle plus locale, des essais de microdureté permettent de suivre la restauration statique. En effet, les valeurs de microdureté peuvent être reliées à des valeurs de densité de dislocations et ainsi des cinétiques de restauration peuvent être obtenues. La restauration étant un mécanisme thermiquement activé, elle dépend de la durée et de la

température du traitement thermique. Pour un niveau de déformation donné, plus la température est élevée plus la diminution de la dureté est rapide comme observé sur du tantale pur (Hupalo et Sandim, 2001) et de l'aluminium pur (Furu et al., 1995; Bunkholt et al., 2019) (figure 4.1). Pour le cas de l'aluminium pur, les microduretés ont été réalisées sans distinction de l'état microstructural (restauré ou recristallisé) donc les valeurs finales tendent vers celle de l'état recristallisé (figure 4.1a). A l'inverse, pour le cas du tantale pur, cette distinction a été réalisée et seules les zones restaurées ont été indentées. La dureté diminue puis semble atteindre une valeur asymptotique à partir d'environ 15 min de traitement (figure 4.1b). Cette valeur asymptotique est supérieure à la dureté de l'état recristallisé et semble dépendre de la température du traitement. Il est important de noter que la seule analyse des zones restaurées biaise cependant les résultats obtenus. La dureté est réalisée sur la globalité de la microstructure au début du traitement. Cependant, au fur et à mesure que la microstructure recristallise, elle est réalisée dans des zones avec moins de dislocations qui restaurent car celles avec le plus de dislocations ont recristallisé. Ainsi, la diminution de la dureté observée n'est pas représentative uniquement de l'effet de la restauration mais également des zones analysées qui concernent des zones avec de moins en moins de dislocations à l'état déformé. Cette diminution surestime donc la diminution réelle due à la restauration.

Les cinétiques de restauration dépendent également du niveau de déformation et du type de sous-structures donc de la texture et du chemin de déformation. Pour un niveau de déformation plus élevé, la diminution de la dureté est plus rapide comme observé sur du tantale pur (Hupalo et Sandim, 2001) et de l'aluminium pur (Furu et al., 1995).



Figure 4.1 : Evolution de la dureté Vickers en fonction du temps de traitement thermique pour différentes températures. (a) Cas de l'aluminium pur laminé à froid ( $\varepsilon_{VM} \approx 3$ ), figure tirée de (Furu et al., 1995) ; (b) Cas du tantale pur matricé à froid ( $\varepsilon_{VM} \approx 2,8$ ), figure tirée de (Hupalo et Sandim, 2001).

#### 1.3. Evolution des sous-structures de dislocations

1.3.1. Description des sous-structures de dislocations

Afin de modéliser correctement les évolutions des sous-structures lors de la restauration, une description détaillée de la répartition spatiale des dislocations est nécessaire. Par exemple, le modèle proposé par Nes (Nes, 1997) décrit la microstructure

via quatre paramètres (figure 4.2) : la densité des dislocations à l'intérieur des cellules  $\rho_i$ , la densité des dislocations dans les parois de cellules  $\rho_b$ , le diamètre des cellules  $\delta$  et l'épaisseur des parois *h*. La densité de dislocations globale  $\rho$  est déterminée par une loi des mélanges :

$$\rho = (1 - f)\rho_i + f\rho_b \text{ avec } f \approx \kappa h/\delta$$
(4.7)

Où  $\kappa$  est une constante géométrique égale à 3 dans le cas d'une structure de cellules régulière ; l'expression pour *f* est valide tant que  $h \ll \delta$ .

Plus récemment, des modèles relativement équivalents distinguant les dislocations selon leur localisation ont également été proposés (Amir H. Motaman et Prahl, 2019; He et al., 2020). Bien que ce type de modélisation permette une description réaliste de la microstructure, il est très difficile voire impossible d'accéder à ces grandeurs expérimentalement.



*Figure 4.2 : Représentation schématique de la microstructure pour le modèle proposé par Nes (Nes, 1997).* 

#### 1.3.2. Cinétique de croissance des sous-structures

Deux formes de cinétique de croissance des sous-structures sont principalement proposées dans la littérature (Humphreys et Hatherly, 2004) :

$$D^n - D_0^n = C_1 t (4.8)$$

Et

$$\log(D) = C_2 t \tag{4.9}$$

Où *D* est la taille des sous-structures,  $D_0$  est la taille au temps t = 0, et  $C_1$ ,  $C_2$  et *n* sont des constantes. Diverses variantes de ces formes existent dans la littérature (Furu et al., 1995; Nes, 1995; Ørsund et Nes, 1989).

La croissance des sous-structures lors de la restauration n'est cependant pas homogène dans la microstructure. C'est notamment le cas des microstructures après une déformation plastique élevée qui sont organisées en structures lamellaires avec des sousjoints lamellaires à forte désorientation (GNBs) séparés entre eux par des sous-joints accidentels à plus faible désorientation (IDBs). Par exemple, certains auteurs (Xing et al., 2006) ont observé sur de l'aluminium pur que l'espacement moyen entre GNBs augmente plus rapidement avec la température que celui entre IDBs lors de la restauration (figure 4.3). Cette différence est causée par la désorientation plus élevée des GNBs après déformation qui les rend plus aptes à migrer. Cela a pour conséquence directe la diminution du rapport de forme des sous-structures (échelle de droite de la figure 4.3). Les structures lamellaires deviennent donc progressivement plus équiaxes. Cette évolution topologique lors de la restauration est courante pour le cas des déformations élevées et a été reportée dans d'autres études réalisées sur de l'aluminium pur (Furu et al., 1995; Yu et al., 2011) ou du tantale pur (Liu et al., 2018a) par exemple.



Figure 4.3 : Evolution des espacements moyens entre GNBs et entre IDBs et du rapport de forme avec la température de traitement thermique (durée de 2h) pour de l'aluminium pur laminé à froid ( $\varepsilon_{VM} \approx 2$ ). Figure tirée de (Xing et al., 2006).

L'aptitude des sous-joints à migrer étant liée directement à leur désorientation, l'évolution de la désorientation lors de la restauration a fait l'objet de plusieurs études. Par traitement des diagrammes de diffraction obtenus par MET et par EBSD, il a été observé sur de l'aluminium pur que la désorientation des sous-joints augmente avec la restauration (Furu et al., 1995). Cette tendance a été retrouvée plus récemment sur de l'aluminium pur lors d'une observation in-situ réalisée par MET (Ånes et al., 2019). Cependant, pour Humphreys et Hatherly (Humphreys et Hatherly, 2004) l'augmentation de l'angle de désorientation des sous-joints n'est pas une évolution systématique lors de la restauration car elle requiert la présence de gradients d'orientation locaux. En effet, comme observé par EBSD sur des monocristaux d'alliage d'aluminium déformés à froid par Channel Die puis recuits (Huang et Humphreys, 2000), l'angle de désorientation diminue avec la croissance des sous-structures. Cette diminution est attribuée à l'absence de gradients d'orientation à l'issue de la déformation. Afin de confirmer cette hypothèse, la croissance de sousstructures sans gradients d'orientation a été simulée numériquement avec un modèle Vertex en 2D et la diminution de la désorientation a bien été retrouvée (Humphreys, 1992). Une étude par EBSD plus récente sur des polycristaux d'aluminium pur (Bunkholt et al., 2019) tend à confirmer l'augmentation ou la diminution de la désorientation des sous-joints selon la présence ou non de gradients d'orientation.

#### 1.3.3. Mécanismes de croissance des sous-structures

Deux mécanismes principaux sont proposés dans la littérature pour expliquer la croissance des sous-structures : la croissance par coalescence des sous-structures et la croissance par migration des sous-joints. Le concept de croissance par coalescence a été proposé par Hu (Hu, 1962) et Li (Li, 1962). Selon ce concept, les désorientations entre sous-structures adjacentes étant faibles, les réseaux cristallins de celles-ci peuvent progressivement s'aligner jusqu'à ce qu'elles aient des orientations similaires. Cela entraîne la disparition du sous-joint séparant les sous-structures et ainsi elles coalescent. Ce mécanisme a pu être observé par d'autres auteurs (Sandström et al., 1978) lors d'expériences in-situ par MET réalisées sur de l'aluminium pur et un alliage d'aluminium. Cependant, certains auteurs remettent en cause ce mécanisme car ils estiment que la réorganisation des sous-joints est causée par des effets de surface libre inhérents aux observations de lames minces par MET et n'est pas transposable à des expériences sur échantillons massifs (Humphreys et Hatherly, 2004).

La migration thermiquement activée des sous-joints est alors suggérée comme le mécanisme le plus probable pour expliquer la croissance des sous-structures (Walter et Koch, 1963). Les évolutions de taille de sous-structures obtenues sur du fer pur (Smith et Dillamore, 1970) et du tantale pur (Vandermeer et Snyder, 1979) tendent à confirmer que ce mécanisme est dominant malgré la faible désorientation des sous-joints. En effet, les cinétiques de croissance sont plus rapides de plusieurs ordres de grandeur (jusqu'à 8 pour le tantale pur) par rapport à ce qui est prédit par le modèle théorique de croissance par coalescence proposé par Li (Li, 1962).

Plus récemment, Yu et al. (Yu et al., 2011, 2015) ont montré que la migration des lignes triples, parallèlement à la migration des sous-joints, joue un rôle majeur dans la croissance des sous-structures. De plus, elle permet d'expliquer la transformation progressive des structures lamellaires en structures plus équiaxes lors de la restauration pour le cas des déformations élevées (figure 4.4). La tension d'interface responsable de la migration d'une ligne triple peut être déterminée à partir de l'agencement des trois joints (Yu et al., 2011) :

$$\sigma = (2\cos(\theta) - 1)\gamma \tag{4.10}$$

Où  $\sigma$  est la tension d'interface,  $\theta$  est l'angle dièdre comme indiqué dans la figure 4.4a et  $\gamma$  est l'énergie du joint en supposant que les trois joints ont la même énergie. L'espacement entre les sous-joints diminuant quand la déformation augmente, l'angle dièdre diminue également ce qui implique une augmentation de la tension d'interface. Dès lors, la migration des lignes triples est un mécanisme très actif pour les déformations élevées. Ce mécanisme a également été observé par d'autres auteurs (Zhang et al., 2017b) sur du nickel pur très déformé par laminage cumulé par exemple.



Figure 4.4 : Représentation schématique de la croissance des sous-structures par migration des lignes triples lors de la restauration. (a) à (f) : évolution progressive de la structure lamellaire de l'état déformé à une structure plus équiaxe. Les traits épais noirs et fins gris représentent respectivement les sous-joints lamellaires et les sous-joints accidentels. Les flèches indiquent la direction du mouvement des lignes triples. Figure tirée de (Yu et al., 2011).

L'énergie d'activation des mécanismes ayant lieu lors de la croissance des sousstructures augmente car la croissance est de moins en moins rapide avec le temps (Yu et al., 2011; Yu et Hansen, 2016). Un modèle de croissance de sous-structures considérant une énergie d'activation fonction de la taille des sous-structures a été proposé (Yu et Hansen, 2016) et montre un bon accord par rapport à l'expérimental. D'autre part, une étude au synchrotron réalisée sur de l'aluminium pur (Ahl et al., 2020) a montré que même si une microstructure restaurée paraît stable avec une taille moyenne de sous-structures constante, cette stabilité n'est en réalité qu'apparente. En effet, les sous-structures, considérées individuellement, continuent de croître ou de rétrécir de manière significative. Les contraintes résiduelles à l'intérieur des sous-structures seraient les forces motrices de ces évolutions selon les auteurs.

# 1.3.4. Dépendance de la restauration à l'orientation cristallographique des grains déformés

L'état restauré évolue dans la continuité de l'état déformé. La formation de sousstructures de dislocations lors de la déformation plastique étant fortement influencée par l'orientation cristallographique, les évolutions lors de la restauration vont l'être également. Cette dépendance peut être observée en comparant les évolutions par fibre. Comme observé par MET sur des monocristaux de tantale pur laminés à froid puis recuits (Vandermeer et Snyder, 1979), la croissance des sous-structures est plus rapide pour l'orientation  $\{111\} < 110>$  (fibre  $\gamma$ ) que pour l'orientation  $\{001\} < 110>$  (fibre  $\theta$ ). Cette différence est une conséquence directe de la différence d'arrangement des dislocations lors de la déformation. En effet, après une même réduction de 80%, des sous-structures sont formées pour l'orientation  $\{111\} < 110>$  alors que les dislocations sont présentes sans organisation particulière pour l'orientation  $\{001\} < 110>$ . Ainsi, pour le premier cas, les sous-structures deviennent mieux définies lors de la restauration avec des dislocations mieux organisées et moins enchevêtrées au niveau des sous-joints. Ces derniers sont alors plus aptes à migrer ce qui facilite la croissance. A l'inverse, pour le second cas, l'annihilation des dislocations est le mécanisme dominant lors de la restauration en raison de l'absence de sous-joints à l'état déformé. Des tendances assez similaires sont rapportées dans des études par MET de monocristaux d'autres métaux CC, comme du fer (Smith et Dillamore, 1970) et du niobium (Srinivasan et al., 2009).

L'observation de polycristaux de tantale pur laminés à froid puis partiellement recristallisés (Sandim et al., 2001, 2005; Deng et al., 2014a) met en évidence le très faible nombre de sous-joints formés dans les grains de la fibre  $\theta$  lors de la déformation puis lors de la restauration. Très peu de germes apparaissent dans ces grains et ils sont généralement consommés par les grains recristallisés de leur voisinage (figure 4.5). Cette dépendance de la restauration à l'orientation cristallographique des grains déformés a aussi été rencontrée lors du recuit d'oligocristaux de tantale pur déformés par estampage à froid (Hupalo et Sandim, 2001; Sandim et al., 1999b).



Figure 4.5 : Micrographie obtenue par MEB (mode électrons rétrodiffusés) de la microstructure d'un oligocristal de tantale pur laminé à froid puis recuit (1200°C-1h). Consommation du grain restauré (grain supérieur) par des grains recristallisés (grains inférieurs) provenant de l'ancien joint de grains (ligne pointillée blanche). Figure tirée de (Sandim et al., 2005).

## 1.4. Impact de la restauration sur la recristallisation

Comme détaillé précédemment, l'annihilation et le réarrangement des dislocations sont les deux principaux mécanismes qui ont lieu lors de la restauration. Cependant, les effets de ces mécanismes sur la recristallisation sont opposés. L'annihilation a un effet défavorable sur la recristallisation car elle implique une diminution de l'énergie stockée et donc de la force motrice pour la recristallisation. A l'inverse, le réarrangement des dislocations a un effet favorable sur la recristallisation. En effet, cela contribue à affiner l'épaisseur des parois de dislocations avec moins d'enchevêtrements de dislocations ce qui améliore l'aptitude des sous-joints à migrer et donc facilite la germination et réduit le temps d'incubation. L'équilibre de ces deux effets détermine l'impact global de la restauration sur la recristallisation. Dans la littérature, cet impact est étudié de deux manières différentes représentées schématiquement dans la figure 4.6. Il peut être étudié avec un traitement de
recristallisation direct (figure 4.6a). Dans ce cas, la restauration se déroule lors de la montée en température puis simultanément avec la recristallisation. D'autre part, il peut être étudié avec un pré-traitement de restauration suivi d'un traitement de recristallisation à une température supérieure (figure 4.6b).



Figure 4.6 : Représentation schématique des traitements thermiques possibles pour l'étude de l'impact de la restauration sur la recristallisation. (a) Traitement de recristallisation direct ; (b) Pré-traitement de restauration avant traitement de recristallisation. Les lignes rouges et vertes représentent la température seuil au-delà de laquelle respectivement la restauration et la recristallisation se déroulent.

### 1.4.1. Observation via un traitement de recristallisation direct

Lorsque l'impact de la restauration sur la recristallisation est étudié avec un traitement de recristallisation direct (figure 4.6a), il est souvent observé expérimentalement que la restauration tend à ralentir la recristallisation car la restauration réduit la force motrice, comme reporté pour de l'aluminium pur (Furu et al., 1990), du niobium pur (Siciliano et al., 1995) et du tantale pur (Stüwe et al., 2002). Sur la base de ces observations, la plupart des modèles théoriques proposés pour modéliser la restauration (Furu et al., 1990; Nes, 1995; Stüwe et al., 2002; Humphreys et Hatherly, 2004) considèrent uniquement le mécanisme d'annihilation des dislocations via une énergie stockée ou une densité de dislocations qui diminue en fonction du temps (section 1.2). Cependant, comme la restauration et la recristallisation sont des phénomènes indissociables, il est difficile expérimentalement de déterminer l'effet précis de chaque phénomène de manière indépendante en particulier lors d'expériences ex-situ.

#### 1.4.2. Observation via un pré-traitement de restauration

Afin d'observer plus clairement l'effet de la restauration, des pré-traitements de restauration suivis de traitements de recristallisation à des températures plus élevées peuvent être réalisés (figure 4.6b). Les résultats reportés dans la littérature avec ce type de traitement thermique ne font pas consensus. Un effet défavorable de la restauration préalable sur la recristallisation est observé dans certaines études, comme par exemple sur de l'aluminium pur déformé à froid où un pré-traitement de restauration long (20h) retarde le début de la recristallisation et ralentit les cinétiques (Kašpar et Pluhař, 1975). Ces résultats sont attribués par les auteurs à la diminution de l'énergie stockée et également à

la formation d'enchevêtrements de dislocations stables thermiquement qui empêchent la migration des sous-joints.

A l'inverse, un effet bénéfique de la restauration préalable sur la recristallisation est remarqué dans d'autres études mais dans une proportion moindre. Les premières preuves expérimentales ont été apportées par Rosen et al. (Rosen et al., 1964) sur du fer de haute pureté où le pré-traitement de restauration a eu pour effet d'accélérer les cinétiques de recristallisation. Ryum (Ryum, 1969) a observé sur un alliage Al-Mg-Zn que des échantillons avec restauration avaient un temps d'incubation plus court par rapport à des échantillons sans restauration. Cet effet a également été reporté dans plusieurs études plus récentes. Sur un alliage Al-2,5%Mg laminé à froid, Decreus et al. (Decreus et al., 2007) remarquent que l'effet du pré-traitement de restauration dépend de la durée pour les alliages sans précipités. Un pré-traitement court (1h) favorise la recristallisation subséquente avec une cinétique plus rapide alors qu'un pré-traitement plus long (65h) ralentit très fortement la recristallisation. Cela a été interprété pour le premier cas par le développement de sousjoints plus aptes à migrer qui va faciliter la germination et pour le second cas par la diminution trop importante de l'énergie stockée qui l'emporte sur l'amélioration de la germination. En revanche, il est noté que pour les alliages avec précipités la restauration préalable a toujours un effet défavorable sur la recristallisation quelle que soit la durée du traitement. Comme la microstructure contient déjà de nombreux sites de germination potentiels par la présence des précipités, les auteurs suggèrent que la restauration préalable diminue l'énergie disponible pour la croissance des grains recristallisés. De plus, lors de l'étude d'un autre alliage d'aluminium (AA6016) (Ren et al., 2019), il est observé l'existence d'une température seuil au-delà de laquelle l'effet bénéfique de la restauration préalable commence à diminuer. Lorsque la température est inférieure au seuil, la croissance des sous-structures favorise la germination mais lorsqu'elle devient supérieure au seuil, trop d'énergie stockée est consommée par cette croissance.

Pour l'heure, les travaux de Liu et al. (Liu et al., 2018a) sur du tantale pur sont les seuls réalisés sur un matériau autre qu'un alliage d'aluminium à propos de l'effet de la restauration préalable sur la recristallisation. La croissance des sous-structures causée par le pré-traitement de restauration a pour effet de diminuer la taille des grains recristallisés en raison du nombre plus élevé de germes potentiels (figure 4.7). Cet effet de la restauration préalable sur la taille des grains recristallisés est également observé lors des études précédemment citées réalisées sur des alliages d'aluminium.

Dans le but de prévoir si un pré-traitement de restauration peut favoriser ou non la recristallisation subséquente, Bréchet et al. (Bréchet et al., 2009) proposent un modèle basé sur l'énergie de faute d'empilement du matériau, notamment sur la capacité à former des sous-structures par polygonisation. Il est ainsi attendu qu'une restauration préalable est plus bénéfique pour les matériaux à énergie de faute d'empilement élevée. Cependant, une énergie de faute d'empilement élevée n'est pas une condition suffisante pour prédire l'effet du pré-traitement de restauration. D'autres paramètres comme le niveau de déformation ou l'orientation cristallographique doivent être pris en compte.



Figure 4.7 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques (code de couleur défini selon la projection de la direction normale dans le triangle standard) et figures de pôles associées acquises sur des échantillons de tantale pur laminés à froid (réduction de 87%) puis recuits avec des traitements thermiques différents : le traitement de recristallisation est identique (1300°C-1h) mais le temps de pré-traitement de restauration augmente de (a) à (e) (800°C-0/5/10/30/60 min). Les traits noirs représentent les joints de grains (angle de désorientation supérieur à 10°). Figure tirée de (Liu et al., 2018a).

### Influence de la restauration préalable sur la texture de recristallisation

Un effet du pré-traitement de restauration sur la texture de recristallisation est remarqué dans plusieurs études de la littérature. Huang et al. (Huang et al., 2017) observent sur un alliage Al-Mn laminé à froid que l'intense texture cube ({001} <100>) obtenue après un traitement de recristallisation direct est considérablement diminuée avec un prétraitement de restauration. Cette différence est attribuée au meilleur développement des sous-structures dans les autres grains lors de la restauration qui tend à réduire l'avantage en matière de germination des grains déformés d'orientation cube. Liu et al. (Liu et al., 2018a) observent aussi sur du tantale pur une homogénéisation de la texture de recristallisation avec la restauration préalable. L'intensité de la fibre  $\gamma$  diminue au profit de la fibre  $\theta$  et des orientations « Autres » (figure 4.7). Cette texture de recristallisation moins marquée est attribuée par les auteurs aux germes se développant à partir des sous-structures formées lors de la restauration préalable.

# Synthèse

• Différentes cinétiques sont décrites dans la littérature pour la diminution de l'énergie stockée et l'augmentation de taille des sous-structures lors de la restauration ;

- Les modèles proposés pour une description réaliste des sous-structures utilisent des paramètres qui sont difficiles à déterminer expérimentalement ;
- La croissance des sous-structures se produit principalement par la migration des sousjoints et des lignes triples ;
- Les mécanismes activés lors de la restauration varient fortement en fonction du type de sous-structures, lui-même fortement dépendant de l'orientation cristallographique des grains déformés ;
- L'impact de la restauration sur la recristallisation dépend de l'équilibre entre l'effet défavorable sur la force motrice causé par la diminution de l'énergie stockée et l'effet favorable sur la germination causé par la meilleure aptitude des sous-joints à migrer. Cet aspect est rarement discuté dans la littérature avec globalement très peu de preuves expérimentales sur l'effet favorable de la restauration.

# 2. Observation directe de la restauration statique

# 2.1. Traitements thermiques réalisés

Afin d'observer directement le phénomène de restauration statique, les échantillons déformés précédemment caractérisés (section 2 du chapitre 2) sont soumis à des traitements thermiques à 750°C pendant 2h et 4h. Ce choix de température a été réalisé sur la base des résultats du chapitre 3 afin de maximiser la restauration sans activer la recristallisation.

A titre de comparaison, les micrographies obtenues le long du rayon des échantillons double-cône comprimés puis recuits à 750°C pendant 2h et à 850°C pendant 3h sont présentées dans la figure 4.8. Comme discuté dans le chapitre précédent, la microstructure recristallise de manière significative à 850°C et la recristallisation est activée à partir d'un niveau de déformation de 0,46. En revanche, aucune recristallisation n'est visible pour un traitement de 750°C pendant 2h.



Figure 4.8 : Micrographies obtenues par MEB (mode électrons secondaires) le long du rayon de pions double-cône (géométrie 1) après un traitement thermique de 750°C pendant 2h et 850°C pendant 3h. La ligne pointillée rouge indique la limite de recristallisation, aucune recristallisation n'est observée pour le premier cas.

# 2.2. Analyse des microstructures restaurées à l'échelle du polycristal2.2.1. Dureté

Les évolutions causées par la restauration ont tout d'abord été suivies par microdureté sur les échantillons recuits. Comme pour la caractérisation de l'état déformé (section 2.3.3 du chapitre 2), trois profils de dureté ont été réalisés au centre le long du rayon de chaque double-cône pour le cas de la compression et au moins cinq mesures ont été faites pour chaque niveau de déformation pour le cas du laminage. Ensuite, des écarttypes et des moyennes ont été calculés. L'évolution de la dureté moyenne en fonction du traitement de restauration pour les échantillons comprimés et laminés est présentée dans la figure 4.9. Une faible baisse de la dureté est observée après les traitements thermiques, entre 5% et 10% en moyenne par rapport à l'état déformé. L'effet de la restauration semble un peu plus important pour le cas du laminage que pour le cas de la compression et pour les duretés inférieures à environ 140 HV. Cela pourrait indiquer que la dureté est plus sensible à l'annihilation des dislocations qu'à la réorganisation des sous-structures. En effet, comme observé précédemment dans le chapitre 2, dans le cas de la compression les grains de la fibre  $\gamma$  sont très majoritaires avec un nombre élevé de sous-structures. A l'inverse, dans le cas du laminage les grains de la fibre  $\gamma$  sont très minoritaires et la proportion de grains formant peu de sous-structures (grains de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres ») est élevée.

Ce résultat est cependant en contradiction avec le fait que la baisse de la dureté est généralement plus élevée lorsque la déformation plastique ou la dureté avant recuit est plus importante comme observé sur du tantale pur (Hupalo et Sandim, 2001). Néanmoins, pour juger de l'effet de la restauration de manière plus précise, il serait mieux de comparer l'état des sous-structures plutôt qu'une valeur de dureté.

Une durée plus longue de traitement ne semble pas impacter significativement cette baisse. Cela est en accord avec les résultats reportés par Hupalo et Sandim (Hupalo et Sandim, 2001) sur du tantale pur (figure 4.1b). Leurs résultats montrent que la dureté diminue très rapidement lors des premières minutes de traitement (entre 15 et 30 min dans la plage 700°C-1000°C) puis semble ne plus varier de manière notable ensuite. Il est donc parfaitement vraisemblable que ce plateau asymptotique soit déjà atteint ici au bout de 2h de traitement à 750°C.

En conclusion, les essais de microdureté ne sont pas probants pour observer de manière claire la restauration et ses effets dans le cas présent.



Figure 4.9 : Evolution de la dureté moyenne pour les deux modes de déformation en fonction du traitement thermique de restauration : (a) échantillons comprimés (les deux géométries sont confondues) et (b) échantillons laminés. Les barres représentent les écarts-types de mesure.

### 2.2.2. Densités de dislocations

Comme présenté précédemment pour les microstructures déformées dans le chapitre 2, les microstructures restaurées sont analysées par microscopie à deux échelles différentes : à l'échelle du polycristal puis à l'échelle des sous-structures de dislocations.

Les microstructures restaurées sont tout d'abord caractérisées par EBSD (pas de mesure de 1,20 µm et surface observée de 1,20 mm x 0,90 mm). Les cartographies des orientations cristallographiques obtenues à l'échelle du polycristal sont présentées dans les figures 4.10 et 4.11 pour respectivement les cas de la compression et du laminage. Seuls quelques grains recristallisés sont observés pour les niveaux de déformation les plus élevés atteints par compression (flèches vertes sur la figure 4.10f pour  $\epsilon_{VM} \approx 1,05$  après le traitement 750°C-4h) et par laminage (flèches vertes sur les figures 4.11a et 4.11d pour  $\epsilon_{VM} \approx 1,67$  après respectivement le traitement 750°C-2h et le traitement 750°C-4h). Cela indique un choix pertinent des paramètres du traitement pour maximiser la restauration. De plus, la restauration n'ayant pas d'effet sur la texture cristallographique, les évolutions de texture observables sont dues uniquement à des fluctuations statistiques.



Figure 4.10 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons déformés par compression puis traités thermiquement. (a), (b) et (c) :  $\varepsilon_{VM} \approx 0,30, 0,52$  et 0,65 après le traitement 750°C-2h ; (d), (e) et (f) :  $\varepsilon_{VM} \approx 0,45, 0,65$  et 1,05 après le traitement 750°C-4h (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits blancs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. Les flèches vertes indiquent la présence de grains recristallisés.



Figure 4.11 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons déformés par laminage puis traités thermiquement. (a) :  $\varepsilon_{VM} \approx 1,67$  après le traitement 750°C-2h ; (b), (c) et (d) :  $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$ , 1,00 et 1,67 après le traitement 750°C-4h (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. Les flèches vertes indiquent la présence de grains recristallisés.

Afin d'analyser quantitativement les évolutions causées par la restauration, les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  et de  $\theta$  ont été calculées pour chaque cartographie EBSD. Ces deux paramètres conduisant à des tendances relativement similaires, seuls les résultats concernant les valeurs moyennes de  $\rho_{EBSD}$  sont présentés ici. Pour le cas de la compression, les évolutions lors de la restauration sont présentées dans la figure 4.12. Des tendances nettes sont difficiles à dégager car seules de légères diminutions ou augmentations selon les niveaux de déformation sont observables. Ce résultat pourrait s'expliquer par le fait que les dislocations sont principalement organisées sous forme de sous-joints et d'enchevêtrements dans des parois de cellules après la déformation, les grains de la fibre  $\gamma$  étant très majoritaires. Dès lors, il est possible que les dislocations se réorganisent lors de

la restauration avec pour effet des parois de cellules plus fines mais avec peu de changement au niveau de la désorientation. Des conclusions similaires sont obtenues lorsque les résultats spécifiques aux grains de la fibre  $\gamma$  sont analysés, cette fibre étant prédominante pour les échantillons comprimés. De plus, afin de vérifier que ces tendances ne sont pas influencées par le pas de mesure, un pas de 0,50 µm a été considéré. Les conclusions obtenues sont similaires à celles précédentes.



Figure 4.12 : Evolution de la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  en fonction du traitement thermique de restauration pour le cas de la compression (toutes orientations confondues).

Pour le cas du laminage, les évolutions lors de la restauration sont présentées dans la figure 4.13. Lorsque toutes les orientations cristallographiques sont confondues (figure 4.13a) ou lorsque chaque classe d'orientations est considérée indépendamment (figure 4.13b), aucune tendance claire de la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  lors de la restauration ne peut être déterminée à nouveau. Les diminutions sont légèrement plus marquées pour les grains de la fibre  $\gamma$ . Des évolutions plus nettes par rapport au cas de la compression auraient pu être attendues du fait que les grains formant moins de sous-structures sont majoritaires pour le cas du laminage. Ces résultats pour la fibre  $\gamma$  vont dans le sens de ceux obtenus sur de l'acier ultra bas carbone (Martínez-de-Guerenu et al., 2004) qui ont montré que les grains de la fibre  $\gamma$  étaient les grains les plus affectés par la restauration. En revanche, cela n'est pas vérifié pour le cas de la compression (figure 4.12) alors que la fibre  $\gamma$  y est prédominante.

L'effet de la restauration est probablement trop subtil pour être détecté significativement lors d'une analyse de la microstructure à l'échelle du polycristal. D'autre part, comme la diminution de la dureté n'est pas retrouvée de manière claire en observant les densités de dislocations détectées par EBSD, i.e. les GNDs, il pourrait être possible que l'effet de la restauration soit associé à l'évolution des SSDs non détectées par EBSD. Dans la section suivante, les microstructures restaurées ont été caractérisées à l'échelle des sous-structures de dislocations afin de réaliser des analyses plus fines.



Figure 4.13 : Evolution de la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  en fonction du traitement thermique de restauration pour le cas du laminage : (a) toutes orientations confondues et (b) par classe d'orientations.

# 2.3. Analyse intragranulaire des microstructures restaurées

### 2.3.1. Analyse qualitative avec la technique ECCI

Une première observation directe des sous-structures de dislocations dans les microstructures restaurées a été réalisée avec l'acquisition de micrographies avec la technique ECCI. Celles-ci ont été acquises à l'intérieur de grains de la fibre  $\theta$  et de la fibre  $\gamma$  pour les deux modes de déformation. A titre d'illustrations, les micrographies pour deux cas de compression ( $\varepsilon_{VM} \approx 0,30$  et 0,65 après le traitement 750°C-2h) sont présentées dans la figure 4.14.

Pour les grains de la fibre  $\gamma$  (figures 4.14a et 4.14b), la morphologie des sousstructures ne semble pas avoir changé par comparaison avec celles des états déformés (figure 2.38). Pour le niveau de déformation de 0,30 (figure 4.14a), les sous-joints ne sont pas plus marqués et un grand nombre de dislocations restent enchevêtrées à l'intérieur des sous-structures. Pour le niveau de déformation de 0,65 (figure 4.14b), les sous-structures semblent autant définies qu'à l'état déformé et aucune évolution notable de taille n'est remarquée. Pour les grains de la fibre  $\theta$  (figures 4.14c et 4.14d), la restauration n'a pas conduit à la formation de sous-structures. Les quelques sous-joints observables très localement étaient déjà probablement présents avant le traitement thermique. Des conclusions similaires ont été trouvées pour le cas du laminage (micrographies présentées dans l'annexe C). Afin d'avoir une confirmation quantitative de ces observations, les sousstructures ont été caractérisées par EBSD comme présenté dans la section suivante.



Figure 4.14 : Micrographies obtenues par ECCI à l'intérieur de (a)&(b) grains de la fibre  $\gamma$ et de (c)&(d) grains de la fibre  $\theta$  dans les microstructures comprimées à froid à des niveaux de déformation de respectivement 0,30 et 0,65 puis traitées thermiquement (750°C-2h) (la direction de compression est verticale).

## 2.3.2. Analyse quantitative avec la technique EBSD

Les conditions d'analyse utilisées sont les mêmes que celles utilisées pour caractériser les sous-structures de dislocations formées lors de la déformation à froid (section 2.4.2 du chapitre 2). Le nombre de grains examinés et la surface totale observée par EBSD pour chaque cas sont résumés dans le tableau 4.1. Le développement des sousstructures est caractérisé par les deux paramètres introduits à l'état déformé : l'angle de désorientation des sous-joints  $\theta_{sj}$  (°) et la densité de sous-joints  $\rho_{sj}$  (µm/µm<sup>2</sup>). L'évolution des gradients d'orientation lors de la restauration est également examinée (méthode de détermination des gradients détaillée dans la section 2.4.2 du chapitre 2).

Mode de déformation	Niveau de déformation (ε <sub>VM</sub> )	Traitement thermique	Classe d'orientations	Nombre de grains examinés	Surface totale observée par EBSD (µm <sup>2</sup> )	Gradient d'orientation estimé moyen (°/µm)
Compression	0,30	750°C-2h	Fibre y	6	11338	0,06
	0,65	750°C-2h	Fibre y	6	17261	0,15
	0,65	750°C-4h	Fibre y	6	12834	0,13
	1,05	750°C-4h	Fibre y	6	12608	0,30
Laminage	0,56	750°C-4h	Fibre θ	3	5282	0,13
	1,00	750°C-4h	Fibre θ	3	5271	0,33
	1,67	750°C-4h	Fibre θ	5	2532	0,40
	0,56	750°C-4h	Fibre γ	6	11972	0,17
	1,00	750°C-4h	Fibre γ	6	11600	0,45
	1,67	750°C-4h	Fibre γ	7	8299	0,72
	0,56	750°C-4h	Classe « Autres »	3	5632	0,26
	1,00	750°C-4h	Classe « Autres »	3	5548	0,37
	1,67	750°C-4h	Classe « Autres »	6	4749	0,50

Tableau 4.1 : Nombre de grains examinés et surface totale observée par EBSD pour l'observation à l'échelle des sous-structures de dislocations.

# Evolution de l'angle de désorientation des sous-joints $\theta_{si}$

Les valeurs moyennes de  $\theta_{sj}$  après les traitements thermiques de restauration sont présentées dans les figures 4.15a et 4.15b pour respectivement le cas de la compression et du laminage.

Pour le cas de la compression, l'angle de désorientation des sous-joints augmente légèrement avec la restauration en particulier pour les deux niveaux de déformation les plus élevés. Cela semble cohérent avec l'accumulation de dislocations au niveau des sous-joints lors de la restauration. L'augmentation de l'angle de désorientation des sous-joints lors de la restauration a également été reportée lors de plusieurs expériences réalisées sur de l'aluminium pur (Bunkholt et al., 2019; Furu et al., 1995; Ånes et al., 2019). Cette augmentation implique une meilleure aptitude des sous-joints à migrer et illustre l'effet bénéfique de la restauration discuté précédemment dans la section 1.4. Le nombre de dislocations enchevêtrées au niveau des sous-joints et l'épaisseur des parois de dislocations devraient également diminuer avec la restauration mais cela n'a pas pu être observé par ECCI dans le cas présent (section 2.3.1). La meilleure aptitude des sous-joints à migrer favoriserait la germination et la recristallisation comme il sera présenté dans la section 3.

Pour le cas du laminage, il est en revanche difficile de dégager une tendance concernant l'angle de désorientation des sous-joints lors de la restauration pour chaque classe d'orientations. Les évolutions pour les grains de la fibre  $\gamma$  sont les plus marquées. La diminution observée pour le niveau de déformation de 0,56 pourrait être en lien avec le faible niveau de développement des sous-structures à l'issue de la déformation (figures 2.41 et 2.42). A l'inverse, pour le niveau de déformation de 1,00, la formation des sousstructures plus aboutie pourrait mener à une désorientation des sous-joints plus élevée après restauration. Cela devrait logiquement être toujours le cas pour un niveau de déformation supérieur mais ce n'est pas observé ici pour le niveau de déformation de 1,67. D'autre part, Humphreys et Hatherly (Humphreys et Hatherly, 2004) suggèrent que l'augmentation de la désorientation requiert la présence de gradients d'orientation importants. Cependant, les résultats obtenus sur les états déformés (tableau 2.2) ne confirment pas cette hypothèse. Par exemple, bien que les niveaux de déformation de 0,56 et 1,00 présentent des gradients d'orientation faibles et relativement similaires, l'angle de désorientation des sous-joints évolue de manière opposée lors de la restauration. En conclusion, quelques tendances sont observées pour les deux modes de déformation mais elles ne sont pas assez nettes pour pouvoir tirer des conclusions définitives.



Figure 4.15 : Evolution de la valeur moyenne de  $\theta_{sj}$  en fonction du traitement thermique de restauration pour les cas de (a) compression et (b) laminage.

#### Evolution de la densité de sous-joints $\rho_{si}$

Les valeurs moyennes de  $\rho_{sj}$  après les traitements thermiques de restauration sont présentées dans les figures 4.16a et 4.16b pour respectivement le cas de la compression et du laminage.

Pour le cas de la compression, il est difficile de dégager une tendance claire concernant la densité de sous-joints lors de la restauration car les évolutions varient selon le niveau de déformation considéré. Une diminution de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$ , qui correspond à une augmentation de la taille des sous-structures, pouvait raisonnablement être attendue lors de la restauration comme observé pour le niveau de déformation de 0,65. Cependant, cela n'est pas vérifié pour le niveau de déformation de 1,05 alors que la désorientation des sous-joints est tout aussi élevée (figure 2.41) et donc que les sous-joints sont tout aussi aptes à migrer pour assurer la croissance des sous-structures.

Pour le cas du laminage, les grains de la fibre  $\gamma$  contiennent toujours plus de sousjoints que les autres grains après la restauration. Pour ces grains, la densité de sous-joints diminue très légèrement avec la restauration. Pour les grains de la fibre  $\theta$ , les faibles valeurs moyennes de  $\rho_{sj}$  sont cohérentes avec le fait que la restauration ne semble pas mener significativement à la formation de sous-structures comme observé précédemment (figures 4.14c et 4.14d).



Figure 4.16 : Evolution de la valeur moyenne de  $\rho_{sj}$  en fonction du traitement thermique de restauration pour les cas de (a) compression et (b) laminage. Les écarts-types sont pondérés par la surface observée de chaque cartographie EBSD.

# Evolution des gradients d'orientation

Les gradients d'orientation moyens après les traitements thermiques de restauration sont présentés dans les figures 4.17a et 4.17b pour respectivement le cas de la compression et du laminage. Pour les deux cas, aucun effet net de la restauration sur les gradients d'orientation n'est visible car les évolutions varient selon le niveau de déformation et la classe d'orientations considérés.



*Figure 4.17 : Evolution des gradients d'orientation moyens en fonction du traitement thermique de restauration pour les cas de (a) compression et (b) laminage.* 

# **Conclusions intermédiaires**

- La dureté diminue légèrement avec la restauration ce qui est cohérent avec l'annihilation et le réarrangement des dislocations ;
- La baisse de la densité de dislocations qui aurait pu être attendue en lien avec la baisse de la dureté n'a pas été observée de manière significative lors de l'analyse à l'échelle du polycristal. La baisse de la dureté pourrait alors être reliée à l'évolution des dislocations non détectées par EBSD, i.e. les SSDs ;
- L'analyse intragranulaire n'a pas permis d'aboutir à des conclusions claires concernant l'effet de la restauration sur les sous-structures de dislocations ;
- Les méthodes utilisées pour la description de l'état déformé ne sont sans doute pas assez précises pour rendre compte des évolutions subtiles se produisant lors de la restauration. En particulier, il est possible que la restauration affecte l'épaisseur et le nombre de dislocations enchevêtrées au niveau des parois de dislocations sans que cela n'implique un changement de longueur ni de désorientation.

# 3. Observation indirecte de la restauration statique

# 3.1. Plan d'expériences

Dans cette partie, la restauration statique est étudiée de manière indirecte à travers ses effets sur la recristallisation. Pour ce faire, différents traitements thermiques en deux étapes ont été réalisés sur les échantillons laminés ( $\varepsilon_{VM} \approx 0.56$ , 1,00 et 1,67). Chaque traitement est composé de deux traitements thermiques, pour respectivement la restauration et la recristallisation, sans refroidissement entre les deux. Les détails de ces traitements thermiques sont présentés dans le tableau 4.2. Les courbes de température des traitements thermiques sont présentées dans la figure 4.18.

Nom du	Traitement th	ermique 1	Traitement thermique 2		
traitement	Température	Temps	Température	Temps	
Rex	Aucun	Aucun		30 min	
Rest700-60	700°C	60 min			
Rest750-15	750°C	15 min	050°C		
Rest750-60	750°C	60 min	950 C		
Rest750-240	750°C	240 min			
Rest800-60	800°C	60 min			

*Tableau 4.2 : Détails des traitements thermiques en deux étapes réalisés sur les échantillons laminés pour l'observation des effets de la restauration sur la recristallisation.* 



*Figure* 4.18 : *Traitements thermiques réalisés pour l'observation des effets de la restauration sur la recristallisation : 1 traitement thermique de recristallisation (Rex) et 5 traitements thermiques « Restauration + Recristallisation » (Rest700-60, Rest750-15, Rest750-60, Rest750-240 et Rest800-60). Vitesse de chauffage d'environ 23°C/min.* 

La comparaison des traitements Rest700-60, Rest750-60 et Rest800-60 permet d'examiner l'effet de la température de restauration préalable. La comparaison des traitements Rest750-15, Rest750-60 et Rest750-240 permet d'examiner l'effet du temps de restauration préalable.

# 3.2. Evolutions microstructurales avec un traitement thermique de recristallisation direct

Afin de mieux appréhender les effets de la restauration sur la recristallisation, les évolutions microstructurales associées au traitement thermique de recristallisation Rex sont observées dans cette section. La recristallisation ayant déjà été étudiée en détail dans le chapitre précédent, les résultats présentés ici sont discutés de manière moins exhaustive.

## 3.2.1. Evolution en fonction du niveau de déformation

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques des échantillons laminés puis recuits avec le traitement thermique Rex sont présentées dans la figure 4.19. Toutes les cartographies ont été acquises avec un pas de mesure de  $1,20 \,\mu\text{m}$  pour une surface observée de  $1,20 \,\text{mm} \times 0,90 \,\text{mm}$ .



Figure 4.19 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons laminés à des niveaux de déformation de respectivement (a) 0,56, (b) 1,00 et (c) 1,67 puis recuits avec le traitement thermique Rex (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.

Pour chaque cartographie EBSD, la fraction et la taille moyenne des grains recristallisés dans la microstructure sont déterminées. La méthode de détermination de chaque paramètre est détaillée respectivement dans la section 2.1.1 du chapitre 3 et 2.1 du chapitre 1.

Les évolutions de la fraction recristallisée et de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction du niveau de déformation sont présentées respectivement dans les figures 4.20a et 4.20b. Les tendances observées dans le chapitre 3 sont retrouvées ici. Comme attendu, la fraction recristallisée augmente avec la déformation. D'autre part, la taille des grains recristallisés diminue quand la déformation augmente. Il est à noter que la légère augmentation observée entre les niveaux de déformation de 0,56 et 1,00 est probablement causée par la faible fraction recristallisée (7%) pour le niveau de déformation de 0,56 qui rend moins fiable statistiquement la taille moyenne calculée pour ce cas (seulement 56 grains).



Figure 4.20 : Evolution de (a) la fraction recristallisée et (b) la taille moyenne des grains recristallisés avec le niveau de déformation atteint par laminage pour le cas du traitement thermique Rex.

3.2.2. Dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés

### Orientations des grains recristallisés

Les fractions des grains recristallisés appartenant à la fibre  $\theta$ , à la fibre  $\gamma$  et à la classe « Autres » sont présentées dans la figure 4.21a pour chaque niveau de déformation. Pour les trois cas, les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » sont majoritaires. Seuls quelques grains recristallisés de la fibre  $\theta$  sont observés.



Figure 4.21 : (a) Fraction surfacique des grains recristallisés par classe d'orientations et (b) fraction relative des grains déformés ayant été consommés par la recristallisation lors du traitement thermique Rex pour chaque classe d'orientations et chaque niveau de déformation atteint par laminage.

Afin d'examiner le lien avec l'état déformé, les fractions relatives des grains déformés qui ont été consommés par la recristallisation ont été calculées avec l'équation (3.4). Pour le niveau de déformation de 0,56, les fractions n'ont pas été calculées car les faibles fractions recristallisées pour chaque classe d'orientations ne permettaient pas d'avoir des résultats statistiquement pertinents. Les fractions calculées pour les deux autres niveaux de déformation sont présentées dans la figure 4.21b. Comme observé précédemment (section 2.1.2 du chapitre 3), les grains déformés de la fibre  $\gamma$  sont les plus consommés lors de la recristallisation.

Par comparaison avec les orientations des grains recristallisés (figure 4.21a), il est à nouveau observé ici que les grains déformés de la fibre  $\gamma$  semblent principalement consommés par la germination. A l'inverse, les grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » semblent principalement consommés par la croissance de grains recristallisés que par la germination. Le fait que les grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  sont minoritaires par rapport à ceux de la classe « Autres » alors que leur recristallisation est favorisée s'explique par une faible fraction de grains de la fibre  $\gamma$  à l'état déformé (figure 2.16). Dans le cas présent, quelques grains recristallisés de la fibre  $\theta$  sont tout de même observés. Par exemple, les ellipses blanches dans la microstructure faiblement recristallisée (figure 4.19a) indiquent des grains recristallisés de la fibre  $\theta$  et des larges sous-grains qui se sont développés le long des joints des grains déformés de la fibre  $\theta$ . Ces grains semblent se développer selon un mécanisme SIBM (section 1.2.1 du chapitre 3) car la désorientation d'une partie du joint est faible ce qui indique que leur croissance est vers les grains voisins. Cependant, seuls quelques grains de la fibre  $\theta$  recristallisent car les grains déformés de la fibre  $\theta$  ont plus tendance à être consommés par des grains recristallisés avant que le mécanisme ne se déroule.

### Taille des grains recristallisés en fonction de leur orientation

Les tailles moyennes des grains recristallisés pour chaque classe d'orientations pour les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67 sont présentées dans la figure 4.22. Pour le niveau de déformation de 0,56, les tailles moyennes n'ont pas été calculées à cause des faibles fractions pour chaque classe d'orientations (seulement 5 grains recristallisés pour la fibre  $\theta$ ). Comme observé précédemment (section 2.1.2 du chapitre 3), les grains recristallisés les plus gros sont ceux de la fibre  $\gamma$ . Cet avantage de taille s'explique sans doute par un temps d'incubation de germination plus court. De plus, il est observé que la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » diminue quand la déformation augmente ce qui pourrait s'expliquer par une densité de germes plus élevée. En revanche, la taille des grains recristallisés de la fibre  $\theta$  augmente légèrement ce qui pourrait s'expliquer par un nombre de grains recristallisés plus faible et donc une compétition entre grains recristallisés pour la croissance plus faible. Cependant, d'autres durées de traitement à la même température de 950°C seraient nécessaires pour confirmer ces explications.



Figure 4.22 : Taille moyenne des grains recristallisés avec le traitement thermique Rex pour chaque classe d'orientations pour les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67 atteints par laminage.

### 3.3. Effets de la restauration préalable sur la recristallisation

Les cartographies EBSD des orientations cristallographiques des échantillons recuits avec les traitements thermiques « Restauration + Recristallisation » sont présentées dans les figures 4.23, 4.24 et 4.25 pour respectivement les niveaux de déformation de 0,56, 1,00 et 1,67 atteints par laminage. Toutes les cartographies ont été acquises avec un pas de mesure de 1,20  $\mu$ m pour une surface observée de 1,20 mm x 0,90 mm.



Figure 4.23 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons laminés à un niveau de déformation de 0,56 puis recuits avec les traitements thermiques (a) Rest700-60, (b) Rest750-15, (c) Rest750-60, (d) Rest750-240 et (e) Rest800-60 (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.



Figure 4.24 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons laminés à un niveau de déformation de 1,00 puis recuits avec les traitements thermiques (a) Rest700-60, (b) Rest750-15, (c) Rest750-60, (d) Rest750-240 et (e) Rest800-60 (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.



Figure 4.25 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les échantillons laminés à un niveau de déformation de 1,67 puis recuits avec les traitements thermiques (a) Rest700-60, (b) Rest750-15, (c) Rest750-60, (d) Rest750-240 et (e) Rest800-60 (code de couleur défini selon la projection de la direction normale DN dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°.

### 3.3.1. Effet de la restauration préalable sur la fraction recristallisée

L'évolution de la fraction recristallisée en fonction de la température et du temps de restauration préalable pour chaque niveau de déformation est présentée dans la figure 4.26.

Pour les niveaux de déformation de 0,56 et 1,00 atteints par laminage, le prétraitement de restauration semble favoriser la recristallisation avec une augmentation de la fraction recristallisée pour les cas suivants :

- $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$  avec le pré-traitement à 700°C pendant 60 min (figure 4.26a)
- $\epsilon_{VM} \approx 1,00$  avec le pré-traitement à 700°C pendant 60 min (figure 4.26a)
- $\varepsilon_{VM} \approx 0.56$  avec le pré-traitement à 750°C pendant 15 min (figure 4.26b)<sup>3</sup>

Un pré-traitement de restauration à une température plus élevée ou pendant un temps plus long semble défavoriser la recristallisation avec une diminution de la fraction recristallisée.

Pour le niveau de déformation de 1,67 atteint par laminage, les pré-traitements de restauration ne semblent pas affecter nettement la recristallisation quels que soient la température et le temps de restauration préalable.



Figure 4.26 : Evolution de la fraction recristallisée en fonction (a) de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et (b) du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) pour chaque niveau de déformation atteint par laminage.

### Discussion

Les évolutions observées dans la figure 4.26 illustrent les deux mécanismes en compétition qui ont lieu lors de la restauration. Le premier mécanisme, souvent considéré comme le seul mécanisme associé à la restauration, est la diminution de l'énergie stockée causée par l'annihilation d'une partie des dislocations. Cette diminution a logiquement un effet défavorable sur la recristallisation. Le second mécanisme, moins souvent évoqué dans la littérature, est l'augmentation de l'aptitude des sous-joints à migrer grâce à une augmentation de leur désorientation et à une diminution de l'effet d'ancrage causé par les enchevêtrements de dislocations. Ce mécanisme a donc un effet favorable sur la

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Pour le niveau de déformation de 0,56, il est à noter que la fraction recristallisée pour le cas du traitement Rest750-240 est supérieure à celle pour le cas du traitement Rex, respectivement 10% et 7% (figure 4.26b). Cependant, compte tenu de cette faible différence, ce cas n'est pas inclus dans l'analyse.

germination et ainsi sur la recristallisation. Par conséquent, l'effet global de la restauration sur la recristallisation dépend de l'équilibre entre ces deux mécanismes. Pour les prétraitements de restauration à température faible (700°C) et/ou pendant un temps court (15 min et 60 min), l'effet favorable semble l'emporter sur l'effet défavorable ce qui entraîne une augmentation de la fraction recristallisée grâce à des sous-joints plus aptes à migrer. Lorsque la restauration est plus poussée en raison d'une température de pré-traitement plus élevée ou d'un temps de pré-traitement plus long, l'effet défavorable semble cette fois-ci prédominer ce qui entraîne une diminution de la fraction recristallisée.

Pour le niveau de déformation de 1,67, la désorientation des sous-joints est déjà suffisamment élevée après la déformation (figure 2.41) et seuls quelques enchevêtrements de dislocations sont visibles au niveau des sous-joints (figure 2.39b). Par conséquent, avec des sous-joints plus aptes à migrer et moins d'effet d'ancrage dû aux enchevêtrements de dislocations, l'effet favorable de la restauration est plus faible. D'autre part, comme les dislocations sont principalement au niveau des sous-joints, l'annihilation des dislocations est un mécanisme moins actif. L'effet défavorable de la restauration est donc également plus faible.

Ce double effet de la restauration pourrait expliquer la raison pour laquelle il n'existe pas de consensus dans la littérature concernant l'effet de la restauration sur la recristallisation comme détaillé précédemment dans la section 1.4. Lorsque cet effet est étudié avec un traitement de recristallisation direct, l'effet défavorable est le plus souvent reporté avec un ralentissement des cinétiques de recristallisation (Stüwe et al., 2002; Humphreys et Hatherly, 2004). Lorsque cet effet est étudié indirectement via des prétraitements de restauration suivis de traitements de recristallisation, l'effet défavorable est également observé (Kašpar et Pluhař, 1975). Seules quelques études reportent un effet favorable de la restauration sur la recristallisation. Par exemple, les résultats récents de Ren et al. (Ren et al., 2019) sur l'alliage d'aluminium AA6016 montrent que la restauration a un effet favorable jusqu'à une température seuil de pré-traitement. Pour un pré-traitement à une température supérieure à ce seuil, la consommation accrue d'énergie stockée par la croissance des sous-structures défavorise la recristallisation. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus pour les niveaux de déformation de 0,56 et 1,00 dans le cas présent (figure 4.26a). D'autre part, les résultats de Decreus et al. (Decreus et al., 2007) sur un autre alliage d'aluminium (Al-2,5%Mg) illustrent la similarité entre l'effet de la température et celui du temps de traitement. Pour un pré-traitement court (1h), la germination favorisée par des sous-joints plus aptes à migrer accélère la recristallisation. Pour un pré-traitement long (65h), l'effet défavorable prédomine et ralentit la recristallisation. Ces résultats sont relativement similaires à ceux obtenus pour le niveau de déformation de 0,56 dans le cas présent (figure 4.26b). Ainsi, pour les niveaux de déformation faible et moyen, une restauration préalable peu poussée (température faible et/ou temps court) pourrait favoriser la recristallisation car l'effet favorable de la restauration est dominant. A l'inverse, une restauration préalable plus poussée (température plus élevée et/ou temps plus long) pourrait la défavoriser car l'effet défavorable de la restauration est dominant.

L'impact de la restauration sur la microstructure déformée est donc ici clairement visible à travers ses effets sur la fraction recristallisée. En revanche, il n'a pas été possible précédemment (section 2.3) de mesurer des évolutions significatives lors de la restauration avec les paramètres utilisés dérivant de mesures EBSD : la densité de dislocations, la désorientation et la densité de sous-joints. La restauration affecte donc probablement des propriétés ou des paramètres ne pouvant être mesurés par EBSD. Concernant l'effet favorable de la restauration liée à la meilleure aptitude des sous-joints à migrer, il est possible que l'augmentation de la désorientation soit très faible même si la réorganisation des dislocations enchevêtrées est importante. Un suivi de l'évolution de l'épaisseur des parois lors de la restauration semble difficile à mettre en œuvre expérimentalement. D'autre part, l'effet défavorable de la restauration lié à la diminution de l'énergie stockée n'est pas retranscrit par les résultats précédents. Une piste d'explication possible pourrait être que l'annihilation des dislocations concerne principalement les SSDs non détectées par EBSD. Cependant, la quantification expérimentale de ce type de dislocations n'est pas aisée. Une valeur approximée pourrait être obtenue en comparant une énergie stockée macroscopique obtenue par calorimétrie, prenant en compte toutes les dislocations, à une énergie stockée estimée par microscopie, prenant en compte uniquement les GNDs (Taheri et al., 2006).

## 3.3.2. Effet de la restauration préalable sur la taille des grains recristallisés

L'évolution de la taille des grains recristallisés en fonction de la température et du temps de restauration préalable pour chaque niveau de déformation est présentée dans la figure 4.27.

Pour les niveaux de déformation de 0,56 et 1,00, lorsque la restauration préalable favorise la recristallisation ( $\varepsilon_{VM} \approx 0,56$  avec les traitements Rest700\_60 et Rest750\_15 et  $\varepsilon_{VM} \approx 1,00$  avec le traitement Rest700\_60), la taille des grains recristallisés augmente par rapport au cas avec le traitement Rex. A l'inverse, lorsque la restauration préalable défavorise la recristallisation, la taille des grains recristallisés diminue par rapport au cas avec le traitement Rex. L'augmentation de la taille des grains recristallisés observée pour le niveau de déformation de 0,56 avec le traitement Rest800\_60 s'explique sans doute par une faible représentativité statistique due à une faible fraction recristallisée (seulement 41 grains pour ce cas). Ces évolutions sont discutées ci-après.

Pour le niveau de déformation de 1,67, la taille des grains recristallisés diminue avec les pré-traitements de restauration quels que soient la température et le temps de restauration préalable.



Figure 4.27 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés en fonction (a) de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et (b) du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) pour chaque niveau de déformation atteint par laminage.

### Discussion

L'augmentation de la taille des grains recristallisés lorsque la restauration a un effet favorable s'explique sans doute par un temps d'incubation de germination plus court, dû aux sous-joints plus aptes à migrer. En effet, un temps d'incubation plus court implique :

- Un temps de croissance plus important pour certains grains ;
- Une croissance plus rapide au début de la recristallisation car la diminution de l'énergie stockée est encore moindre ;
- Pour les stades avancés de recristallisation, certains grains auront déjà acquis un avantage de taille, du fait des deux raisons précédentes, ce qui peut favoriser leur croissance par rapport aux grains recristallisés apparus plus tard.

A l'inverse, une restauration plus poussée tend à homogénéiser la microstructure en rendant les sous-joints plus aptes à migrer en raison d'une désorientation plus élevée et d'un ancrage plus faible dû à un nombre plus faible d'enchevêtrements de dislocations. Cela donne lieu à une germination plus homogène dans le volume et réduit tout avantage de taille possible. De plus, comme déjà discuté précédemment, une restauration plus intense renforce l'effet défavorable avec une énergie stockée plus faible et donc une vitesse de croissance plus lente. En résumé, pour les niveaux de déformation faible et moyen, lorsque l'effet défavorable de la restauration est dominant la taille des grains recristallisés augmente et lorsque l'effet défavorable de la restauration est dominant la taille des grains recristallisés diminue.

Pour le niveau de déformation de 1,67, le nombre plus élevé de germes mais avec une vitesse de croissance plus lente entraîne des grains recristallisés plus petits. Cette diminution de la taille des grains recristallisés pour le cas des microstructures entièrement recristallisées a été également reportée lors d'études réalisées sur du tantale pur (Liu et al., 2018a) et sur différents alliages d'aluminium (Decreus et al., 2007; Ren et al., 2019). Cependant, lorsque l'effet de la restauration a été étudié via la vitesse de chauffage par Primig et al. (Primig et al., 2012a) sur du molybdène pur, une tendance inverse a été observée. La taille des grains recristallisés avec une restauration très longue due à une vitesse de chauffage lente (1 K/min) était supérieure à celle avec une restauration très courte due à une vitesse de chauffage rapide (1000 K/min). Cette taille de grains supérieure est interprétée par les auteurs comme étant la conséquence du mécanisme de recristallisation devenu presque continu, avec la croissance progressive des sous-structures en grains recristallisés. Néanmoins, il est nécessaire de noter que le temps de recristallisation n'est pas identique entre les deux cas en raison de la vitesse de chauffage différente. Dès lors, il n'est pas possible de comparer de manière rigoureuse la taille des grains recristallisés entre ces deux cas. Les conclusions de cette étude ne peuvent donc pas être uniquement attribuées à l'effet de la restauration.

# Taille des grains recristallisés en fonction de leur orientation

Les tailles moyennes des grains recristallisés pour chaque classe d'orientations en fonction de la température et du temps de restauration préalable sont présentées dans la figure 4.28 pour les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67. Pour les deux cas, les tailles pour chaque classe d'orientations suivent des tendances assez similaires aux tendances globales précédemment observées (figure 4.27). Néanmoins, deux différences doivent être commentées.

La première différence concerne, pour le niveau de déformation de 1,00 (figure 4.28a), la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  avec le traitement Rest700\_60. Par rapport au traitement Rex, celle-ci diminue alors que la taille des autres grains recristallisés augmente. Cette différence s'explique probablement par l'état déformé des grains différent. En effet, comme le développement de sous-structures est important dans les grains de la fibre  $\gamma$  après la déformation, leur comportement est proche de celui pour le cas des déformations élevées. Ainsi, une diminution de la taille des grains recristallisés est attendue comme discuté précédemment. A l'inverse, comme le développement de sous-structures est faible dans les grains de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » après la déformation, leur comportement est proche de sous-structures de la restauration est donc dominant pour ces conditions (traitement Rest700\_60) et conduit à une augmentation de la taille des grains recristallisés comme discuté précédemment.

La seconde différence, pour le niveau de déformation de 1,67 (figures 4.28c et 4.28d), concerne la diminution de la taille des grains recristallisés de la fibre  $\gamma$  par rapport au cas avec le traitement Rex. Celle-ci semble être moins importante à mesure que la température ou le temps de restauration préalable augmente. Pour une restauration poussée à une température plus élevée ou pendant un temps plus long, l'effet favorable devient plus faible que l'effet défavorable donc la diminution de la taille est moindre.



Figure 4.28 : Evolution de la taille moyenne des grains recristallisés pour chaque classe d'orientations en fonction de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) pour respectivement les niveaux de déformation de (a) et (b) 1,00, (c) et (d) 1,67 atteints par laminage.

### 3.3.3. Effet de la restauration préalable sur l'orientation des grains recristallisés

Les orientations cristallographiques des grains recristallisés en fonction de la température et du temps de restauration préalable sont présentées dans la figure 4.29 pour les niveaux de déformation de 0,56, 1,00 et 1,67. Pour le niveau de déformation de 0,56 (figures 4.29a et 4.29b), l'intensité de la fibre  $\gamma$  parmi les grains recristallisés augmente par rapport au cas avec le traitement Rex avec la température et le temps de restauration préalable. Pour le niveau de déformation de 1,00 (figures 4.29c et 4.29d), le pré-traitement de restauration avec une très légère augmentation de la proportion de grains de la classe « Autres ». Cette évolution de la

texture semble indépendante de l'effet de la restauration sur la recristallisation. Pour le niveau de déformation de 1,67 (figures 4.29e et 4.29f), la texture est aussi légèrement moins marquée avec un nombre plus important de grains recristallisés de la classe « Autres ».

## Discussion

Une texture de recristallisation moins marquée suite à un pré-traitement de restauration a également été observée sur du tantale pur par Liu et al. (Liu et al., 2018a). En particulier, la proportion de grains de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » a augmenté au détriment de celle de grains de la fibre  $\gamma$  avec la restauration préalable. Les résultats précédemment décrits pour les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67 sont assez cohérents avec ces observations à la seule différence qu'aucun renforcement de la fibre  $\theta$  n'est noté dans le cas présent. Cette différence peut s'expliquer par deux raisons différentes. D'une part, le niveau de déformation pour l'étude de Liu et al. ( $\epsilon_{VM} \approx 2,36$ ) est supérieur à ceux utilisés dans le cas présent. Cela implique probablement plus de sous-structures dans les grains de la fibre  $\theta$  et donc un nombre de germes dans ces grains plus élevé. D'autre part, la fibre  $\theta$  est peut-être plus intense à l'état déformé dans l'étude de Liu et al. que dans le cas présent. Cela impliquerait une probabilité plus élevée de former des grains recristallisés de la fibre  $\theta$ . Cependant, aucune donnée concernant la texture de déformation n'est spécifiée dans l'étude de Liu et al. pour permettre de vérifier cette hypothèse.



Figure 4.29 : Evolution de la fraction surfacique des grains recristallisés par classe d'orientations en fonction de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) pour respectivement les niveaux de déformation de (a) et (b) 0,56, (c) et (d) 1,00, (e) et (f) 1,67 atteints par laminage.

### Lien avec l'état déformé

Afin d'examiner le lien avec l'état déformé, les fractions relatives des grains déformés qui ont été consommés par la recristallisation ont été calculées avec l'équation (3.4). L'évolution de la fraction consommée relative en fonction de la température et du temps de restauration préalable est présentée dans la figure 4.30 pour les niveaux de déformation de 1,00 et 1,67. L'interprétation des résultats pour l'effet de la température et celui du temps étant assez similaire, seuls ceux pour l'effet de la température sont discutés dans la suite.

Pour le niveau de déformation de 1,00 (figure 4.30a), la fraction consommée pour chaque classe d'orientations augmente avec le traitement Rest700\_60 par rapport au cas avec le traitement Rex. Par comparaison avec les orientations des grains recristallisés (figure 4.29c), la plus grande consommation des grains de la fibre  $\theta$  semble attribuable principalement à la croissance de grains recristallisés (en particulier de la classe « Autres ») plutôt qu'à la germination. Bien que l'effet défavorable de la restauration à plus haute température (Rest750\_60 et Rest800\_60) semble impacter plus notablement les grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » (figure 4.30a), les grains de la classe « Autres » restent majoritaires dans la microstructure recristallisée (figure 4.29c). Cela s'explique sans doute par le fait que les grains de la fibre  $\gamma$  sont moins nombreux que ceux de la classe « Autres » à l'état déformé (figure 2.16b).

Pour le niveau de déformation de 1,67 (figure 4.30c), les fractions consommées évoluent très peu avec les pré-traitements de restauration par rapport au cas avec le traitement Rex. L'évolution la plus visible est la diminution de la fraction consommée des grains de la fibre  $\theta$  avec le traitement Rest800\_60. Cette diminution pourrait s'expliquer par le plus faible nombre de grains de la classe « Autres » ayant recristallisés lorsque la restauration est poussée (figure 4.29e).

Pour le niveau de déformation de 0,56, les densités de dislocations et les sousstructures dans les zones non recristallisées ont été analysées comme présenté dans l'annexe D. Cependant, aucun effet clair de la restauration préalable sur le développement des sous-structures dans ces zones n'a été observé.



Figure 4.30 : Evolution de la fraction relative des grains déformés ayant été consommés par la recristallisation pour chaque classe d'orientations en fonction de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) pour respectivement les niveaux de déformation de (a) et (b) 1,00, (c) et (d) 1,67 atteints par laminage.

# **Conclusions intermédiaires**

- La restauration préalable lors d'un palier à une température inférieure à celle du traitement de recristallisation à 950°C affecte plusieurs propriétés de la microstructure recristallisée : la fraction recristallisée, la taille et l'orientation des grains recristallisés ;
- Les effets de la restauration sur la recristallisation dépendent de plusieurs facteurs : le niveau de déformation avant traitement, la température et le temps de restauration préalable ;
- Pour les niveaux de déformation faibles et moyens, une restauration préalable peu poussée (température faible ou temps court) favorise la recristallisation alors qu'une

restauration préalable intense (température élevée ou temps long) défavorise la recristallisation. Ces effets dépendent de l'équilibre entre l'amélioration de l'aptitude des sous-joints à migrer qui favorise la germination et la diminution de l'énergie stockée qui réduit la force motrice de la recristallisation ;

- Lorsque l'effet favorable de la restauration est dominant, la taille des grains recristallisés augmente en raison d'une meilleure aptitude des sous-joints à migrer qui entraîne un temps d'incubation plus court. Lorsque l'effet défavorable de la restauration est dominant, la taille des grains recristallisés diminue en raison de la germination moins étalée dans le temps qui réduit tout avantage de taille possible et de l'énergie stockée plus faible qui ralentit la vitesse de croissance ;
- Pour les niveaux de déformation élevés, la restauration préalable n'a pas d'effet significatif sur la fraction recristallisée quels que soient la température et le temps du traitement. Cependant, la taille des grains recristallisés diminue tout de même en raison de l'amélioration de la germination. La texture de recristallisation est légèrement moins marquée avec un pré-traitement de restauration.

# 4. Conclusions

Dans ce chapitre, plusieurs microstructures de tantale pur déformées à froid ont été traitées thermiquement dans le but d'avoir une meilleure compréhension des évolutions engendrées par la restauration statique. Ce mécanisme a été observé de deux manières : d'une manière directe avec des traitements thermiques de restauration et d'une manière indirecte via ses effets sur la recristallisation.

L'observation directe de la restauration a été réalisée en caractérisant les microstructures restaurées à différentes échelles. D'une part, à l'échelle du polycristal par la réalisation de microduretés et l'estimation de densité de dislocations. D'autre part, à l'échelle des sous-structures de dislocations avec la quantification de la désorientation et de la densité de sous-joints via les paramètres proposés dans le chapitre 2 pour la caractérisation de l'état déformé. A ces deux échelles, l'effet de la restauration n'a cependant pas été observé avec réussite car les grandeurs utilisées n'ont pas montré d'évolutions claires et significatives. Les paramètres proposés pour la description des sous-structures ne sont sans doute pas assez appropriés pour retranscrire la subtilité des effets de la restauration. La prise en compte de l'orientation cristallographique des grains, compte tenu de son importance sur le développement de sous-structures, n'a pas non plus permis d'aboutir à des tendances précises.

La restauration a été observée indirectement avec la réalisation de plusieurs traitements thermiques en deux étapes : un pré-traitement thermique de restauration suivi d'un traitement thermique de recristallisation.

Tout d'abord, les évolutions microstructurales lors de la recristallisation sans restauration préalable ont été analysées. Les tendances observées précédemment dans le chapitre 3 ont été retrouvées. En particulier, la dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés a une nouvelle fois été illustrée par la
recristallisation favorisée des grains de la fibre  $\gamma$ . Cet avantage s'explique par le développement de sous-structures plus important à l'état déformé.

Dans un second temps, il a été observé que la restauration préalable affecte la recristallisation en termes de fraction recristallisée, de taille et d'orientation des grains recristallisés. Ces différents effets varient en fonction du niveau de déformation avant recuit et des conditions de restauration préalable (température et temps).

Pour les échantillons déformés à un niveau de déformation faible et moyen, une restauration préalable peu intense (à une température faible ou pendant un temps court) a un effet favorable sur la recristallisation avec une fraction recristallisée plus élevée. Une restauration préalable plus poussée (à une température supérieure ou pendant un temps plus long) a un effet défavorable sur la recristallisation avec une fraction recristallisée plus faible. Ces deux effets opposés sont le résultat de l'équilibre entre l'amélioration de l'aptitude des sous-joints à migrer, favorisant la germination, et la diminution de l'énergie stockée, défavorisant la recristallisés augmente en raison de l'amélioration et de l'accélération de la germination. A l'inverse, lorsque la restauration a un effet défavorable, la taille des grains recristallisés diminue en raison d'une germination moins étalée dans le temps et de la diminution de l'énergie stockée.

Pour les échantillons déformés à un niveau de déformation élevé, la restauration préalable n'affecte pas significativement la fraction recristallisée quels que soient la température et le temps du traitement. En revanche, elle donne lieu à une microstructure recristallisée avec des grains de tailles plus petites et une texture un peu moins marquée.

## Conclusions et perspectives

Dans le but d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes physiques ayant lieu lors de la déformation plastique et du traitement thermique subséquent, la microstructure dans ses différents états (déformée, restaurée et recristallisée) a été caractérisée. Les caractérisations ont été menées à différentes échelles de la microstructure afin de parvenir à une description pertinente de ses évolutions.

## Synthèse des résultats

La caractérisation de la tôle initiale de tantale pur a mis en évidence les hétérogénéités microstructurales présentes dans son épaisseur. Les différences concernent la taille des grains mais surtout leur orientation cristallographique. Au centre, une fibre  $\gamma$  très intense est observée alors que plus en périphérie la texture est moins marquée avec une intensité modérée de la fibre  $\theta$ . Cette différence de texture initiale a impliqué de considérer ces deux zones de la tôle initiale comme deux états initiaux différents.

Afin d'étudier les évolutions microstructurales lors de la déformation plastique pour chaque cas, l'état initial du centre de la tôle a été déformé par compression et celui plus en périphérie par laminage. Tout d'abord, il a été observé que la texture cristallographique évolue de manière différente entre les deux cas. Pour le cas de la compression, la fibre  $\gamma$  est très intense en raison d'une sollicitation uniaxiale selon une direction parallèle à l'ancienne direction normale de la tôle initiale. Pour le cas du laminage, l'intensité de la fibre  $\gamma$  augmente avec la déformation uniquement au centre de l'échantillon. Dans les zones plus en périphérie, les effets de frottement causent des contraintes de cisaillement qui rendent la texture moins marquée. Par ailleurs, des essais de compression avec un dispositif Channel Die ont permis de mettre en évidence une formation très rapide de la fibre  $\gamma$  dès les premiers stades de la déformation. L'hypothèse d'une corrélation entre la triaxialité des contraintes et l'intensité de la fibre  $\gamma$  a été présumée mais n'a pas été validée par des essais supplémentaires.

Les microstructures déformées ont été ensuite caractérisées quantitativement à différentes échelles. Une première analyse à l'échelle du polycristal a révélé l'influence de l'orientation cristallographique sur la déformation des grains en estimant les densités de dislocations à partir des désorientations intragranulaires. Une hiérarchie de la densité de dislocations  $\bar{\rho}$  par classe d'orientations des grains peut être établie :  $\bar{\rho}_{Fibre \gamma} > \bar{\rho}_{Classe "Autres"} > \bar{\rho}_{Fibre \theta}$ . A cette échelle, aucune différence significative n'est observée entre les cas de la compression et du laminage. Une seconde analyse à l'échelle des sousstructures de dislocations a révélé que l'orientation cristallographique a aussi un impact majeur sur le développement de sous-structures. Un nombre très important de sous-joints est présent dans les grains de la fibre  $\gamma$  alors qu'il est très faible dans ceux de la fibre  $\theta$  même pour des niveaux de déformation élevés ( $\epsilon_{VM} \approx 1,67$ ). Les grains de la classe « Autres » ont un comportement intermédiaire entre les grains de ces deux fibres. Ces observations ont confirmé que la densité de dislocations estimée à l'échelle du polycristal comme unique paramètre pour décrire l'état déformé n'était pas suffisante. En effet, une densité de dislocations élevée n'implique pas forcément un développement de sous-

structures important. Trois paramètres ont été proposés pour décrire le développement de sous-structures : l'angle de désorientation des sous-joints  $\theta_{sj}$ , la densité de sous-joints  $\rho_{sj}$  et le gradient d'orientation. Pour le gradient d'orientation, aucune différence significative n'a été observée entre les différentes classes de grains. Pour les deux autres paramètres, la hiérarchie par classe d'orientations est identique à celle pour la densité de dislocations. Des modèles empiriques ont été proposés pour décrire l'évolution de  $\overline{\theta_{sj}}$  et  $\overline{\rho_{sj}}$  avec la déformation pour chaque classe d'orientations. A cette échelle d'analyse, des différences significatives ont été observées, notamment pour la densité de sous-joints, entre les cas de la compression et du laminage pour les grains de la fibre  $\gamma$ . Ces différences sont attribuées à la différence de texture entre les états initiaux de chaque cas, le comportement des grains de la fibre  $\gamma$  différant si la fibre  $\gamma$  est majoritaire ou non. Par ailleurs, l'influence de l'échelle d'observation sur l'estimation de la densité de dislocations a été analysée. L'analyse a montré que pour estimer une densité de GNDs à partir de données EBSD, il est primordial de choisir un pas de mesure adapté à l'échelle des structures de déformation.

Les conséquences directes des hétérogénéités de l'état déformé sur la recristallisation ont été observées. La recristallisation a lieu préférentiellement dans les régions de la microstructure les plus déformées et varie significativement entre les grains selon leur orientation cristallographique. En particulier, il a été observé que la germination est favorisée dans les grains de la fibre  $\gamma$  en raison du développement de sous-structures plus avancé lors de la déformation. A l'inverse, la recristallisation est plus lente pour les grains déformés de la fibre  $\theta$  et de la classe « Autres » en raison du plus faible ou de l'absence de développement de sous-structures. De plus, les mécanismes de germination semblent être différents entre les grains selon leur orientation. Les germes semblent se former à partir des sous-structures par migration des sous-joints pour les grains de la fibre  $\gamma$  et selon un mécanisme SIBM pour les grains de la fibre  $\theta$ . Cette dépendance de la recristallisation à l'orientation cristallographique des grains déformés donne lieu à une microstructure recristallisée hétérogène en termes de taille de grains et d'orientation cristallographique.

D'autre part, une recristallisation plus rapide des échantillons comprimés par rapport à ceux laminés a été notée. Cette différence a été attribuée aux grains de la fibre  $\gamma$  plus nombreux et présentant un développement de sous-structures plus important pour le cas de la compression par rapport au cas du laminage. Pour analyser ces différences, l'énergie stockée a été estimée à l'échelle du polycristal et à l'échelle des sous-structures avec deux méthodes différentes. La méthode à partir des sous-structures présente l'avantage de rendre compte des fractions recristallisées aux deux échelles. La méthode à partir d'une densité de dislocations est plus sensible à l'effet d'échelle et ne donne des résultats satisfaisants qu'à l'échelle des sous-structures. Cependant, la densité de joints de grains est un autre paramètre à considérer afin de prendre en compte les différences en termes de germination car l'énergie stockée seule ne contrôle pas totalement les cinétiques de recristallisation.

La restauration a été observée de manière directe et caractérisée à l'échelle du polycristal et à l'échelle des sous-structures comme pour la caractérisation de l'état

déformé. Quelques tendances ont été observées mais n'ont pas été assez significatives pour pouvoir développer un modèle. La restauration a également été observée de manière indirecte à travers ses effets sur la recristallisation. Pour ce faire, différents pré-traitements thermiques de restauration suivis d'un traitement thermique de recristallisation ont été réalisés. Deux effets opposés de la restauration sur la recristallisation ont été observés avec des conséquences directes sur la fraction recristallisée, la taille et l'orientation des grains recristallisés :

- Un effet défavorable lié à l'annihilation des dislocations qui diminue la force motrice pour la recristallisation ;
- Un effet favorable, peu reporté dans la littérature, lié à l'amélioration de l'aptitude des sous-joints à migrer qui entraîne un temps d'incubation plus court.

L'équilibre entre ces deux effets conditionne l'effet global de la restauration sur la recristallisation. Cet équilibre varie en fonction du niveau de déformation et des conditions du pré-traitement thermique de restauration (temps et température). L'effet favorable prédomine aux premiers stades de la restauration (faible niveau de déformation ou faible temps ou faible température de traitement) et l'effet défavorable prédomine lorsque la restauration est plus poussée. De plus, il a été observé que l'équilibre entre ces trois paramètres diffère selon la classe d'orientations des grains, le degré de formation des sousjoints après la déformation plastique dépendant fortement de ce facteur.

## Perspectives

#### Caractérisation de l'état déformé

Afin d'avoir des modèles d'évolution des sous-structures avec la déformation plus précis, la caractérisation de microstructures déformées à des niveaux de déformation supérieurs à ceux étudiés dans ce travail serait nécessaire. Cela concerne en particulier le cas de l'état initial du centre de la tôle avec la fibre  $\gamma$  très intense. Pour ce faire, le développement d'une nouvelle géométrie de pion double-cône est envisageable. Une autre solution envisageable, plus simple à réaliser, serait de déformer cet état initial par laminage. Cela permettrait en outre d'étudier l'influence du mode de déformation en comparant avec la compression.

L'influence du mode de déformation sur l'évolution des orientations cristallographiques des grains a été mise en évidence dans le chapitre 2. Une possible corrélation entre le paramètre de triaxialité des contraintes et la fraction surfacique des grains de la fibre  $\gamma$  a été discutée. D'autres modes de déformation afin d'avoir une plage de valeurs de triaxialité des contraintes plus grande pourraient confirmer ou infirmer cette corrélation.

Afin d'enrichir la connaissance des mécanismes ayant lieu lors de la déformation plastique du tantale, la microstructure pourrait être déformée par des modes de déformation plus complexes, par torsion par exemple. Dans ce cas, l'étude de l'influence de l'orientation cristallographique nécessiterait de modifier la direction de référence pour les classes d'orientations, en prenant par exemple l'axe de torsion comme nouvelle direction de référence. Le comportement mécanique du tantale dépendant fortement de la vitesse de déformation, la sensibilité des paramètres proposés pour la description des sous-structures à la vitesse de déformation devra être également examinée.

#### Etude de la restauration et de la recristallisation

Lors de l'observation des effets de la restauration préalable sur la recristallisation, l'influence du temps de restauration préalable a été étudiée pour une seule température (750°C). Des études supplémentaires à d'autres températures seraient à réaliser afin de compléter la comparaison avec l'influence de la température de restauration préalable. En effet, il existe une limite dans l'espace ( $\theta_{sj}$ ,  $\rho_{sj}$ , temps, température) permettant de délimiter les zones dans lesquelles la restauration a un effet favorable ou défavorable sur la recristallisation.

L'observation des effets de la restauration sur la recristallisation a montré les limites d'une caractérisation directe de la restauration par EBSD car les paramètres utilisés (densités de dislocations, désorientation et densité de sous-joints) n'évoluent pas de manière significative. Un suivi par calorimétrie de l'énergie stockée lors de la restauration pourrait permettre de connaître tout d'abord l'ordre de grandeur des évolutions qui ont lieu. Dans un deuxième temps, la comparaison de cette valeur à une énergie stockée évaluée par microscopie permettrait de savoir approximativement l'importance à attribuer aux SSDs non détectées par EBSD. En effet, l'inconvénient majeur est que lorsque deux méthodes différentes sont utilisées pour quantifier les mêmes grandeurs des précautions sont à prendre.

L'effet favorable de la restauration est lié principalement à la meilleure aptitude des sous-joints à migrer grâce à des parois de dislocations plus fines et moins d'enchevêtrements de dislocations. Cependant, cette propriété n'est pas mesurable directement. Un moyen indirect d'évaluer cette propriété pourrait être de mesurer des temps d'incubation. Un plan d'expériences possible pourrait être d'étudier l'évolution du nombre de germes ou de grains recristallisés dans différents échantillons au cours d'un traitement de recristallisation précédé de différents traitements de restauration. Bien qu'il soit difficile de dissocier l'effet de la germination de celui de la croissance, les statistiques des évolutions du nombre de germes avec le temps devraient être un bon indicateur des différences de temps d'incubation entre les échantillons et entre les différentes classes de grains.

#### Modélisation ultérieure en champ moyen

Les modèles en champ moyen sont des modèles dans lesquels la microstructure est représentée implicitement par un ensemble de grains représentatifs décrits par des variables internes. Les travaux de cette thèse pourront servir de base pour l'enrichissement du modèle en champ moyen de la restauration et de la recristallisation du tantale pur déformé à froid.

Les résultats obtenus dans le chapitre 2 ont mis en évidence les fortes différences de développement de sous-structures liées à l'orientation cristallographique des grains. L'orientation d'un grain après la déformation étant héritée de son orientation initiale, la texture de l'état initial est un paramètre qui doit inévitablement être pris en compte.

La description de l'état déformé nécessitera donc tout d'abord de diviser la microstructure en trois classes de grains. Ensuite, pour chaque classe d'orientations, trois paramètres serviront de variables internes :  $\bar{\rho}$ ,  $\overline{\theta_{s_1}}$  et  $\overline{\rho_{s_1}}$ .

Pour la partie restauration, des modèles prenant en compte les effets favorable et défavorable sur la recristallisation pourraient être développés. L'effet favorable pourrait se traduire par une diminution du temps d'incubation des germes. L'effet défavorable pourrait se traduire par une diminution de l'énergie stockée. Cette diminution pourrait être décrite par un modèle empirique fonction du temps et de la température. Il pourrait être envisageable de ne considérer l'effet favorable que dans les classes de grains formant des sous-structures.

Pour la partie germination, la modélisation ne sera pas identique pour tous les grains car la recristallisation se déroule très différemment selon la classe d'orientations des grains. Dans le cas présent, pour les grains de la fibre  $\gamma$ , la recristallisation est très rapide et les germes semblent principalement se former à partir des sous-structures préexistantes par la migration des sous-joints. Pour les grains de la fibre  $\theta$ , la recristallisation est plus lente et les germes semblent principalement se développer selon un mécanisme SIBM. Pour les grains de la classe « Autres », il peut être présumé un comportement en recristallisation intermédiaire entre ces deux cas en raison d'un développement de sous-structures médian lors de la déformation.

Pour le cas de la germination par SIBM, les deux facteurs dominants sont la force motrice, pouvant être quantifiée par la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains et la densité de joints de grains, pouvant être quantifiée par la taille des grains. La loi de germination pourra donc s'écrire sous la forme :

- Grains de la fibre  $\theta$  :

$$V_{germination\ fibre\ \theta} = f(\overline{E}, \overline{R}, T)$$

Où  $V_{germination}$  est la vitesse de germination (densité de germes par unité de temps),  $\overline{E}$  est l'énergie stockée,  $\overline{R}$  est le rayon du grain et T est la température.

Pour le cas de la germination à partir des sous-structures de dislocations, le déclenchement de la germination par des valeurs critiques de  $\overline{\theta_{sj}}$  et de  $\overline{\rho_{sj}}$  peut être considéré. La loi de germination pourra donc s'écrire sous la forme :

- Grains de la fibre  $\gamma$  :

$$W_{germination\ fibre\ \gamma} = f(\theta_{sJ}, \overline{\rho_{sJ}}, T)$$

Pour les grains de la classe « Autres », le comportement en recristallisation étant intermédiaire, une combinaison des deux mécanismes de germination peut être considérée. La loi de germination pourra donc s'écrire sous la forme :

- Grains de la classe « Autres » :

 $V_{germination "Autres"} = f V_{germination fibre \theta} + (1 - f) V_{germination fibre \gamma}$ 

Où f est un paramètre de pondération. Le modèle devra être calibré de sorte à avoir  $V_{germination\,fibre\,\theta} \ll V_{germination\,fibre\,\gamma}$ .

Pour la partie migration de joints de grains, la force motrice sera proportionnelle à l'énergie stockée et à l'énergie capillaire. Comme détaillé dans la section 2.3 du chapitre 3, l'énergie stockée peut être estimée à partir des sous-structures et/ou de la densité de dislocations selon l'échelle d'observation. Ainsi, la force motrice pour chaque classe d'orientations s'écrira sous la forme :

 $F_{motrice} = f(\overline{E}, \overline{R})$ 



## Annexe A : Protocole de préparation métallographique pour des échantillons de tantale pur

Le tantale étant un matériau assez ductile, son polissage peut s'avérer compliqué. Le protocole établi par Kerisit lors de sa thèse (Kerisit, 2012) n'a pas fonctionné sur les échantillons testés (problème de facettes et d'incrustations à cause de la solution diamantée). Il a donc été modifié avec des paramètres différents et le nouveau protocole permet d'obtenir des résultats satisfaisants. Il se déroule selon l'ordre ci-dessous :

- Découpe de l'échantillon à la micro-tronçonneuse ou à la scie à fil.
- Enrobage à chaud avec résine phénolique à une température maximale de 180°C.
- Polissage mécanique avec papiers SiC (600, 1200, 2400, 4000) + eau (2/3 papiers par étape et 45s par papier) :
  - Vitesse plateau : + 240 tr/min
  - Vitesse tête : + 120 tr/min
  - Charge par échantillon : 0,6 daN
- Polissage mécanique/chimique avec une solution de silice colloïdale OPS, 20 nm de diamètre (cycle de 5 min suivi d'un rinçage final à l'eau pendant quelques minutes avec charge quasi-nulle) :
  - Vitesse plateau : + 120 tr/min
  - Vitesse tête : 120 tr/min
  - Charge par échantillon : 0,3 daN

Autant de cycles que nécessaire (minimum 2) jusqu'à ce que les grains soient visibles en microscopie optique.

- Attaque chimique de 25% HF – 75% HNO<sub>3</sub> pendant 30s pour mieux faire apparaître les grains.

## Annexe B : Evolution du développement de la fibre $\gamma$ lors d'une déformation Channel Die

Dans la littérature, la triaxialité des contraintes est le plus souvent étudiée lors de travaux portant sur les problématiques d'endommagement et de rupture des matériaux plutôt que sur les évolutions de texture. Dans une étude sur l'influence de l'anisotropie plastique sur la déformation d'alliages de magnésium (Selvarajou et al., 2017), à l'aide de simulations éléments finis de plasticité cristalline, il a été reporté un effet possible de la triaxialité sur la texture. Différentes géométries d'éprouvette entaillée ont été utilisées pour atteindre différents niveaux de triaxialité. Les résultats montrent qu'une triaxialité plus importante (positive car les éprouvettes sont sollicitées en traction) réduit la texture causée par la déformation.

Lors d'une déformation Channel Die, une nouvelle fibre  $\gamma$  se forme par rapport à une nouvelle direction de sollicitation (DC parallèle à X, X étant une direction inconnue du plan de laminage de la tôle initiale, figure 2.26). Le paramètre de triaxialité des contraintes semble pouvoir expliquer l'évolution de la formation de cette fibre (figure 2.27). Lorsque la triaxialité est au-dessus d'environ -0,6/-0,7, la matière est presque déformée en équibicompression et la fibre  $\gamma$  se forme lors de la déformation. Mais lorsque la triaxialité est inférieure à cette valeur seuil, ce n'est plus le cas et le développement de la fibre  $\gamma$  est interrompu.

Cependant, il n'est pas possible de vérifier cette hypothèse à partir des échantillons déjà déformés car aucune zone assez grande avec une triaxialité supérieure à -0,6/-0,7 n'est présente. Un autre essai mécanique est alors nécessaire pour pouvoir accéder à ces valeurs de triaxialité. La compression de pions cylindriques de diamètre 8 mm et de hauteur 12 mm a été choisie car après déformation trois zones distinctes (Centre, Mi-rayon et Périphérie) présentent des évolutions de triaxialité différentes comme illustré dans la figure B.1. En particulier, à 30% de réduction la triaxialité est supérieure à la valeur seuil potentielle pour les trois zones et à 50% de réduction seule la zone Centre possède une triaxialité inférieure à -0,6/-0,7. Par conséquent, il peut être attendu que la fibre  $\gamma$  continue d'évoluer entre 30% et 50% de réduction pour les zones Mi-Rayon et Périphérie mais que la texture n'évolue que faiblement au-delà de 30% de réduction pour la zone Centre.

Les pions de compression cylindriques sont prélevés dans la tôle initiale selon la même direction que l'échantillon CD\_X, c'est-à-dire avec la direction de compression perpendiculaire à la direction normale de la tôle initiale et de manière centrée par rapport à l'épaisseur de la tôle. Les pions sont ensuite comprimés à des taux de réduction d'environ 30% et 50% à vitesse de traverse constante de 0,1 mm/s. Comme montré dans la figure B.2, après compression les pions présentent de l'anisotropie plastique marquée par la forme elliptique de la surface, d'autant plus importante avec un taux de réduction élevé. Cette anisotropie est vraisemblablement liée à la bande de grains de la fibre  $\gamma$  présente au centre de la tôle initiale. En effet, la direction selon laquelle l'allongement est le plus grand est sensiblement parallèle à celle de l'ancienne bande de fibre  $\gamma$ . Cette déformation plus importante peut être due à la taille plus élevée des grains de la fibre  $\gamma$  à l'état initial (section

2.1 du chapitre 1, figure 1.9) et probablement aussi à leur orientation cristallographique par rapport à la direction de compression. Pour vérifier que cette anisotropie n'était pas causée par un quelconque biais lié à la machine de compression, chaque essai pour chaque taux de réduction a été doublé en tournant de 90° le pion autour de la direction de compression. Des résultats similaires ont alors été obtenus. Chaque pion a été coupé dans le plan DC-DR contenant l'ancienne bande de fibre  $\gamma$  afin de comparer les évolutions à partir du même état initial. Une cartographie EBSD a été acquise pour les zones Centre, Mi-Rayon et Périphérie de chaque pion comme présenté dans la figure B.3.



Figure B.1 : Evolution de la triaxialité lors de la compression de pions cylindriques en fonction du taux de réduction. Les rectangles noirs, bleus et verts correspondent respectivement aux zones Centre, Mi-rayon et Périphérie et leur taille correspond à la surface standard d'une cartographie EBSD (figure 2.13 par exemple). R correspond au taux de réduction (en %).



Figure B.2 : Images obtenues par microscopie binoculaire des pions cylindriques comprimés à des taux de réduction d'environ 30% et 50%. Le trait bleu vertical correspond à la direction normale de la tôle initiale, i.e. l'ancienne bande de grains de la fibre  $\gamma$  est horizontale. R correspond au taux de réduction (en %).



Figure B.3 : Cartographies EBSD des orientations cristallographiques acquises sur les pions cylindriques comprimés à des taux de réduction d'environ 30% et 50% au niveau des zones (a) et (b) Centre, (c) et (d) Mi-rayon, (e) et (f) Périphérie (code de couleur défini selon la projection de la direction de compression DC dans le triangle standard). Les traits noirs représentent les joints de grains définis par un angle de désorientation supérieur à 10°. R correspond au taux de réduction (en %).

Le niveau de déformation variant le long du rayon du pion pour chaque taux de réduction, les évolutions respectives des orientations de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » sont détaillées quantitativement en fonction du niveau de déformation et de la zone examinée dans la figure B.4. Comme précédemment avec les essais Channel Die (figure 2.25), une fibre  $\gamma$  se développe par rapport à la nouvelle direction de compression et l'intensité de cette fibre augmente avec le taux de réduction pour les trois zones. En particulier, malgré une triaxialité qui diminue en dessous de -0,6 pour la zone Centre après 30% de réduction, la fibre  $\gamma$  continue de se développer. Par conséquent, l'hypothèse d'une valeur seuil de triaxialité en dessous de laquelle la texture n'évolue plus ne semble pas vérifiée dans le cas présent. En raison de la bande de fibre  $\gamma$  au centre des échantillons, il est fort probable également que les valeurs de triaxialité obtenues par simulation numérique ne sont pas très précises ce qui pourrait expliquer l'invalidation de l'hypothèse. L'utilisation d'un matériau présentant un état initial moins texturé pourrait sans doute apporter des informations complémentaires sur l'influence de la triaxialité.



Figure B.4 : Evolution de la fraction surfacique des grains de la fibre  $\theta$ , de la fibre  $\gamma$  et de la classe « Autres » en fonction du niveau de déformation et de la zone examinée sur les pions cylindriques comprimés à des taux de réduction d'environ 30% et 50%.

Annexe C : Micrographies obtenues par ECCI sur les échantillons laminés ( $\epsilon_{VM} \approx 1,67$ ) après traitement thermique de restauration (750°C-2h)



Figure C.1 : Micrographies obtenues par ECCI à l'intérieur de grains de (a) la fibre  $\gamma$ , (b) la fibre  $\theta$  et (c) la classe « Autres » dans la microstructure laminée à froid à un niveau de déformation de 1,67 puis traitée thermiquement (750°C-2h) (la direction de laminage est horizontale).

## Annexe D: Caractérisation des zones non recristallisées des échantillons soumis aux traitements thermiques « Restauration + Recristallisation » ( $\epsilon_{VM} \approx 0,56$ )

Les fractions recristallisées étant faibles pour le niveau de déformation de 0,56 après les traitements thermiques « Restauration + Recristallisation » (figure 4.26), la caractérisation des zones non recristallisées peut apporter des informations complémentaires à propos de l'effet de la restauration sur les sous-structures. Néanmoins, il est nécessaire de remarquer que les résultats obtenus avec ce type d'analyse sont biaisés. En effet, comme les zones qui recristallisent sont celles avec le plus de dislocations, les zones analysées sur l'état déformé et celles sur l'état recristallisé diffèrent. Dès lors, les résultats obtenus en comparant les deux états ne sont pas représentatifs uniquement de l'effet de la restauration mais également de l'échantillonnage.

Les grains non recristallisés ont été analysés à l'échelle du polycristal par la densité de dislocations  $\rho_{EBSD}$  et à l'échelle intragranulaire par la densité et l'angle de désorientation des sous-joints, respectivement  $\rho_{sj}$  et  $\theta_{sj}$ . Le nombre de grains examinés et la surface totale observée par EBSD pour l'analyse intragranulaire sont résumés dans le tableau D.1. L'évolution de la valeur moyenne de ces trois paramètres est présentée en fonction de la température et du temps de restauration préalable dans la figure D.1. L'interprétation des résultats pour l'effet de la température et celui du temps étant assez similaire, seuls ceux pour l'effet de la température sont discutés dans la suite.

Avec le traitement thermique Rex, la recristallisation se produisant dans les grains les plus déformés, il est normal d'observer que la densité de dislocations dans les grains non recristallisés est inférieure à celle de l'état déformé (figure D.1a). De plus, la densité de sous-joints diminue par rapport à l'état déformé (figure D.1c). Cette diminution s'explique vraisemblablement par la consommation d'une partie des sous-joints pour la germination, en particulier ceux pour lesquels la désorientation est suffisamment élevée. Cela peut expliquer en outre la légère diminution de la valeur moyenne de  $\theta_{sj}$  (figure D.1e).

Lorsque la restauration favorise la recristallisation avec le traitement Rest700\_60, la densité de dislocations dans les grains non recristallisés reste assez similaire (figure D.1a) alors que les sous-joints rémanents sont eux moins nombreux (figure D.1c) et leur désorientation plus faible (figure D.1e). Lors de la restauration, la diminution de l'énergie stockée est principalement causée par la diminution de la densité de dislocations ne formant pas de sous-joints. Dès lors, il est cohérent d'observer que la valeur moyenne de  $\rho_{EBSD}$  diminue pour les grains de la fibre  $\theta$  formant très peu de sous-joints alors qu'elle reste relativement stable pour les autres grains.

Avec les traitements Rest750\_60 et Rest800\_60, la densité de dislocations et la désorientation des sous-joints dans les grains non recristallisés sont supérieures par rapport au cas précédent (Rest700\_60). Comme les fractions recristallisées avec ces deux traitements sont plus faibles par rapport au cas précédent, cela implique nécessairement que des zones avec plus de dislocations ont été analysées ce qui peut expliquer les valeurs



supérieures. Malgré ces tendances, il est difficile de tirer des conclusions claires quant à l'effet de la restauration préalable sur le développement des sous-structures.

Figure D.1 : Evolutions des valeurs moyennes de (a) et (b)  $\rho_{EBSD}$ , (c) et (d)  $\rho_{sj}$ , (e) et (f)  $\theta_{sj}$  dans les grains non recristallisés pour chaque classe d'orientations en fonction respectivement de la température de restauration préalable (traitement d'1h) et du temps de restauration préalable (traitement à 750°C) (niveau de déformation initial atteint par laminage de 0,56).

Tableau D.1 : Nombre de grains non recristallisés examinés et surface totale observée par EBSD pour l'observation à l'échelle des sous-structures de dislocations (niveau de déformation initial atteint par laminage de 0,56).

Traitement thermique	Classe d'orientations	Nombre de	Surface totale
		grains	observée par
		examinés	EBSD ( $\mu m^2$ )
Rex	Fibre θ	3	5205
	Fibre y	6	12594
	Classe « Autres »	4	5730
Rest700-60	Fibre θ	3	5472
	Fibre γ	5	9794
	Classe « Autres »	3	4935
Rest750-60	Fibre θ	3	5930
	Fibre y	5	9083
	Classe « Autres »	3	5384
Rest800-60	Fibre θ	3	5774
	Fibre γ	6	12507
	Classe « Autres »	3	5821
Rest750-15	Fibre θ	3	5245
	Fibre y	5	9245
	Classe « Autres »	3	5686
Rest750-240	Fibre y	6	11979

# Communications issues de cette thèse

### Présentation orale en conférence :

- J. Baton, C. Moussa, W. Geslin et N. Bozzolo. Dislocation substructures in cold deformed pure tantalum. *Recrystallization and Grain Growth 2019*, Ghent, Belgique, 4-9 août 2019.

#### Articles dans des journaux avec comité de lecture :

- J. Baton, W. Geslin et C. Moussa (2021). Orientation and deformation conditions dependence of dislocation substructures in cold deformed pure tantalum. *Materials Characterization*, 171, 1-17.
- J. Baton, W. Geslin et C. Moussa. Impact de la microstructure déformée sur la restauration et la recristallisation du tantale pur. Revue *chocs* du CEA. En cours de révision.
- J. Baton, W. Geslin et C. Moussa. Influence of pre-recovery on the recrystallization of pure tantalum. *Journal of Materials Science*. En cours de révision.

## Références bibliographiques

S. R. Ahl, H. Simons, C. Detlefs, D. Juul Jensen et H. F. Poulsen (2020). Subgrain dynamics during recovery of partly recrystallized aluminum. *Acta Materialia*, 185, 142-148.

N. G. S. Almeida, P. H. R. Pereira, C. G. de Faria, M. T. P. Aguilar et P. R. Cetlin (2020a). Mechanical behavior and microstructures of aluminum processed by low strain amplitude multi-directional confined forging. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 3190-3197.

N. G. S. Almeida, P. M. A. Stemler, C. G. de Faria, P. H. R. Pereira, M. T. P. Aguilar et P. R. Cetlin (2020b). Hardness, Microstructure and Strain Distributions in Commercial Purity Aluminum Processed by Multi Directional Forging (MDF). *Materials Research*, 23(4), 1-12.

S. Amir H. Motaman et U. Prahl (2019). Microstructural constitutive model for polycrystal viscoplasticity in cold and warm regimes based on continuum dislocation dynamics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 122, 205-243.

H. W. Ånes, A. T. J. van Helvoort et K. Marthinsen (2019). In-situ observations of dislocation recovery and low angle boundary formation in deformed aluminium. *Journal of Physics: Conference Series*, 1270, 1-6.

H. O. Asbeck et H. Mecking (1978). Influence of friction and geometry of deformation on texture inhomogeneities during rolling of Cu single crystals as an example. *Materials Science and Engineering*, 34(2), 111-119.

M. F. Ashby (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 21(170), 399-424.

F. Bachmann, R. Hielscher et H. Schaeben (2010). Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Texture and Anisotropy of Polycrystals III*, 160, 63-68.

A. Baczmanski, K. Wierzbanowski, A. Benmarouane, A. Lodini, P. Lipiński et B. Bacroix (2007). Stored Energy and Recrystallization Process. *THERMEC 2006*, 539, 3335-3340.

T. Baudin (2010). Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages*, TIB343DUO(m4138).

B. Bay, N. Hansen, D. A. Hughes et D. Kuhlmann-Wilsdorf (1992). Overview no. 96 evolution of f.c.c. Deformation structures in polyslip. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(2), 205-219.

P. P. Bhattacharjee, M. Joshi, V. P. Chaudhary et M. Zaid (2013). The effect of starting grain size on the evolution of microstructure and texture in nickel during processing by cross-rolling. *Materials Characterization*, 76, 21-27.

J. L. Bocos, E. Novillo, M. M. Petite, A. Iza-Mendia et I. Gutiérrez (2003). Aspects of Orientation-Dependent grain growth in extra-low carbon and interstitial-free steels during continuous annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34, 827-839.

S. Bonk, J. Reiser, J. Hoffmann et A. Hoffmann (2016). Cold rolled tungsten (W) plates and foils : Evolution of the microstructure. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 60, 92-98.

A. Borbély, J. H. Driver et T. Ungár (2000). An X-ray method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals; application to cold worked ultra high purity iron. *Acta Materialia*, 48(8), 2005-2016.

Y. J. M. Bréchet et G. Martin (2006). Nucleation problems in metallurgy of the solid state : Recent developments and open questions. *Comptes Rendus Physique*, 7(9-10), 959-976.

Y. J. M. Bréchet, H. S. Zurob et C. R. Hutchinson (2009). On the effect of pre-recovery on subsequent recrystallization. *International Journal of Materials Research*, 100(10), 1446-1448.

T. Brekailo, D. R. Almeida, M. Avalos, R. E. Bolmaro et H. R. Z. Sandim (2019). Protrusions formed during primary recrystallization of cross-rolled coarse-grained niobium. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 85, 1-12.

R. W. Buckman (2000). New applications for tantalum and tantalum alloys. *JOM*, 52(3), 40-41.

H.-J. Bunge (1983). Texture Analysis in Materials Science. Butterworth-Heinemann.

S. Bunkholt, E. Nes et K. Marthinsen (2019). Orientation Independent and Dependent Subgrain Growth during Iso-Thermal Annealing of High-Purity and Commercial Purity Aluminium. *Metals*, 9(10), 1-19.

F. Buy (1996). Étude expérimentale et modélisation du comportement plastique du tantale : Prise en compte de la vitesse de déformation et de l'histoire du chargement [Thèse]. Université Paul Verlaine - Metz.

M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir et D. Raabe (2010). Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering: A*, 527(10), 2738-2746.

W. Q. Cao, A. Godfrey et Q. Liu (2003). EBSP investigation of microstructure and texture evolution during equal channel angular pressing of aluminium. *Materials Science and Engineering:* A, 361(1), 9-14.

S. M. Cardonne, P. Kumar, C. A. Michaluk et H. D. Schwartz (1995). Tantalum and its alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 13(4), 187-194.

Y.-Y. Chao et S. K. Varma (1991). Effect of strain rate on the dislocation cell size at various stress levels during uniaxial tensile testing of electrical conductor aluminum. *Materials Science and Engineering: A*, 131(2), L1-L3.

A. Chapuis et Q. Liu (2018). Effect of strain rate sensitivity in visco-plastic modeling. *International Journal of Solids and Structures*, 152-153, 217-227.

M.-A. Charpagne (2016). *Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65* [Thèse]. Université Paris sciences et lettres.

S. R. Chen et G. T. Gray (1996). Constitutive behavior of tantalum and tantalum-tungsten alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27(10), 2994-3006.

F. Cheval et L. Priester (1989). Effect of strain rate on the dislocation substructure in deformed copper polycrystals. *Scripta Metallurgica*, 23(11), 1871-1876.

S.-H. Choi et Y.-S. Jin (2004). Evaluation of stored energy in cold-rolled steels from EBSD data. *Materials Science and Engineering: A*, 371(1), 149-159.

J. B. Clark, R. K. Garrett, T. L. Jungling et R. I. Asfahani (1992). Influence of transverse rolling on the microstructural and texture development in pure tantalum. *Metallurgical Transactions A*, 23(8), 2183-2191.

J. B. Clark, R. K. Garrett, T. L. Jungling, R. A. Vandermeer et C. L. Vold (1991). Effect of processing variables on texture and texture gradients in tantalum. *Metallurgical Transactions A*, 22(9), 2039-2048.

F. Cruz-Gandarilla, A. M. Salcedo-Garrido, R. E. Bolmaro, T. Baudin, N. S. De Vincentis, M. Avalos, J. G. Cabañas-Moreno et H. F. Mendoza-León (2016). Microstructural evolution and mechanical properties on an ARB processed IF steel studied by X-ray diffraction and EBSD. *Materials Characterization*, 118, 332-339.

B. Decreus, H. S. Zurob, J. Dunlop et Y. J. M. Bréchet (2007). Effect of Low-Temperature Recovery Treatments on Subsequent Recrystallization in Al-2.5%Mg. *Fundamentals of Deformation and Annealing*, 550, 381-386.

R. T. DeHoff (1986). Problem Solving Using Quantitative Stereology. In G. F. Vander Voort (Éd.), *Applied Metallography* (pp. 89-99). Springer US.

C. Deng, S. Liu, X. B. Hao, J. L. Ji, Z. Zhang et Q. Liu (2014a). Orientation dependence of stored energy release and microstructure evolution in cold rolled tantalum. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 46, 24-29.

C. Deng, S. Liu, J. L. Ji, X. B. Hao, Z. Zhang et Q. Liu (2014b). Texture evolution of high purity tantalum under different rolling paths. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(2), 462-469.

S.-Q. Deng, A. Godfrey et W. Liu (2016). Analysis of Stored Energy in Cold-Rolled Copper Using Bulk and Microstructure-Based Techniques. *Acta Metallurgica Sinica* (*English Letters*), 29(4), 313-319.

G. E. Dieter (1988). *Mechanical metallurgy* (SI Metric Edition). McGraw-Hill Book Company.

I. L. Dillamore, H. Katoh et K. Haslam (1974). The Nucleation of Recrystallisation and the Development of Textures in Heavily Compressed Iron-Carbon Alloys. *Texture*, 1, 151-156.

I. L. Dillamore, C. J. E. Smith et T. W. Watson (1967). Oriented Nucleation in the Formation of Annealing Textures in Iron. *Metal Science Journal*, 1(1), 49-54.

R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen et A. D. Rollett (1997). Current issues in recrystallization : A review. *Materials Science and Engineering: A*, 238(2), 219-274.

J. H. Driver (1995). Evolution Structurale en Recristallisation : Problèmes de Germination et de Croissance. *Journal de Physique IV*, 05(C3), C3-19-C3-28.

J. H. Driver, D. Juul Jensen et N. Hansen (1994). Large strain deformation structures in aluminium crystals with rolling texture orientations. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(9), 3105-3114.

B. Dubiel et A. Czyrska-Filemonowicz (2006). Microstructural changes of CM186LC single-crystal superalloy during creep deformation at 750 °C. *Journal of Microscopy*, 224(1), 8-11.

J. W. Edington (1968). Effect of Strain Rate on the Dislocation Substructure in Deformed Niobium Single Crystals. In U. S. Lindholm (Éd.), *Mechanical Behavior of Materials under Dynamic Loads : Symposium Held in San Antonio, Texas, September 6-8, 1967* (pp. 191-240). Springer.

J. W. Edington (1969). The influence of strain rate on the mechanical properties and dislocation substructure in deformed copper single crystals. *The Philosophical Magazine:* A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, 19(162), 1189-1206.

O. Engler (1998). On the influence of orientation pinning on growth selection of recrystallisation. *Acta Materialia*, 46(5), 1555-1568.

R. L. Every et M. Hatherly (1974). Oriented Nucleation in Low-Carbon Steels. *Texture*, 1, 183-194.

H. Fan, S. Liu, C. Deng, X. Wu, L. Cao et Q. Liu (2018). Quantitative analysis : How annealing temperature influences recrystallization texture and grain shape in tantalum. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 72, 244-252.

E. Felder (2005). Dureté des corps et analyse qualitative. *Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages*, TIB531DUO(m4154).

C. Fressengeas, B. Beausir, C. Kerisit, A.-L. Helbert, T. Baudin, F. Brisset, M.-H. Mathon, R. Besnard et N. Bozzolo (2018). On the evaluation of dislocation densities in pure tantalum from EBSD orientation data. *Matériaux & Techniques*, 106(6), 604.

T. Furu, K. Marthinsen et E. Nes (1990). Modelling recrystallisation. *Materials Science and Technology*, 6(11), 1093-1102.

T. Furu, R. Ørsund et E. Nes (1995). Subgrain growth in heavily deformed aluminium— Experimental investigation and modelling treatment. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(6), 2209-2232.

T. M. Gapontseva, M. V. Degtyarev, V. P. Pilyugin, T. I. Chashchukhina, L. M. Voronova et A. M. Patselov (2016). Effect of temperature of HPT deformation and the initial orientation on the structural evolution in single-crystal niobium. *The Physics of Metals and Metallography*, 117(4), 336-347.

J. Gil Sevillano, P. van Houtte et E. Aernoudt (1980). Large strain work hardening and textures. *Progress in Materials Science*, 25(2), 69-134.

A. Godfrey, W. Q. Cao, Q. Liu et N. Hansen (2005). Stored energy, microstructure, and flow stress of deformed metals. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(9), 2371-2378.

A. Godfrey et D. A. Hughes (2000). Scaling of the spacing of deformation induced dislocation boundaries. *Acta Materialia*, 48(8), 1897-1905.

A. Godfrey, O. V. Mishin et T. Yu (2015). Characterization and influence of deformation microstructure heterogeneity on recrystallization. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 89, 1-19.

C. Gu, L. S. Tóth, B. Beausir, T. Williams et C. H. J. Davies (2010). Grain Fragmentation in Equal Channel Angular Pressed Copper. *Materials Science Forum*, 654-656, 1570-1573.

J. Guyon, H. Mansour, N. Gey, M. A. Crimp, S. Chalal et N. Maloufi (2015). Sub-micron resolution selected area electron channeling patterns. *Ultramicroscopy*, 149, 34-44.

L. T. Hansen (2019). *Characterization of Dislocation—Grain Boundary Interactions Through Electron Backscatter Diffraction* [Thèse]. Brigham Young University.

N. Hansen, X. Huang et D. A. Hughes (2001). Microstructural evolution and hardening parameters. *Materials Science and Engineering: A*, 317(1), 3-11.

N. Hansen, X. Huang et G. Winther (2011). Effect of Grain Boundaries and Grain Orientation on Structure and Properties. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(3), 613-625.

N. Hansen et D. A. Hughes (1995). Analysis of large dislocation populations in deformed metals. *Physica Status Solidi (a)*, 149(1), 155-172.

W. He, W. Ma et W. Pantleon (2008). Microstructure of individual grains in cold-rolled aluminium from orientation inhomogeneities resolved by electron backscattering diffraction. *Materials Science and Engineering: A*, 494(1), 21-27.

X. He, L. Liu, T. Zeng et Y. Yao (2020). Micromechanical modeling of work hardening for coupling microstructure evolution, dynamic recovery and recrystallization : Application to high entropy alloys. *International Journal of Mechanical Sciences*, 177, 1-13.

C. M. Hefferan, J. Lind, S. F. Li, U. Lienert, A. D. Rollett et R. M. Suter (2012). Observation of recovery and recrystallization in high-purity aluminum measured with forward modeling analysis of high-energy diffraction microscopy. *Acta Materialia*, 60(10), 4311-4318.

X. Hernot, C. Moussa et O. Bartier (2014). Study of the concept of representative strain and constraint factor introduced by Vickers indentation. *Mechanics of Materials*, 68, 1-14.

R. Hielscher et H. Schaeben (2008). A novel pole figure inversion method : Specification of the MTEX algorithm. *Journal of Applied Crystallography*, 41(6), 1024-1037.

K. G. Hoge et A. K. Mukherjee (1977). The temperature and strain rate dependence of the flow stress of tantalum. *Journal of Materials Science*, 12(8), 1666-1672.

M. Hölscher, D. Raabe et K. Lücke (1991). Rolling and recrystallization textures of bcc steels. *Steel Research*, 62(12), 567-575.

M. Houillon (2009). *Modélisation du procédé de fluotournage du tantale et du traitement thermique associé* [Thèse]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

H. Hu (1962). Direct observations on the annealing of a Si-Fe crystal in the electron microscope. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 224(1), 75-84.

L. Huang, G. Huang, L. Cao, X. Wu, Z. Jia, M. Xia et Q. Liu (2017). Influence of prerecovery on the subsequent recrystallization and mechanical properties of a twin-roll cast Al-Mn alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 682, 63-72.

X. Huang (1998). Grain Orientation Effect on Microstructure in Tensile Strained Copper. *Scripta Materialia*, 38(11), 1697-1703.

X. Huang, A. Borrego et W. Pantleon (2001). Polycrystal deformation and single crystal deformation: Dislocation structure and flow stress in copper. *Materials Science and Engineering: A*, 319-321, 237-241.

X. Huang et N. Hansen (1997). Grain orientation dependence of microstructure in aluminium deformed in tension. *Scripta Materialia*, 37(1), 1-7.

X. Huang et G. Winther (2007). Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence. *Philosophical Magazine*, 87(33), 5189-5214.

Y. Huang et F. J. Humphreys (2000). Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation  $\{110\}$   $\langle 001 \rangle$ . *Acta Materialia*, 48(8), 2017-2030.

D. A. Hughes, D. C. Chrzan, Q. Liu et N. Hansen (1998). Scaling of Misorientation Angle Distributions. *Physical Review Letters*, 81(21), 4664-4667.

D. A. Hughes et N. Hansen (1993). Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains. *Metallurgical Transactions A*, 24(9), 2022-2037.

D. A. Hughes et N. Hansen (1997). High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, 45(9), 3871-3886.

D. A. Hughes et N. Hansen (2000). Microstructure and strength of nickel at large strains. *Acta Materialia*, 48(11), 2985-3004.

D. A. Hughes et N. Hansen (2018). The microstructural origin of work hardening stages. *Acta Materialia*, 148, 374-383.

D. A. Hughes, Q. Liu, D. C. Chrzan et N. Hansen (1997). Scaling of microstructural parameters : Misorientations of deformation induced boundaries. *Acta Materialia*, 45(1), 105-112.

M. Y. Huh, Y. S. Cho et O. Engler (1998). Effect of lubrication on the evolution of microstructure and texture during rolling and recrystallization of copper. *Materials Science and Engineering: A*, 247(1), 152-164.

M. Y. Huh, Y. S. Cho, J.-S. Kim et O. Engler (1999). Effect of lubrication on the evolution of through-thickness texture gradients in cold rolled and recrystallized low carbon steel. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, 90(2), 124-131.

M. Y. Huh, O. Engler et D. Raabe (1995). On the Influence of Cross-Rolling on Shear Band Formation and Texture Evolution in Low Carbon Steel Sheets. *Textures and Microstructures*, 24, 225-237.

D. Hull et D. J. Bacon (2011). *Introduction to Dislocations (Fifth Edition)*. Butterworth-Heinemann.

F. J. Humphreys (1992). A network model for recovery and recrystallisation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(11), 1557-1562.

F. J. Humphreys et M. Hatherly (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena 2nd Edition*. Elsevier.

M. F. Hupalo et H. R. Z. Sandim (2001). The annealing behavior of oligocrystalline tantalum deformed by cold swaging. *Materials Science and Engineering: A*, 318(1), 216-223.

P. J. Hurley et F. J. Humphreys (2003). The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy. *Acta Materialia*, 51(4), 1087-1102.

B. Hutchinson (1992). Nucleation of recrystallisation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(11), 1471-1475.

B. Hutchinson (1999). Deformation microstructures and textures in steels. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 357(1756), 1471-1485.

M. Jafari, M. Jamshidian, S. Ziaei-Rad, D. Raabe et F. Roters (2017). Constitutive modeling of strain induced grain boundary migration via coupling crystal plasticity and phase-field methods. *International Journal of Plasticity*, 99, 19-42.

R. Jamaati, M. R. Toroghinejad, S. Amirkhanlou et H. Edris (2015). On the Achievement of Nanostructured Interstitial Free Steel by Four-Layer Accumulative Roll Bonding Process at Room Temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(9), 4013-4019.

J. Jiang, T. B. Britton et A. J. Wilkinson (2015). The orientation and strain dependence of dislocation structure evolution in monotonically deformed polycrystalline copper. *International Journal of Plasticity*, 69, 102-117.

H. Jin et D. J. Lloyd (2010). The different effects of asymmetric rolling and surface friction on formation of shear texture in aluminium alloy AA5754. *Materials Science and Technology*, 26(6), 754-760.

D. Juul Jensen (1995). Growth rates and misorientation relationships between growing nuclei/grains and the surrounding deformed matrix during recrystallization. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(11), 4117-4129.

D. Juul Jensen, S. S. West, S. Poulsen et S. Schmidt (2012). New 3DXRD Results on Recrystallization and Grain Growth. *Materials Science Forum*, 715-716, 393-398.

D. Juul Jensen et Y. Zhang (2020). Impact of 3D/4D methods on the understanding of recrystallization. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 24(2), 1-9.

R. Kamaladasa et Y. Picard (2010). Basic Principles and Application of Electron Channeling in a Scanning Electron Microscope for Dislocation Analysis. *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education*, 3, 1583-1590.

N. Kamikawa et N. Tsuji (2016). Microstructure and Mechanical Properties of ARB Processed Aluminium with Different Purities. *Materials Transactions*, 57(10), 1720-1728.

J.-Y. Kang, B. Bacroix, H. Réglé, K. H. Oh et H.-C. Lee (2007). Effect of deformation mode and grain orientation on misorientation development in a body-centered cubic steel. *Acta Materialia*, 55(15), 4935-4946.

R. Kapoor et S. Nemat-Nasser (2000). Comparison between high and low strain-rate deformation of tantalum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31(13), 815-823.

R. Kapoor, A. Sarkar, R. Yogi, S. K. Shekhawat, I. Samajdar et J. K. Chakravartty (2013). Softening of Al during multi-axial forging in a channel die. *Materials Science and Engineering: A*, 560, 404-412.

R. Kašpar et J. Pluhař (1975). Recrystallization of Previously Recovered Aluminium. *Metal Science*, 9(1), 104-110.

C. Kerisit (2012). Analyse des mécanismes de recristallisation statique du tantale déformé à froid pour une modélisation en champ moyen [Thèse]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

C. Kerisit, R. E. Logé, S. Jacomet, V. Llorca et N. Bozzolo (2013). EBSD coupled to SEM in situ annealing for assessing recrystallization and grain growth mechanisms in pure tantalum. *Journal of Microscopy*, 250(3), 189-199.

L. A. I. Kestens et H. Pirgazi (2016). Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures. *Materials Science and Technology*, 32(13), 1303-1315.

P. J. Konijnenberg, S. Zaefferer et D. Raabe (2015). Assessment of geometrically necessary dislocation levels derived by 3D EBSD. *Acta Materialia*, 99, 402-414.

E. A. Korznikova, S. Yu. Mironov, A. V. Korznikov, A. P. Zhilyaev et T. G. Langdon (2012). Microstructural evolution and electro-resistivity in HPT nickel. *Materials Science and Engineering: A*, 556, 437-445.

L. P. Kubin et A. Mortensen (2003). Geometrically necessary dislocations and straingradient plasticity : A few critical issues. *Scripta Materialia*, 48(2), 119-125.

D. Kuhlmann-Wilsdorf et N. Hansen (1991). Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25(7), 1557-1562.

K. Lange (1985). Handbook of Metal Forming. Society of Manufacturing Engineers.

H. Lanjewar, S. Naghdy, P. Verleysen et L. A. I. Kestens (2020). Statistical analysis of dislocation substructure in commercially pure aluminum subjected to static and dynamic high pressure torsion. *Materials Characterization*, 160, 1-11.

A. W. Larsen, H. F. Poulsen, L. Margulies, C. Gundlach, Q. Xing, X. Huang et D. Juul Jensen (2005). Nucleation of recrystallization observed in situ in the bulk of a deformed metal. *Scripta Materialia*, 53(5), 553-557.

F. F. Lavrentev (1980). The type of dislocation interaction as the factor determining work hardening. *Materials Science and Engineering*, 46(2), 191-208.

G. M. Le, A. Godfrey, C. S. Hong, X. Huang et G. Winther (2012). Orientation dependence of the deformation microstructure in compressed aluminum. *Scripta Materialia*, 66(6), 359-362.

J. Leclerc (1997). Techniques du vide Introduction. *Techniques de l'ingénieur Technologies du vide*, TIB175DUO(bm4000).

B. L. Li, W. Q. Cao, Q. Liu et W. Liu (2003). Flow stress and microstructure of the cold-rolled IF-steel. *Materials Science and Engineering: A*, 356(1), 37-42.

B. L. Li, A. Godfrey et Q. Liu (2004a). Subdivision of original grains during cold-rolling of interstitial-free steel. *Scripta Materialia*, 50(6), 879-883.

B. L. Li, A. Godfrey, Q. C. Meng, Q. Liu et N. Hansen (2004b). Microstructural evolution of IF-steel during cold rolling. *Acta Materialia*, 52(4), 1069-1081.

J. C. M. Li (1962). Possibility of Subgrain Rotation during Recrystallization. *Journal of Applied Physics*, 33(10), 2958-2965.

J. C. M. Li (1966). *Recrystallization, Grain Growth and Textures*. American Society for Metals.

F. Lin, A. Godfrey et G. Winther (2009). Grain orientation dependence of extended planar dislocation boundaries in rolled aluminium. *Scripta Materialia*, 61(3), 237-240.

N. Lin, S. Liu, Y. Liu, H. Fan, J. Zhu, C. Deng et Q. Liu (2019). Effects of asymmetrical rolling on through-thickness microstructure and texture of body-centered cubic (BCC) tantalum. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 78, 51-60.

Q. Liu et N. Hansen (1995). Geometrically necessary boundaries and incidental dislocation boundaries formed during cold deformation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 32(8), 1289-1295.

Q. Liu, X. Huang, D. J. Lloyd et N. Hansen (2002). Microstructure and strength of commercial purity aluminium (AA 1200) cold-rolled to large strains. *Acta Materialia*, 50(15), 3789-3802.

Q. Liu, D. Juul Jensen et N. Hansen (1998). Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium. *Acta Materialia*, 46(16), 5819-5838.

S. Liu, H. Fan, C. Deng, X. B. Hao, Y. Guo et Q. Liu (2015). Through-thickness texture in clock-rolled tantalum plate. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 48, 194-200.

S. Liu, Y. Liu, L. J. Li, C. Deng, H. Fan, Y. Guo, L. Cao et Q. Liu (2018a). Effects of prerecovery on the recrystallization microstructure and texture of high-purity tantalum. *Journal of Materials Science*, 53(4), 2985-2994.

Y. Liu, S. Liu, C. Deng, H. Fan, X. Yuan et Q. Liu (2018b). Inhomogeneous deformation of {111} grain in cold rolled tantalum. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(11), 2178-2182.

Y. Liu, S. Liu, J. Zhu, C. Deng, H. Fan, L. Cao et Q. Liu (2017). Strain path dependence of microstructure and annealing behavior in high purity tantalum. *Materials Science and Engineering: A*, 707, 518-530.

Y. Liu, C. Lu, H. Wang, A. K. Tieu et B. Liu (2020). Microstructure evolution, lattice rotation retardation and grain orientation fragmentation in commercial purity aluminium deformed by high pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 6642-6654.

V. Malard (2016). *Etude quantitative et qualitative de la microstructure intragranulaire du tantale déformé par compression en Channel Die* [Rapport de stage de fin d'études, Mines ParisTech].

Z. N. Mao, X. H. An, X. Z. Liao et J. T. Wang (2018). Opposite grain size dependence of strain rate sensitivity of copper at low vs high strain rates. *Materials Science and Engineering:* A, 738, 430-438.

A. Martínez-de-Guerenu, F. Arizti, M. Díaz-Fuentes et I. Gutiérrez (2004). Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization. *Acta Materialia*, 52(12), 3657-3664.

M. A. Martorano, H. R. Z. Sandim, M. A. Fortes et A. F. Padilha (2007). Observations of grain boundary protrusions in static recrystallization of high-purity bcc metals. *Scripta Materialia*, 56(10), 903-906.

S. N. Mathaudhu et K. Ted Hartwig (2006). Grain refinement and recrystallization of heavily worked tantalum. *Materials Science and Engineering: A*, 426(1), 128-142.

C. A. Michaluk (2002). Correlating discrete orientation and grain size to the sputter deposition properties of tantalum. *Journal of Electronic Materials*, 31(1), 2-9.

O. V. Mishin, D. Juul Jensen et N. Hansen (2003). Microstructures and boundary populations in materials produced by equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering:* A, 342(1), 320-328.

C. Moussa (2015). *Travaux de post-doctorat réalisés dans la période 01.09.2014-30.08-2015*. Mines ParisTech.

C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard et N. Bozzolo (2015). About quantitative EBSD analysis of deformation and recovery substructures in pure Tantalum. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 89, 1-7.

C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard et N. Bozzolo (2017). Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data. *Ultramicroscopy*, 179, 63-72.

S. Naghdy, P. Verleysen, R. Petrov et L. Kestens (2018). Resolving the geometrically necessary dislocation content in severely deformed aluminum by transmission Kikuchi diffraction. *Materials Characterization*, 140, 225-232.

E. Nes (1995). Recovery revisited. Acta Metallurgica et Materialia, 43(6), 2189-2207.

E. Nes (1997). Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals. *Progress in Materials Science*, 41(3), 129-193.

E. Nes, A. L. Dons et N. Ryum (1982). Substructure Strengthening of Cold Rolled Aluminium Alloys. In R. C. Gifkins (Éd.), *Strength of Metals and Alloys (ICSMA 6)* (pp. 425-430). Pergamon.

J. F. Nye (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2), 153-162.

M. Odnobokova, A. Belyakov et R. Kaibyshev (2015). Development of Nanocrystalline 304L Stainless Steel by Large Strain Cold Working. *Metals*, 5(2), 656-668.

C.-G. Oertel, I. Hünsche, W. Skrotzki, A. Lorich, W. Knabl, J. Resch et Th. Trenkwalder (2010). Influence of cross rolling and heat treatment on texture and forming properties of molybdenum sheets. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28(6), 722-727.

B. Orlans-Joliet, B. Bacroix, F. Montheillet, J. H. Driver et J. J. Jonas (1988). Yield surfaces of b.c.c. Crystals for slip on the  $\{110\}$   $\langle 111 \rangle$  and  $\{112\}$   $\langle 111 \rangle$  systems. *Acta Metallurgica*, 36(5), 1365-1380.

D. Orlov, A. Pougis, R. Lapovok, L. S. Tóth, I. B. Timokhina, P. D. Hodgson, A. Haldar et D. Bhattacharjee (2013). Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using Differential Roll Diameters. Part I: Mechanical Properties and Deformation Textures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(9), 4346-4359.

R. Ørsund et E. Nes (1989). Subgrain growth during annealing of heavily deformed metals. *Scripta Metallurgica*, 23(7), 1187-1192.

W. Pantleon (2001). The evolution of disorientations for several types of boundaries. *Materials Science and Engineering: A*, 319-321, 211-215.

W. Pantleon (2004). Stage IV work-hardening related to disorientations in dislocation structures. *Materials Science and Engineering:* A, 387-389, 257-261.

W. Pantleon (2005a). On the apparent saturation of the average disorientation angle with plastic deformation. *Scripta Materialia*, 53(6), 757-762.

W. Pantleon (2005b). Retrieving orientation correlations in deformation structures from orientation maps. *Materials Science and Technology*, 21(12), 1392-1396.

W. Pantleon (2008). Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58(11), 994-997.

W. Pantleon et N. Hansen (2001). Dislocation boundaries—The distribution function of disorientation angles. *Acta Materialia*, 49(8), 1479-1493.

H. Paul, C. Maurice et J. H. Driver (2010). Microstructure and microtexture evolution during strain path changes of an initially stable Cu single crystal. *Acta Materialia*, 58(8), 2799-2813.

B. Pegel (1968). Stacking Faults on 110 Planes in the B.C.C. Lattice. *Physica Status Solidi* (*b*), 28(2), 603-609.

R. Pokharel, J. Lind, A. K. Kanjarla, R. A. Lebensohn, S. F. Li, P. Kenesei, R. M. Suter et A. D. Rollett (2014). Polycrystal Plasticity: Comparison Between Grain - Scale Observations of Deformation and Simulations. *Annual Review of Condensed Matter Physics*, 5(1), 317-346.

C. Polak (2009). Métallurgie et recyclage du niobium et du tantale. *Techniques de l'ingénieur Métallurgie extractive*, TIB369DUO(m2365).

S. Primig, H. Leitner, W. Knabl, A. Lorich, H. Clemens et R. Stickler (2012a). Influence of the heating rate on the recrystallization behavior of molybdenum. *Materials Science and Engineering: A*, 535, 316-324.

S. Primig, H. Leitner, W. Knabl, A. Lorich et R. Stickler (2012b). Static Recrystallization of Molybdenum After Deformation Below 0.5\*TM (K). *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(12), 4806-4818.

D. Raabe (1995). Simulation of rolling textures of b.c.c. Metals considering grain interactions and crystallographic slip on {110}, {112} and {123} planes. *Materials Science and Engineering: A*, 197(1), 31-37.

D. Raabe (2014). 23 - Recovery and Recrystallization : Phenomena, Physics, Models, Simulation. In D. E. Laughlin et K. Hono (Éds.), *Physical Metallurgy (Fifth Edition)* (pp. 2291-2397). Elsevier.

D. Raabe et K. Lücke (1992). Annealing textures of BCC metals. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(11), 1533-1538.

D. Raabe et K. Lücke (1994). Rolling and Annealing Textures of BCC Metals. *Materials Science Forum*, 157-162, 597-610.

D. Raabe, K. Lücke et G. Gottstein (1993). Texture and microstructure of high purity tantalum. *Journal de Physique IV*, 03(C7), C7-523-C7-526.

D. Raabe, G. Schlenkert, H. Weisshaupt et K. Lücke (1994). Texture and microstructure of rolled and annealed tantalum. *Materials Science and Technology*, 10(4), 299-305.

N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J. A. Szpunar et J. H. Root (1997). Neutron diffraction method for stored energy measurement in interstitial free steel. *Acta Materialia*, 45(6), 2485-2494.

M. M. Rashid, G. T. G. III et S. Nemat-Nasser (1992). Heterogeneous deformations in copper single crystals at high and low strain rates. *Philosophical Magazine A*, 65(3), 707-735.

R. K. Ray, J. J. Jonas et R. E. Hook (1994). Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. *International materials reviews*, 39(4), 129-172.

W. T. Read et W. Shockley (1950). Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review*, 78(3), 275-289.

G. Regazzoni (1983). Comportement et ductilité du cuivre et du tantale purs dans le domaine de vitesse de déformation 1.10-4—3.10+3 s-1 [Thèse]. Institut national polytechnique de Grenoble.

X. Ren, Y. Huang, W. Zhou, L. Zhao, Q. Wang et X. Min (2019). Influence of pre-recovery on recrystallization behavior, microstructure and mechanical properties of twin-roll cast AA6016 sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 764, 1-10.

P. R. Rios, F. Siciliano, H. R. Z. Sandim, R. L. Plaut et A. F. Padilha (2005). Nucleation and growth during recrystallization. *Materials Research*, 8(3), 225-238.

W. L. Roberts (1978). Cold rolling of steel. M. Dekker.

A. Rosen, M. S. Burton et G. V. Smith (1964). Recrystallization of High-Purity Iron. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 230, 205-215.

J. M. Rosenberg et H. R. Piehler (1971). Calculation of the taylor factor and lattice rotations for bcc metals deforming by pencil glide. *Metallurgical Transactions*, 2(1), 257-259.

T. J. Ruggles et D. T. Fullwood (2013). Estimations of bulk geometrically necessary dislocation density using high resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 133, 8-15.

T. J. Ruggles, T. M. Rampton, A. Khosravani et D. T. Fullwood (2016). The effect of length scale on the determination of geometrically necessary dislocations via EBSD continuum dislocation microscopy. *Ultramicroscopy*, 164, 1-10.

N. Ryum (1969). The influence of dislocation arrangement on recrystallization in an Al-Mg-Zn alloy. *Acta Metallurgica*, 17(7), 831-837.

A. Samet-Meziou, A. L. Etter, T. Baudin et R. Penelle (2008). Relation between the deformation sub-structure after rolling or tension and the recrystallization mechanisms of an IF steel. *Materials Science and Engineering: A*, 473(1), 342-354.

H. R. Z. Sandim, J. P. Martins et A. F. Padilha (2001). Orientation effects during grain subdivision and subsequent annealing in coarse-grained tantalum. *Scripta Materialia*, 45(6), 733-738.

H. R. Z. Sandim, J. P. Martins, A. L. Pinto et A. F. Padilha (2005). Recrystallization of oligocrystalline tantalum deformed by cold rolling. *Materials Science and Engineering: A*, 392(1), 209-221.

H. R. Z. Sandim, H. J. McQueen et W. Blum (1999a). Microstructure of cold swaged tantalum at large strains. *Scripta Materialia*, 42(2), 151-156.

H. R. Z. Sandim, A. F. Padilha, V. Randle et W. Blum (1999b). Grain subdivision and recrystallization in oligocrystalline tantalum during cold swaging and subsequent annealing. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 17(6), 431-435.

R. Sandström, B. Lehtinen, E. Hedman, I. Groza et S. Karlsson (1978). Subgrain growth in Al and Al-1% Mn during annealing. *Journal of Materials Science*, 13(6), 1229-1242.

H. Schaeben (1999). The de la Vallée Poussin Standard Orientation Density Function. *Textures and Microstructures*, 33, 365-373.

S. E. Schoenfeld et R. J. Asaro (1996). Through thickness texture gradients in rolled polycrystalline alloys. *International Journal of Mechanical Sciences*, 38(6), 661-683.

B. Selvarajou, S. P. Joshi et A. Amine Benzerga (2017). Effects of texture and triaxiality on the plasticity of magnesium alloys. *Minerals, Metals and Materials Series*, Part F8, 563-569.

A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, J. W. Signorelli et N. Bozzolo (2019). Estimation of geometrically necessary dislocation density from filtered EBSD data by a local linear adaptation of smoothing splines. *Journal of Applied Crystallography*, 52(3), 548-563.

M. Shaarbaf et M. R. Toroghinejad (2008). Nano-grained copper strip produced by accumulative roll bonding process. *Materials Science and Engineering: A*, 473(1), 28-33.

F. Siciliano, W. Monteiro et A. F. Padilha (1995). Comparative study of the recrystallization of pure niobium and a Nb-1 wt.% Zr alloy. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 86(10), 713-718.

C. J. E. Smith et I. L. Dillamore (1970). Subgrain growth in high-purity iron. *Metal Science*, 4(1), 161-167.

R. Srinivasan, G. B. Viswanathan, V. I. Levit et H. L. Fraser (2009). Orientation effect on recovery and recrystallization of cold rolled niobium single crystals. *Materials Science and Engineering:* A, 507(1), 179-189.

H. P. Stüwe, A. F. Padilha et F. Siciliano (2002). Competition between recovery and recrystallization. *Materials Science and Engineering:* A, 333(1), 361-367.

J. Sun, Y. Zhang, A. B. Dahl, K. Conradsen et D. Juul Jensen (2015). Characterization of boundary roughness of two cube grains in partly recrystallized copper. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 89, 1-8.

K. S. Suresh, S. Sinha, A. Chaudhary et S. Suwas (2012). Development of microstructure and texture in Copper during warm accumulative roll bonding. *Materials Characterization*, 70, 74-82.

D. Tabor (1951). The hardness of metals. Oxford University Press.

M. Taheri, H. Weiland et A. Rollett (2006). A method of measuring stored energy macroscopically using statistically stored dislocations in commercial purity aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(1), 19-25.

Y. Takayama et J. A. Szpunar (2004). Stored Energy and Taylor Factor Relation in an Al-Mg-Mn Alloy Sheet Worked by Continuous Cyclic Bending. *Materials Transactions*, 45(7), 2316-2325.

G. I. Taylor (1938). Plastic strain in metals. Journal of the Institute of Metals, 62, 307-324.

W. Truszkowski, J. Krol et B. Major (1980). Inhomogeneity of rolling texture in fcc metals. *Metallurgical Transactions A*, 11(5), 749-758.

W. Truszkowski, J. Krol et B. Major (1982). On Penetration of Shear Texture into the Rolled Aluminum and Copper. *Metallurgical Transactions A*, 13(4), 665-669.

E. E. Underwood (1973). Quantitative Stereology for Microstructural Analysis. In J. L. McCall et W. M. Mueller (Éds.), *Microstructural Analysis : Tools and Techniques* (pp. 35-66). Springer US.

A. Uniwersał, M. Wróbel, K. Wierzbanowski, S. Wroński, M. Wroński, I. Kalemba-Rec, T. Sak et B. Bacroix (2016). Microstructure, texture and mechanical characteristics of asymmetrically rolled polycrystalline copper. *Materials Characterization*, 118, 575-583.

R. A. Vandermeer et W. B. Snyder (1979). Recovery and recrystallization in rolled tantalum single crystals. *Metallurgical Transactions A*, 10(8), 1031-1044.

V. Vitek (1976). Computer simulation of the screw dislocation motion in b. C. C. Metals under the effect of the external shear and uniaxial stresses. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 352(1668), 109-124.

J. L. Walter et E. F. Koch (1963). Substructures and recrystallization of deformed (100)[001]-oriented crystals of high-purity silicon-iron. *Acta Metallurgica*, 11(8), 923-938.

S. Wang, C. Chen, Y. Jia, M. Wang, F. Xia, Z. Li et Z. Wang (2014). The reciprocal relationship of orientation dependence of the dislocation boundaries in body-centered cubic metals and face-centered cubic metals. *Materials Science and Engineering: A*, 619, 107-111.

R. J. Wasilewski (1967). B.C.C. stacking fault energies. Scripta Metallurgica, 1(1), 45-47.

A. Wauthier-Monnin, T. Chauveau, O. Castelnau, H. Réglé et B. Bacroix (2015). The evolution with strain of the stored energy in different texture components of cold-rolled IF steel revealed by high resolution X-ray diffraction. *Materials Characterization*, 104, 31-41.

C. R. Weinberger, B. L. Boyce et C. C. Battaile (2013). Slip planes in bcc transition metals. *International Materials Reviews*, 58(5), 296-314.

A. J. Wilkinson (2001). Deformation Textures. In K. H. J. Buschow, R. W. Cahn, M. C. Flemings, B. Ilschner, E. J. Kramer, S. Mahajan, et P. Veyssière (Éds.), *Encyclopedia of Materials : Science and Technology* (pp. 2022-2026). Elsevier.

A. J. Wilkinson et P. B. Hirsch (1997). Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials. *Micron*, 28(4), 279-308.
A. J. Wilkinson, G. Meaden et D. J. Dingley (2006). High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction. *Materials Science and Technology*, 22(11), 1271-1278.

A. J. Wilkinson et D. Randman (2010). Determination of elastic strain fields and geometrically necessary dislocation distributions near nanoindents using electron back scatter diffraction. *Philosophical Magazine*, 90(9), 1159-1177.

G. Wu, A. Godfrey, G. Winther, D. Juul Jensen et Q. Liu (2011). Evolution of orientations and deformation structures within individual grains in cold rolled columnar grained nickel. *Acta Materialia*, 59(14), 5451-5461.

H. Xing, P. Hu, Y. Zhou, S. Li, Y. Zuo, Q. Cheng, K. Wang, F. Yang, P. Feng et T. Chang (2020). The microstructure and texture evolution of pure molybdenum sheets under various rolling reductions. *Materials Characterization*, 165, 1-10.

Q. Xing, X. Huang et N. Hansen (2006). Recovery of heavily cold-rolled aluminum : Effect of local texture. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(4), 1311-1322.

C. Xu, Y. Zhang, A. Godfrey, G. Wu, W. Liu, J. Z. Tischler, Q. Liu et D. Juul Jensen (2017). Direct observation of nucleation in the bulk of an opaque sample. *Scientific Reports*, 7, 1-7.

A. Yoshida, Y. Miyajima et S. Onaka (2014). Evolution of the spread of crystal orientation with plastic deformation in a cold-rolled Cu single crystal. *Journal of Materials Science*, 49(5), 2013-2017.

T. Yu et N. Hansen (2016). Coarsening kinetics of fine-scale microstructures in deformed materials. *Acta Materialia*, 120, 40-45.

T. Yu, N. Hansen et X. Huang (2011). Recovery by triple junction motion in aluminium deformed to ultrahigh strains. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 467(2135), 3039-3065.

T. Yu, D. A. Hughes, N. Hansen et X. Huang (2015). In situ observation of triple junction motion during recovery of heavily deformed aluminum. *Acta Materialia*, 86, 269-278.

S. Q. Zhang, C. F. Zhang et A. Godfrey (2019). In-situ study of the effect of strain path change on dislocation boundary evolution in commercial purity aluminum. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 580, 1-6.

X. Zhang, Q. Yan, S. Lang, M. Xia et C. Ge (2016). Texture evolution and basic thermalmechanical properties of pure tungsten under various rolling reductions. *Journal of Nuclear Materials*, 468, 339-347.

Y. Zhang, J. D. Budai, J. Z. Tischler, W. Liu, R. Xu, E. R. Homer, A. Godfrey et D. Juul Jensen (2017a). Boundary migration in a 3D deformed microstructure inside an opaque sample. *Scientific Reports*, 7, 1-8.

Y. Zhang, A. Godfrey et D. Juul Jensen (2014). In-Situ Investigation of Local Boundary Migration During Recrystallization. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(6), 2899-2905.

Y. Zhang, O. V. Mishin, N. Kamikawa, A. Godfrey, W. Liu et Q. Liu (2013a). Microstructure and mechanical properties of nickel processed by accumulative roll bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 576, 160-166.

Y. Zhang, T. Yu et O. V. Mishin (2017b). An electron microscopy study of microstructural evolution during in-situ annealing of heavily deformed nickel. *Materials Letters*, 186, 102-104.

Z. Zhang, D. Chen, H. Zhao et S. Liu (2013b). A comparative study of clock rolling and unidirectional rolling on deformation/recrystallization microstructure and texture of high purity tantalum plates. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 41, 453-460.

J. Zhu, S. Liu, Y. Liu, S. Yang, X. Quan, A. Chapuis et L. Qing (2020a). Anomalous Deformation and Recrystallization Phenomenon in {111} Grains in Clock-Rolling Tantalum Sheets. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(1), 104-108.

J. Zhu, S. Liu, D. Long, Y. Liu, N. Lin, X. Yuan et D. Orlov (2020b). Asymmetric cross rolling: A new technique for alleviating orientation-dependent microstructure inhomogeneity in tantalum sheets. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 4566-4577.

J. Zhu, S. Liu, D. Long, D. Orlov et Q. Liu (2020c). Pass number dependence of throughthickness microstructure homogeneity in tantalum sheets under the change of strain path. *Materials Characterization*, 160, 1-18.

L. Zhu, M. Seefeldt et B. Verlinden (2013). Three Nb single crystals processed by equalchannel angular pressing—Part I: Dislocation substructure. *Acta Materialia*, 61(12), 4490-4503.

N. Yu. Zolotorevsky, V. V. Rybin, I. V. Khomskaya, E. A. Ushanova et A. N. Matvienko (2020). Orientation-dependent microstructure development during high-rate shear deformation of copper. *Philosophical Magazine*, 100(11), 1499-1518.

N. Yu. Zolotorevsky, V. V. Rybin, A. N. Matvienko, E. A. Ushanova et S. A. Philippov (2019). Misorientation angle distribution of deformation-induced boundaries provided by their EBSD-based separation from original grain boundaries : Case study of copper deformed by compression. *Materials Characterization*, 147, 184-192.

## RÉSUMÉ

Du fait de sa grande ductilité à température ambiante, le tantale pur est idéal pour la mise en forme à froid de pièces à géométries complexes avec des risques de rupture minimes. L'objectif de cette thèse est de comprendre et proposer une description des mécanismes physiques qui se déroulent lors d'une déformation plastique suivie d'un traitement thermique.

Différents échantillons de tantale pur ont été déformés à froid par compression et laminage. Les microstructures déformées ont été ensuite caractérisées par microscopie électronique à balayage à l'échelle des grains et des sous-structures. Ces caractérisations ont révélé que le développement de sous-structures est fortement influencé par l'orientation cristallographique des grains et également par la texture de l'état initial. En particulier, les grains de la fibre  $\gamma$  forment plus de sous-structures que ceux de la fibre  $\theta$ . Ces différences ne peuvent pas être correctement retranscrites uniquement par les valeurs de densité de dislocations. D'autres paramètres permettant de quantifier les sous-structures ont été proposés et leurs évolutions ont été décrites par des modèles.

La recristallisation est très impactée par la dépendance de l'état déformé à l'orientation cristallographique. La germination est favorisée dans les grains de la fibre y en raison du développement de sous-structures plus important lors de la déformation. Cette hétérogénéité de comportement peut être bien décrite par l'énergie stockée lorsqu'elle est estimée à l'échelle des sous-structures. La restauration a été étudiée de manière directe et indirecte à travers ses effets sur la recristallisation avec différents pré-traitements de restauration. Deux effets opposés sur la recristallisation ont été observés. Un premier effet défavorable est lié à l'annihilation des dislocations, ce qui implique une diminution de la force motrice pour la recristallisation. Un second effet favorable est lié à l'amélioration de l'aptitude à migrer des sous-joints, ce qui favorise la germination. L'effet global de la restauration sur la recristallisation est conditionné par l'équilibre entre ces deux effets. Cet équilibre varie en fonction du niveau de déformation, de l'orientation cristallographique et des conditions du pré-traitement de restauration (temps et température).

## MOTS CLÉS

Tantale, microstructure, structure de dislocations, restauration, recristallisation

## ABSTRACT

Thanks to its high ductility at room temperature, pure tantalum is ideal for the cold forming of parts with complex geometries with minimal rupture risks. This thesis aims at understanding and providing a description of the physical mechanisms taking place during a plastic deformation and then an annealing.

Various samples of pure tantalum were cold deformed by compression and rolling. The deformed microstructures were then characterized by scanning electron microscopy at grain and substructure scales. These characterizations revealed that the substructure development is strongly influenced by the crystallographic orientation of the grains and also by the texture of the initial state. In particular,  $\gamma$ -fiber grains form more substructures than  $\theta$ -fiber grains. These differences cannot be correctly depicted only by dislocation density values. Parameters for the quantification of substructures have been proposed and their evolutions have been described by models.

Recrystallization is greatly impacted by the orientation dependence of the deformed state. Nucleation is promoted in  $\gamma$ -fiber grains due to the more advanced substructure development during deformation. This heterogeneity of behavior can be well described with stored energy estimated at substructure scale. Recovery has been studied directly and indirectly through its effects on recrystallization with various pre-recovery treatments. Two opposite effects on recrystallization were observed. A first non-contributive effect is related to the dislocation annihilation, which involves a decrease in the driving force for recrystallization. A second contributive effect is related to the enhancement of migration ability of subboundaries, which promotes nucleation. The balance between these two effects determines the overall effect of recovery on recrystallization. This balance varies depending on the deformation, the crystallographic orientation and the conditions of the pre-recovery treatment (time and temperature).

## **KEYWORDS**

Tantalum, microstructure, dislocation structure, recovery, recrystallization