

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene

Faculté de Physique



Thèse

Présentée pour l'obtention du grade de : **DOCTORAT**

EN : PHYSIQUE

Spécialité : Physique des Matériaux

par : **Mr. Abd El Yazid KHEREDDINE**

Sujet :

**Caractérisation microstructurale après déformation
plastique sévère d'un alliage à base de Cuivre**

Soutenue publiquement le : 12 Décembre 2013 devant le jury composé de :

Mr. Mahrez DRIR	Professeur à l'USTHB	Président
Mr. Djamel BRADAI	Professeur à l'USTHB	Directeur de thèse
Mr. Abdelhamid ZEGHDAOUI	Professeur à l'ENS Alger	Examinateur
Mme Anne-Laure HELBERT	Maître de Conférences A, HDR LCPEs, à l'U-Paris-Sud, France	Examinatrice
Mr. Mohamed KECHOUANE	Professeur à l'USTHB	Examinateur
Melle Safia ALLEG	Professeur à l'U. Annaba	Examinatrice
Melle Baya ALILI	Professeur à l'USTHB	Invitée

« Il ne faut pas dire que la science est utile parce qu'elle nous permet de construire des machines. Il faut dire : les machines sont utiles parce qu'elles nous permettent de faire de la science. »

Henri Poincaré

Remerciements

Remerciements

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance au Professeur Djamel BRADAI directeur de thèse pour son aide inestimable, pour son sérieux, pour son génie et entrain et surtout pour son esprit d'initiative. Ma très sincère gratitude non seulement pour avoir dirigé la thèse mais aussi pour la confiance qu'il m'a accordée en m'encadrant dans le nouvel axe de recherche (Microstructure, Texture et XDRLPA). Je le remercie également pour son « acharnement » à faire aboutir cette thèse malgré toutes les difficultés.

Je salue l'honneur que m'a fait Monsieur Mahrez DRIR Professeur à l'USTHB, en acceptant de présider le jury de thèse. Je le remercie sincèrement de m'avoir consacré de son précieux temps malgré ses charges immenses.

Mmes Safia ALLEG de l'Université Badji-Mokhtar de Annaba et Anne-Laure HELBERT, Maître de Conférences à l' Université Paris- Sur, Orsay m'honorent en acceptant de faire partie du jury de ce travail.

Que Messieurs les honorables Professeurs Abdel Hamid ZEGHDAOUI de l'Ecole Normale Supérieure de Kouba et Mohamed KECHOUANE de l'USTHB, acceptent mes chaleureux remerciements et considération d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je tiens à remercier Mr. Hacem HADJ LARBI de la société CLAL-France pour avoir accepté de nous fournir très gracieusement l'alliage de base de l'étude (SICLANIC S).

Mes vifs remerciements vont aussi au Professeur Emerite T G. Langdon du Departments of Aerospace & Mechanical Engineering and Materials Science, University of Southern California, Los Angeles, USA Southern University, ainsi que son assistante Dr. Megumi KAWASAKI pour les hyper déformations par HPT et leur collaboration soutenue.

Je remercie également Dr. Thierry BAUDIN et son équipe (François BRISSET entre autres) pour leurs analyses EBSD et leur fructueuse collaboration.

Je n'oublie pas de remercier les Professeur Pavel ZIEBA et Litynska-Dobrzynska de l'Académie des Sciences de Pologne (Cracovie) en Pologne pour sa précieuse aide et collaboration pour l'étude microscopique en transmission.

Je remercie également Monsieur le Professeur Matteo LEONI de l'Université Trento, Italie pour m'avoir accueilli et initié aux analyses XRDLPA.

Je tiens à rendre un grand hommage au regretté M'Hamed SAFI qui a été mon co-encadreur durant mon magistère et qui a introduit l'analyse XRDLPA au sein de l'équipe.

Merci également à tous les membres du laboratoire LPM en particulier aux membres de l'équipe « Transformations de phases, Microstructure et Texture », Je tiens à remercier, F. HADJ LARBI, K. TIRSATINE, K. ABIB, L. DJEBALA, B. MEHDI pour leur aide précieuse et à tous ceux qui ont participé de loin ou de près à ce travail qu'ils soient ici remerciés.

Un remerciement spécial, je n'oublierai jamais de le signifier aux Professeur Baya ALILI et Dr. Hiba AZZEDDINE pour leur contribution directe dans ce travail sans lesquelles il n'aurait pu voir le jour.

Enfin, je dédie ce travail à mes parents, ma femme et ma fille, mes frères, ma sœur, mon neveu, ma nièce et toute la famille en témoignage de ma profonde affection et mon éternelle reconnaissance pour leur soutien pendant toutes mes études depuis mon premier examen jusqu'au Doctorat.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I NANOSTRUCTURATION PAR DEFORMATION PLASTIQUE INTENSE	
I.1 Introduction	6
I.2 Procédés de déformation plastique intense	7
I.3 Présentation de la technique ECAP	7
I.4 Présentation de la technique ARB	9
I.5 Présentation de la technique HP	10
I.1.1 Principe de la méthode	10
I.1.2 Principe de l'HPT astreint et non-astreint	11
I.1.3 Contrainte engendré par HPT	12
I.1.4 Evolution de la microstructure au cours de l'HPT	14
I.1.5 Paramètres influant dans l'évolution de la microstructure après HPT	14
I.1.6 Potentiel industriel du procédé HPT	15
Références bibliographiques	17
CHAPITRE II METALLURGIE PHYSIQUE DE L'ETAT DEFORME	
II.1 Introduction	19
II.2 Défauts ponctuels	19
II.3 Défauts linéaires	20
II.3.1 Dislocation	20
II.4 Défauts plans (surfacique)	23
II.4.1 Fautes d'empilements	23
II.4.2 Macles	24
II.4.3 Joints de grains	26
II.5 Défauts volumique	27
II.5.1 Précipités	27
II.5.2 Pore, Fissure, Cavité	28
Références bibliographiques	29
CHAPITRE III TEXTURE DANS LES MATERIAUX POLYCRISTALLINS	
III.1 Introduction	31
III.2 Représentation de la texture	31
III.2.1. Représentation à l'aide des angles d'Euler	32

III.2.2. Représentation à l'aide des indices de Miller	34
III.2.3. Représentation des orientations par les figures de pôles	34
III.3 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)	35
III.4. Textures de déformation des matériaux et alliages CFC	37
III.4.1. Texture après déformation plastique par laminage	37
III.5. Texture après déformation plastique sévère par HPT	39
Références bibliographiques	41

CHAPITRE IV : ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X

IV.1 Introduction	43
IV.2 Fondement de l'analyse des profils de raies de diffractions des rayons X	44
IV.2.1 Origine des profils de raies de diffraction des rayons X	44
IV.2.1.1 Diffraction des rayons X et loi de Bragg	44
IV.3. Elargissement des raies de diffraction	45
IV.3.1. Elargissement structural	45
IV.3.2. Elargissement instrumental	
IV.4. Paramètres caractéristiques des profils de raies de diffraction des rayons X	46
IV.4.1. Paramètre de position	46
IV.4.2. Paramètres de forme (dispersion angulaire)	46
IV.4.2.1. Largeur à mi hauteur	47
IV.4.2.2. Largeur intégrale	47
IV.4.2.3. La Variance	47
IV.4.3. Les Coefficients de Fourier	47
IV.5. Représentation analytique du profil de raies de diffraction des rayons X et leurs paramètres associés	47
IV.6. Dépendance angulaire de l'élargissement instrumental	49
IV.7. Convolution et déconvolution	50
IV.8 Méthodes d'analyses des profils des raies de diffraction X	52
IV.8.1 La méthode WPPM (Whole Powder Pattern Modelling)	53
IV.8.2 La méthode de Rietveld	54
Références bibliographiques	56

CHAPITRE V : MATERIAU UTILISE ET TECHNIQUE EXPERIMENTALE

V.1 Présentation de l'alliage étudié	58
V.2 Déformation plastique sévère par HPT	59
V.2.1. Préparation des échantillons	59
V.2.2. Installation HPT et paramètre de déformation	60
V.3. Techniques de caractérisation	61
V.3.1. Caractérisation de la microtexture par EBSD	61
V.3.1.1. Principe	61
V.3.1.2. Instrumentation et procédure	63
V.3.2. Microscope Electronique à Transmission (MET)	63
V.3.2.1 Principe	63
V.3.2.2 Instrumentation et procédure	64
V.3.4. Microdureté Vickers	64
V.3.4.1. Principe	65
V.3.4.2. Instrument et procédure	66
V.3.5. Analyse des profils de diffraction des rayons X	66

CHAPITRE VI : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Partie A : EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE ET TEXTURE APRES DEFORMATION PLASTIQUE SEVERE PAR HPT

VI.A Introduction	69
VI. A.1 Microstructure avant déformation	69
VI. A.2 Evolution de la microstructure après HPT	72
VI. A.3 Evolution de la texture après HPT	84
VI. A.4. Discussion	85

Partie B : EVOLUTION DES DEFAUTS MICRO- STRUCTURAUX APRES DEFORMATION PLASTIQUE SEVERE PAR HPT

Introduction	89
VI.B.1 Analyse des profils des raies de diffraction des rayons X	89
V.B.2 Résultats obtenus par la méthode WPPM	90
VI.B.3 Microstructure observée par MET	94

VI.B.4 Evolution de la microdureté de l'alliage Cu-2.5Ni-0.6Si (% en poids) déformé par HPT	98
Références bibliographiques	103
Conclusion générale	106

PRINCIPALES ABREVIATIONS

ACD	Accumulated Cold Drawing.
ADC	Arbitrarily Defined Cells.
ARB	Accumulative Roll Bonding .
BCC	Body Centred Cubic.
CEC	Cyclic Extrusion Compression.
CCB	Continuous Cyclic Bending.
CFC	Cubique à Face Centrée.
CGP	Constrained Groove Pressing.
CMWP	Convolutional Multiple Whole Profile Fitting.
DC	Direction de Cisaillement.
DL	Direction de laminage parallèle.
DT	Direction Transverse au plan de laminage.
DN	Direction Normale au plan de laminage.
EBS	Electron Back scattering Diffraction.
ECAP	Equal Channel Angular Pressing.
FDOC	Fonction de Distribution des Orientations Cristallines.
FIB	Focalised Ions Beam.
HAGB	High Angle Grain Boundary.
HCP	Hexagonal Close-Packed
HPT	High Pressure Torsion.
LAGB	Low Angle Grain Boundary
MAUD	Microstructure Analysis Using Diffraction.
MDF	Multidirectional Forging.
MEB	Microscopie Electronique à Balayage.
MET	Microscope Electronique à Transmission
MEMS	Micro-Electro-Mechanical Systems.
MRD	Multiple of a Random Distribution.
OIM TM	Orientation Imaging Microscopy.
PC	Plan de Cisaillement.
PPD	Powder Pattern Décomposition.
SPD	Severe Plastic Deformation.
TE	Twist Extrusion.

WPPM	Whole Powder Pattern Modeling
WIMV	Williams - Imhof - Matthies - Vinel.
WPPF	Whole Powder Pattern Fitting.
WPPM	Whole Powder Pattern Modeling.
XRDLPA	X Ray Diffraction Line Profile Analysis
FWHM	Full Width at Half Maximum
UFG	Ultra Fine Grain.

Introduction Générale

Introduction générale

Introduction

Depuis l'avènement de l'industrie moderne, et le besoin de développer des matériaux avec des propriétés spécifiques et répondant à des critères établis, un éventail de techniques ont été développées dans le but d'améliorer leurs propriétés physiques et mécaniques. La plupart de ces techniques se concentrent sur la modification des propriétés microstructurales particulières telle que la densité des dislocations ou la morphologie et orientations des grains. Parmi ces propriétés, la taille des grains est l'un des facteurs les plus critiques qui peuvent être modifiés. La relation bien connue de Hall-Petch montre qu'une réduction de la taille des grains d'un matériau devrait se traduire par une augmentation de sa limite élastique, et donc de sa résistance. Lorsque ces grains ont, une taille nettement inférieure à 1 micron, d'excellentes propriétés mécaniques et physiques apparaissent (à températures élevées, par exemple, un matériau à grains ultra fins peut devenir superplastique). Par conséquent, de nombreuses recherches ont été entreprises durant les dernières années dans le but d'élaborer des matériaux dits « nanostructurés ».

Deux approches ont été développées dans les tentatives de produire des matériaux nanostructurés, l'approche dite « bottom-up » qui consiste à construire le matériau massif atome par atome ou par amas de nanoparticule. Des procédés, telles que la condensation en phase vapeur, l'électrodéposition, la compaction de poudres issues de broyage mécanique, ont la capacité de fournir des tailles des grains exceptionnellement faibles, mais le principal inconvénient de ces méthodes réside dans les dimensions finales très limitées du matériau et dans la difficulté d'obtenir des échantillons totalement denses. La deuxième approche est dite « top-down », elle consiste à affiner la taille de grains d'un matériau massif par déformation plastique sévère, ces procédés généralement appelé SPD (Severe Plastic Deformation) offre l'avantage de fournir des échantillons homogènes, entièrement denses et sans aucune porosité résiduelle. Parmi ces procédés on peut citer l'ARB (Accumulative Roll Bonding), l'ECAP (Equal Channel Angular Pressing) et la HPT (High Pressure Torsion). Même si les moyens techniques de chaque méthode diffèrent le principe reste toujours le même : il s'agit d'imposer une très forte déformation plastique à un échantillon de matériau, sans modifier sensiblement sa géométrie.

Bien que le principe général des techniques SPD sont connu depuis les années 1950, il faut attendre le début des années 1990 pour que ces procédés connaissent un regain d'intérêt (principalement initié par des chercheurs russes) de la communauté scientifique. En outre, ce n'est que dans cette dernière décennie que de nombreux articles documentés et détaillés sur

Introduction générale

les propriétés des matériaux produits par SPD ont commencé à apparaître dans la littérature scientifique grâce au nombre sans cesse croissant de groupes de recherche, de conférences spécialisées et de documents qui mettent l'accent sur les phénomènes liés aux SPD.

Les métaux purs massifs nanostructurés (Cu, Ni, Al, Fe,...) commencent à être bien caractérisés par plusieurs techniques très puissantes.

La majorité des travaux de recherche ont été axés sur les matériaux purs massifs nanostructurés (Cu, Ni, Al, Fe,...), ces derniers sont déjà bien caractérisés et ont montré leur supériorité comparée aux microcristallins. Néanmoins, on sait que ces matériaux sont très rarement utilisés dans les applications industrielles dans leur état pur, mais leurs propriétés sont toujours optimisées par d'autres éléments additifs pour créer des alliages binaires et ternaires, d'où l'intérêt de s'investir dans les alliages, les matériaux multiphasés et les composites.

Les alliages à base de cuivre (comme ceux de la famille Cu-Ni-Si) possèdent une bonne résistance mécanique et conductivité électrique requises dans les domaines de l'industrie électrique et électronique, dans le secteur de la connectique ainsi que dans d'autres domaines (lunetteries, automobile etc.). Ils sont produits et mis en forme par des procédés de traitements thermo mécaniques (laminages-recuits) et traitements de revenu ultérieurs. Très peu de connaissances existent déjà dans la littérature portant les alliages à base de Cuivre en général et la famille Cu-Ni-Si en particulier.

Le présent travail a été entrepris dans le but de caractériser la microstructure et la texture d'un alliage commercial Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) après déformation plastique sévère par HPT (High Pressure Torsion). L'une des motivations de ce travail est de vérifier si le comportement de l'alliage est différent du cuivre pur. Spécifiquement, il n'y a eu qu'une seule étude consacrée à cet alliage pour lequel seulement l'évolution des conductivités et quelques aspects microstructuraux, après déformation par HPT et vieillissement ont été étudiés.

Le présent travail rentre dans le cadre d'un projet CMEP-TASSILI sous le No. 12MDU862 / EGIDE: 26481WM avec le Laboratoire Physico-Chimie de l'Etat Solide (LCPES), de l'Institut de Chimie Moléculaire et Matériaux d'Orsay (ICMMO), Université Paris-Sud. Il a aussi été soutenu avec l'équipe du prof. T.G. Langdon du Departments of Aerospace & Mechanical Engineering and Materials Science, University of Southern California,

Los Angeles, USA, par la National Science Foundation of the United States (financement No. DMR-0855009), et par l'European Research Council (financement No. 267464-SPDMETALS.

Introduction générale

D'une part, l'étude exhaustive de l'évolution de la microstructure et de la texture a été menée en utilisant la technique des électrons rétrodiffusés (EBSD) implémentée sur un microscope électronique à balayage (MEB). La microscopie électronique à balayage a aussi servi à analyser certains aspects microstructuraux.

D'autre part, ce travail apporte une analyse sur la présence des défauts et leurs influences sur la microstructure de notre alliage après hyper-déformation par HPT. Pour cela trois techniques sont utilisées ; l'analyse des profils de raies de diffraction (XRDLPA) est actuellement une technique reconnue pour la caractérisation des matériaux à l'état déformé. Elle nous a permis d'estimer les tailles des domaines cohérents de diffraction et leurs distributions, ainsi que les densités de dislocations et des défauts d'empilement.

Ce manuscrit est divisé en six chapitres pour rendre compte de cette étude.

- Dans le premier, nous présentons un bref aperçu sur les procédés des déformations plastiques sévères leurs avantages et inconvénients en particulier plus de détail sur les caractéristiques de l'HPT qui constitue une partie essentielle de notre étude.
- le second chapitre est consacré à la microstructure de l'état déformé nous définissons les paramètres les plus importants pour la compréhension des mécanismes de déformations tels que les joints de grains et les densités de dislocation.
- Le troisième chapitre nous présentons les notions essentielles qualitatives et quantitatives sur la texture cristallographique des matériaux poly-cristallins.
- Dans le quatrième chapitre nous entamerons la théorie de l'analyse des profils des raies de diffraction X (XRDLPA) en citant les bases nécessaires pour ensuite aborder les différentes méthodes.
- Dans le cinquième chapitre, nous décrivons les techniques expérimentales employées lors de cette étude, les préparations des échantillons et les modes de représentation de la microstructure et de la texture.
- Le dernier chapitre comporte deux parties essentielles et est consacré à la présentation des résultats expérimentaux et leurs discussions. L'une, concerne l'étude de la

Introduction générale

microstructure et de la texture du matériau avant et après déformation par HPT, puis dans l'autre, les évolutions de la microstructure et du taux de dislocations en fonction du nombre de tours de déformation par HPT.

- Enfin, pour conclure cette étude, les principaux résultats ainsi que les perspectives sont énoncés.

CHAPITRE I

NANOSTRUCTURATION PAR

DEFORMATION PLASTIQUE

INTENSE

I.1 Introduction

Depuis une dizaine d'années, l'expression « nano » est sans doute le terme le plus utilisé par la communauté scientifique. Les thématiques « nanomatériaux, nanosystèmes, nanostructures, etc. » sont en pleine expansion.

Dés 1959, le prix Nobel, *Richard P. Feynman* annonça à l'occasion du congrès annuel de l'*American Physical Society*, qu'une nouvelle ère de recherche s'ouvrirait aux scientifiques en évoquant les potentialités de la matière à petite échelle. Les progrès techniques qu'a connus le 21^{ème} siècle, avec la conception d'outils ultra modernes, tel que le microscope à force atomique, permettant de voir jusqu'à l'échelle atomique, a permis de faire de cette prédiction une réalité.

Un nanomatériau est défini comme un matériau composé ou constitué de nano-objets (dont la taille est comprise entre 1 et 100 nm) qui présente des propriétés spécifiques de l'échelle nanométrique [1]. La limite à 100 nm repose sur une observation microstructurale. Dans un matériau massif, c'est à partir de cette taille de grains que la fraction volumique des joints de grains devient non négligeable.

La définition d'un nanomatériau reste cependant relative à la discipline et à l'application impliquée. Il est alors important de définir quelques termes utilisés dans ce manuscrit. Dans ce travail, il sera surtout question de matériaux à grain ultra fins (UFG), ceux-ci sont définis comme des matériaux ayant une microstructure homogène, equiaxes et ayant une taille moyenne des grains inférieurs à 1µm, avec la majorité des joints de grains ayant un grand-angle de désorientation. Ces structures UFG se divisent en matériaux ayant des tailles de grains submicroniques où les grains sont dans la gamme de 0,1 à 1µm et des matériaux nanocristallins vrais où les tailles de grains sont < 100 nm. Il a aussi été démontré dans des travaux ultérieurs [2.3] (c'est aussi le cas dans ce présent travail), que l'analyse aux rayons X révèle souvent que les microstructures UFG avec des tailles de grains submicroniques peuvent contenir en outre des domaines ayant des tailles de l'ordre de 40 à 50 nm, ceux-ci sont associés à des distorsions localisées du réseau cristallin et sous-structure. En conséquence, ces observations ont conduit à l'introduction du terme plus général des matériaux « massif nanostructurés ».

L'intérêt des UFG réside principalement dans leurs propriétés mécaniques exceptionnelles, une super-dureté, une super-résistance, une superplasticité.

I.2 Procédés de déformation plastique intense ou hyper déformation

Le principe de modification ou l'amélioration des propriétés physiques ou mécaniques d'un matériau par déformation plastique est connue de l'homme depuis plusieurs siècles, et la métallurgie peut être considérée comme l'une des plus anciennes sciences appliquées. Les procédés classiques de mise en forme tels que l'extrusion, l'étrépage, le tréfilage et le laminage, ont été utilisés depuis plusieurs années et permettent certes d'obtenir des caractéristiques mécaniques intéressantes, mais présente certain inconvénient majeure ;

- les taux de déformation limités.
- les dimensions du matériau changent à chaque déformation.

Pour se débarrasser de ces restriction, divers procédés spécifiques ont été développés [4, 5]. La plupart de ces procédés sont dérivées des techniques traditionnelles de déformation comme le laminage ou le tréfilage. Par exemple : l'ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [6, 7], le CEC (Cyclic Extrusion Compression) [8] ou le TE (Twist Extrusion) [9] sont des dérivées de l'extrusion. l'ARB (Accumulative Roll Bonding) [10], le CCB (Continuous Cyclic Bending) [11] et le CGP (Constrained Groove Pressing) [12] sont dérivées du laminage, le ACD (Accumulated Cold Drawing) dérivé du tréfilage [13, 14, 15]. D'autres sont plus spécifiques : le MDF (Multidirectional Forging), comme son nom l'indique, consiste à appliquer successivement des charges à l'échantillon selon plusieurs axes, le HPT (High Pressure Torsion) [16, 17]. Actuellement, de nouvelles techniques sont régulièrement proposées [18, 19] avec pour objectif principal la production de pièces à grande échelle avec un procédé industrialisable (production de masse à un coût compétitif).

Les trois techniques les plus connus et les plus étudiées sont l'ECAP, l'ARB et l'HPT, nous passons en revue dans cette section les 03 procédés, en se focalisant sur l'HPT qui constitue une partie centrale de notre étude.

I.3 Présentation de la technique ECAP

Inventé en 1972 par Segal [6], l'extrusion coudée à aires égales (ECAE), où le plus souvent appelé ECAP (Equal Channel Angular Pressing) est l'un des procédés de déformation plastique sévère le plus étudié. Le principe de cette technique consiste à faire passer une billette de forme parallélépipédique ou cylindrique dans une matrice coudé de dimensions fixes, sous l'effet de la pression d'un piston. Une déformation plastique de cisaillement est alors causée dans une petite portion de la billette. L'opération est ensuite répétée une deuxième fois en tournant la billette d'un certain angle par rapport à son axe longitudinal

avant sa réinsertion dans le moule. L'affinement microstructural est obtenu après un nombre de passe dans la matrice généralement compris entre 4 et 20.

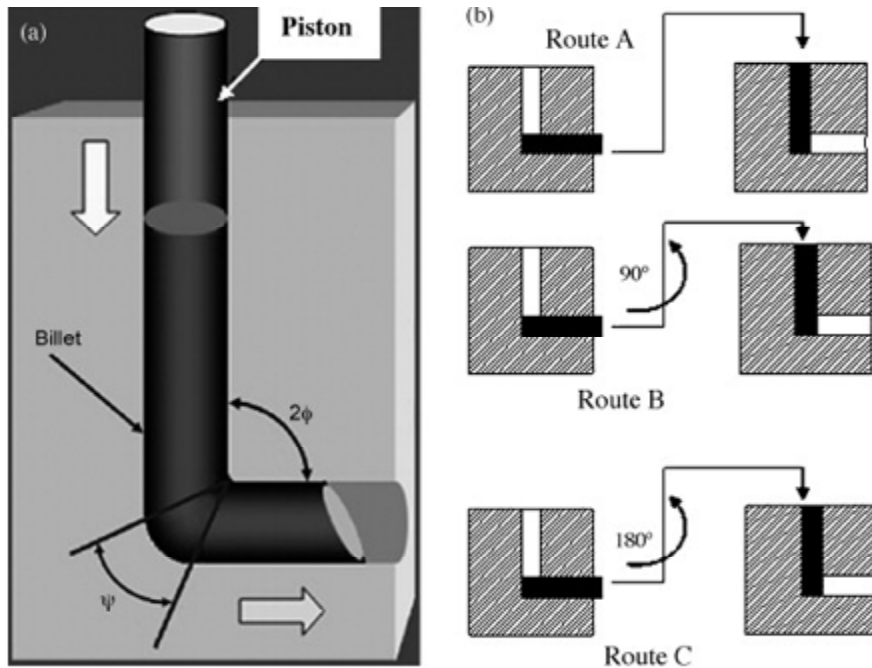


Figure I.1 : Schéma du moule et procédé ECAP ; (a) Définition des angles Φ et Ψ , b) définition des différentes routes du procédé.

La Figure I.1 présente le schéma de principe de procédé ECAP, le coude d'extrusion de la matrice possède deux angles d'intersection l'un interne, noté Φ , l'autre externe, noté Ψ (angle variable, typiquement entre 90° et 120°). La séquence de rotations spécifiques de la billette autour de son axe longitudinal entre deux passes consécutives à travers le moule est appelé route. Celle-ci diffère selon leurs effets sur la microstructure finale produite. Il y a six routes recensées dans la littérature [20] :

- Route A : L'orientation de la billette reste inchangée entre toutes les passes répétitives.
- Route B (ou B_A) : Après chaque passe, la billette est tournée autour de son axe longitudinal d'un angle de 90° alternativement dans le sens des aiguilles d'une montre et dans le sens contraire.
- Route D (ou B_C) : Après chaque passe, la billette est tournée autour de son axe longitudinal d'un angle de 90° dans le sens des aiguilles d'une montre.

Chapitre I : Nanostructuration par déformation plastique intense

- Routes B₃₀, B₄₅ et B₆₀ : Une récente série de routes vient d'être proposée par Salimyanfard et al [23, 24] dans laquelle la bielle est tournée, toujours dans la même direction, d'un angle constant (30°, 45° ou 60°) entre chaque deux passes successives.
- Route C : Après chaque passe, la billette est tournée, dans le même sens, autour de son axe longitudinal d'un angle de 180°.

I.4 Présentation de la technique ARB

Ce procédé a été introduit pour la première fois par Saito et al. [10]. Le principe de l'ARB consiste à déformer par laminage deux plaques préalablement empilées en sandwich. La Figure I.2 présente un schéma du procédé. La première étape consiste à placer deux feuilles l'une sur l'autre. Celles-ci sont ensuite déformées par la technique de laminage classique. Pour améliorer la résistance au frottement les deux plaques sont nettoyées avant l'empilement. Le matériau ainsi obtenu est sectionné en deux et est de nouveau empilé. Les étapes d'empilement et de déformation par laminage peuvent être alors répétées pour un certain nombre de cycle. Théoriquement cette procédure peut être reproduite indéfiniment, de sorte que la déformation plastique appliquée peut atteindre des taux très importants. Néanmoins, en pratique le nombre de cycle est limité à des dizaines de cycles, selon le matériau. En fait, des fissurations apparaissent en surface, celle-ci conduisent à un effritement puis à la cassure du matériau.

La déformation équivalente après n cycles de laminage est exprimée par la fonction suivante :

$$\varepsilon = \frac{\sqrt{3}}{2} \ln(r) , r = 1 - \frac{t}{t_0} = 1 - \frac{1}{2^n} \quad I.1$$

t_0 Est l'épaisseur initiale de l'empilement, t l'épaisseur après laminage et r représente le taux de réduction de l'épaisseur par cycle.

Bien que, les forts taux de déformation (supérieur à ceux obtenus par ECAP) obtenus par ARB permettent d'obtenir des matériaux à grain ultra fin. Le caractère non-continu de la déformation induit un manque de contrôle sur la vitesse de déformation.

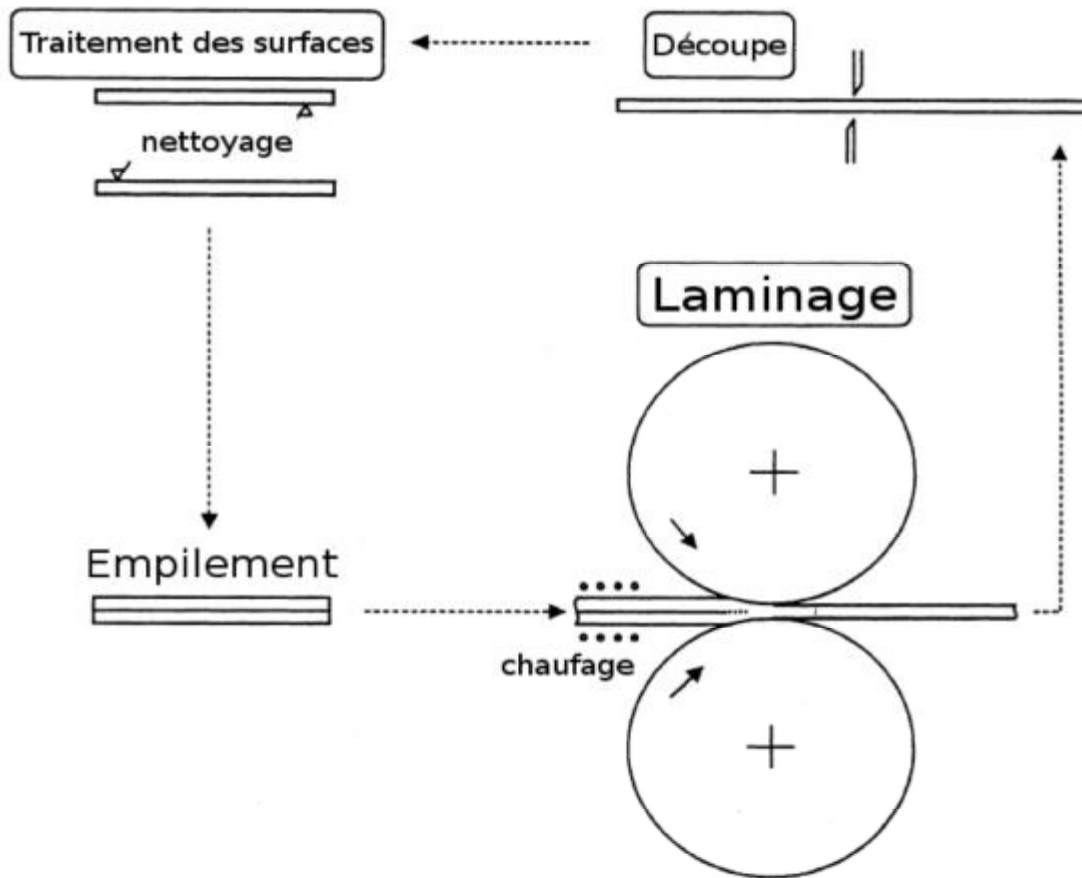


Figure I.2 : Schéma de principe du laminage accumulé ou ARB [10].

I.5 Présentation de la technique HPT

Les bases de cette technique remonte aux années 1943 où Bridgman publie un article dans la revue « *Journal of Applied Physics* » intitulé “*On Torsion Combined with Compression*” [23], ses premiers travaux se sont concentré sur l’effet des hautes pressions sur les solide, qui se sont d’ailleurs concrétisé par un prix Nobel de physique en 1946. Un peu plus tard il décrira plus en détails dans un autre article [24], le concept innovant de la technique HPT.

C’est presque 30 ans plus tard, dans les 1980 que l’HPT dans son aspect moderne est reprise par un groupe de chercheur russes pour l’étude de la déformation sous haute pression de divers matériaux métalliques [25]. Elle a ensuite connu un essor important dans les années 90 puis utilisée pour étudier les mécanismes de nanostructuration par déformation intense dans de nombreux métaux [26, 27].

I.5.1 Principe de la méthode

La figure I.3 illustre le principe de l'HPT, cette technique consiste à placer un échantillon sous la forme d'un disque entre deux enclumes, où une forte pression P de plusieurs giga Pascals est appliquée. Simultanément, l'échantillon subit des forces de frictions causé par la rotation de l'enclume inférieure, ce qui entraîne une déformation en torsion. Le nombre de tours en torsion n'étant à priori pas limité, ce procédé permet d'atteindre des taux de déformation équivalents extrêmement élevés, typiquement jusqu'à $e = 1000$ (i.e. 105 %) [4, 5, 17].

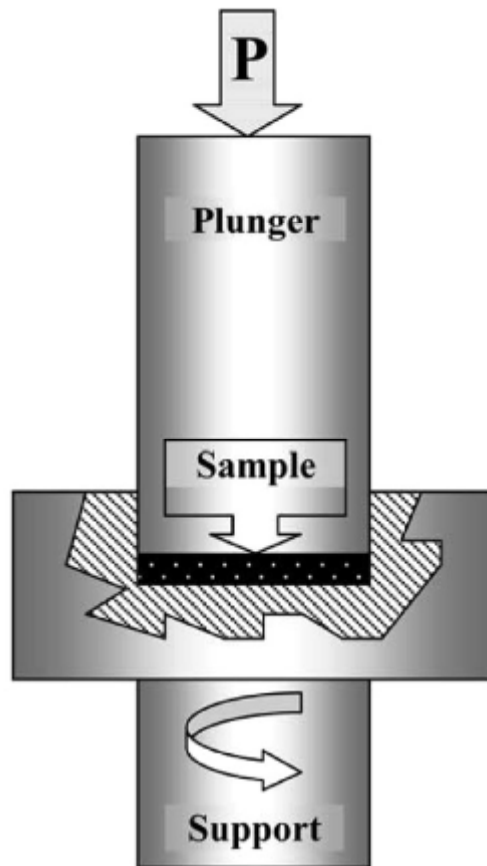


Figure. I.3 : Représentation schématique du procédé de torsion sous pression intense (High Pressure Torsion –HPT).

I.5.2 Principe de l'HPT contraint et non-contraint

En pratique il y a deux types d'installation HPT (Figure I.4), elles sont appelées respectivement HPT non-contraint (unconstrained) et HPT contraint (constrained).

Dans le cas non-contraint (Figure I.4.a), l'échantillon subissant une forte pression et une contrainte de cisaillement n'a aucune limitation de mouvement sur les côtés. Cela engendre un débordement de matière sur les bords du disque. Cette configuration implique que l'échantillon n'offre aucune résistance que celle induite par les forces de friction.

Chapitre I : Nanostructuration par déformation plastique intense

Dans le cas contraint (Figure I.4.b), l'échantillon est placé dans une cavité de l'enclume inférieure, de sorte à éviter le débordement de matière. L'échantillon offre donc une résistance et un retour de pression lors du traitement par HPT. Vu la difficulté de la mise en place de cette configuration dans la pratique, une variante appelé quasi-contraint (Figure I.4.c) a été introduite, celle-ci préconisant une limitation sur les deux enclumes inférieure et supérieure.

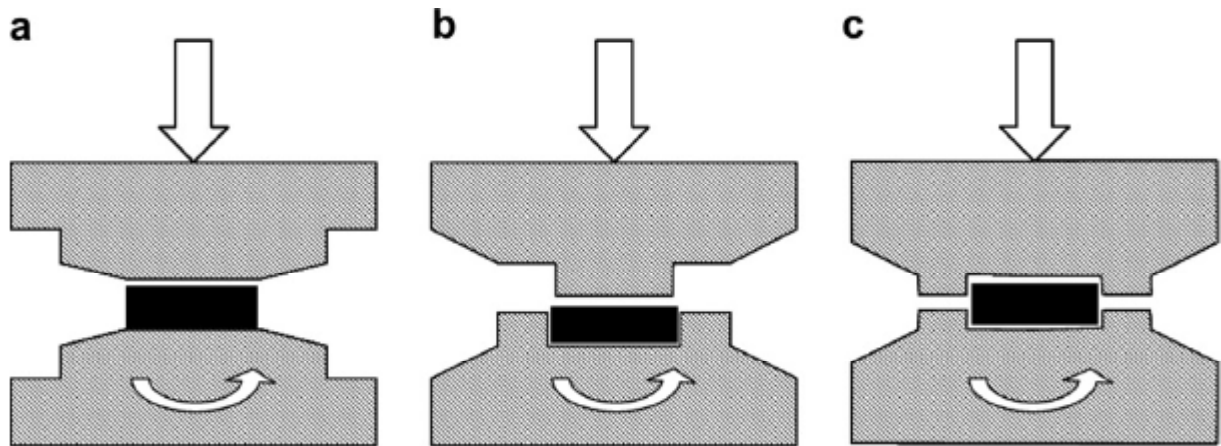


Figure. I.4 : Représentation schématique des différents types d'installations HPT.

I.5.3 Contrainte engendré par HPT

L'expression des contraintes de cisaillements subies par le disque peut être déduite de la Figure I.5.

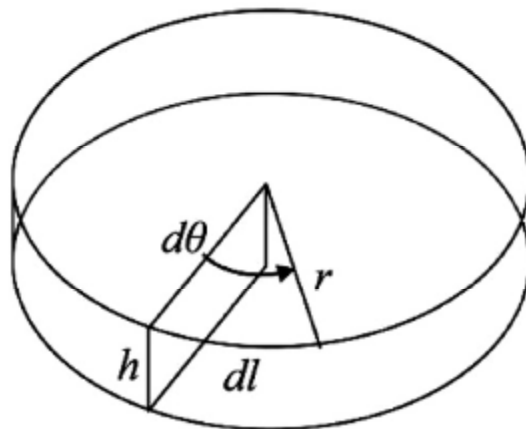


Figure. I.5 : les paramètres utilisés pour le calcul des contraintes applique dans l'HPT.

Pour une rotation infinitésimale $d\theta$ et un déplacement dl , on peut écrire [19] :

$$d\gamma = \frac{dl}{h} = \frac{rd\theta}{h}$$

I. 2

Chapitre I : Nanostructuration par déformation plastique intense

Où r et h représente respectivement le rayon et l'épaisseur du disque, $d\gamma$ est le gradient de contrainte.

En considérant que l'épaisseur du disque est constante et indépendante de l'angle de rotation et puisque $h = 2\pi N$, l'expression de la contrainte de cisaillement γ est donnée par intégration de l'équation I.2 :

$$\gamma = \frac{2\pi N \cdot r}{h} \quad I.3$$

Où N est le nombre de tour.

Deux remarques doivent être faites à propos de l'équation (I.3), la première est que la déformation varie linéairement du centre jusqu'à la périphérie du disque en fonction du rayon, et devrait être nulle au centre (pour $r=0$), ce qui pose problème lors de la caractérisation, puisque il existe une probabilité relativement faible de détecter le centre du disque avec une précision meilleure que 0.1 mm. Le deuxième point concerne l'épaisseur de l'échantillon qui devrait diminuer au cours de l'essai en raison de la pression élevée appliquée à l'échantillon, dans l'équation (I.2) c'est la valeur initiale de l'épaisseur qui est prise en considération, ce qui rend la contrainte totale inférieure à la valeur réelle. Malgré le développement d'expressions incorporant la variation de l'épaisseur (Equation I.4) [24-26], l'incertitude liée au calcul des contraintes, et vu les problématiques posées ci-dessus, il paraît judicieux de suivre la proposition de Valiev [20] et interpréter les contraintes imposées lors des déformations HPT par le nombre de tours :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{2\pi N \cdot r \cdot h_0}{h^2}\right) \quad I.4$$

Où h_0 et h l'épaisseur initial et final respectivement.

Dans de nombreux travaux, on utilise aussi l'expression de la contrainte équivalente de von Mises, calculée à partir de la relation suivante [20-22] :

$$\varepsilon_{vM} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad I.5$$

I.5.4 Evolution de la microstructure au cours de la déformations plastiques sévères par HPT

Bien que les mécanismes à l'origine de la nanostructuration dans les métaux font encore l'objet de nombreux travaux, celle-ci peuvent être néanmoins interprétés en termes de transformation des cellules des dislocations en une structure granulaire dans laquelle la plus grande partie des dislocations est stockée aux interfaces [4]. Lors des déformations plastiques intenses, de très fortes densités de dislocations sont produites, et celles-ci s'organisent sous forme de cellules à l'intérieur des grains. Les grains initiaux sont ainsi subdivisés en domaines plus petits, faiblement désorientés entre eux. Avec l'augmentation de la déformation, la désorientation entre ces domaines s'accroît par le glissement de dislocations à l'intérieur des cellules. La création de parois de dislocation dans les domaines s'apparente alors à la formation de nouveau joints de grains. Certains auteurs, préfèrent l'appellation de « joints de grains hors équilibres » pour les différencier des joints de grains classiques.

I.5.5 Paramètres influant l'évolution de la microstructure après HPT

Le taux de déformation induit par déformation HPT, varie le long du rayon du disque à traiter, ce qui se traduit par une microstructure après traitement très inhomogène. Cependant, des travaux antérieur ont montré qu'on pouvait atteindre une microstructure équiaxe et homogène à grains nanométriques après quelque tours de HPT.

Plusieurs paramètres influencent l'évolution de la microstructure lors de la déformation par HPT, parmi lesquels, la pression hydrostatique imposée, la vitesse de déformation et le nombre de tours.

Comme dans la plupart des procédées SPD, L'HPT nécessite l'application d'une très forte pression. Bien que celle-ci ne figure pas dans l'expression de la contrainte appliquée (Eq I.4), en pratique il existe toujours une contrainte (compressive) additionnel imposé par la pression. Une étude récente sur un alliage d'aluminium [28] a montrée que l'application d'une pression hydrostatique sur l'échantillon introduisait une variation de la dureté du matériau même en l'absence de mouvement de torsion.

I.5.6 Potentiel industriel du procédé HPT

Le potentiel d'innovation des matériaux nanostructurés produites par des techniques SPD est très élevé, avec de nombreuses applications avancées et fonctionnelles qui commencent à émerger dans les domaines de l'ingénierie et de la médecine [29].

La Fig I.6 fournit une représentation schématique de ce potentiel où il est évident que la résistance spécifique élevée des produits SPD rend ces matériaux particulièrement attractif pour une utilisation dans des conditions extrêmes [30]. Des exemples de domaines d'application nécessitant ces matériaux à haute résistance vont de l'utilisation de titane et autres matériaux dans les secteurs de l'aéronautique et de la défense à l'utilisation d'aciers spécialisés dans les environnements arctiques pour l'exploration pétrolière et gazière.

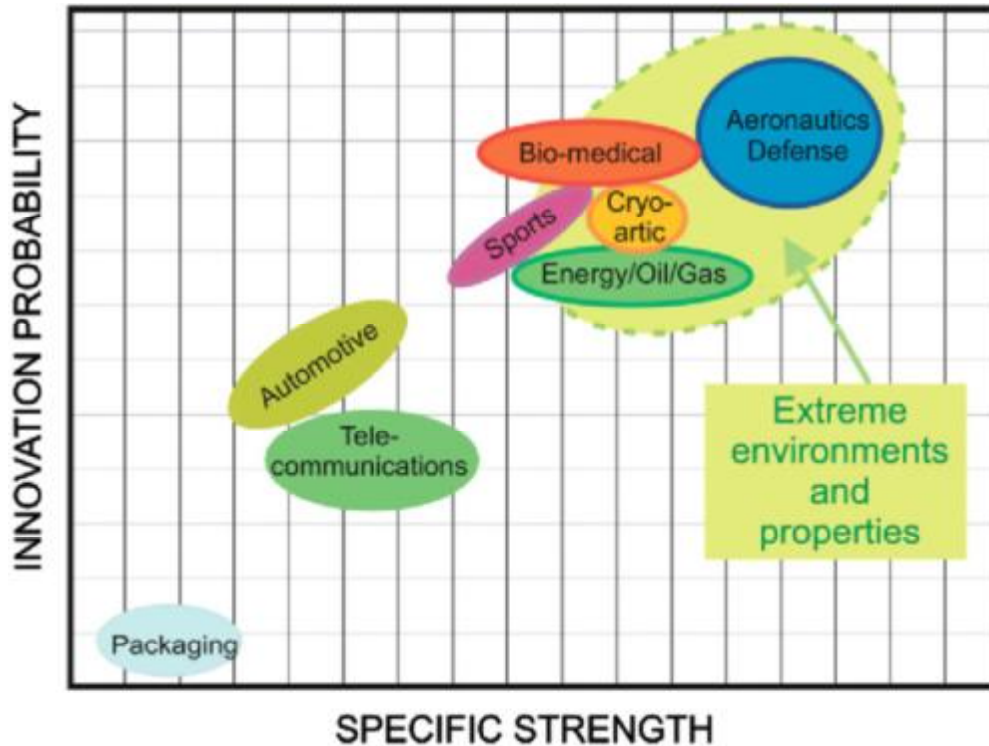


Figure. I.6 : Probabilité d'innovation et domaines d'application des matériaux en fonction de leur dureté spécifique.

Pour l'utilisation industrielle des matériaux procédés par HPT, il est important d'identifier les domaines spécifiques où l'HPT offre des avantages exceptionnels en comparaison avec les procédés de traitements plus conventionnels. Sur la base des informations disponibles à ce jour, et les nombreux résultats expérimentaux documentés sur une hyper déformation par HPT, il est déjà possible d'identifier plusieurs applications potentielles, y compris ce qui suit [30]:

- L'hyper déformation par HPT est idéal pour la production des très petites pièces nécessaires dans les applications MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems).
- La résistance élevée en plus d'une excellente biocompatibilité de plusieurs matériaux rend l'hyper déformation par HPT une voie intéressante pour la production d'implants dentaires et

Chapitre I : Nanostructuration par déformation plastique intense

médicaux ainsi que pour le développement d'une large gamme de mini-composants pour des applications biomédicales.

- L'hyper déformation par HPT est idéal pour une utilisation dans la consolidation d'une large gamme de poudres. Cette approche peut être utilisée pour le développement de matériaux pour le stockage d'hydrogène [31] et d'autres applications fonctionnelles comme les matériaux magnétiques.

Références bibliographiques

- [1] E. Arzt, Acta Mater 46(16): 5611, (1998)
- [2] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu. JOM 2006; 58(4):33.
- [3] A.Y. Khereddine, F. Hadj Larbi, M. Kawasaki, T. Baudin, D. Bradai, T.G. Langdon Materials Science and Engineering: A, 576(2013), 149–155.
- [4] R.Z. Valiev, , R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog in Mater Sci 45 (2000) 103.
- [5] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer and Y.T. Zhu, J.O.M. vol.58, issue 4 (2006) p. 33.
- [6] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy, V.I. Kopylov, Russian Metallurgy, 1 (1981) 99
- [7] Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, Mater. Sci. Eng. 1993, A168, 141.
- [8] J. Richert, M. Richert, Aluminium 1986, 62, 604.
- [9] D. Orlov, Y. Beygelzimer, S. Synkov, V. Varyukhin, Z. Horita, Mater Trans. 49 (2008) 2.
- [10] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Saikai, Acta Mater. 1999, 47, 579.
- [11] Y. Takayama, M. Yamaguchi, T. Tozawa, H. Kato, H. Watanabe, T. Izawa, Proc. Of the 4th Int. Conf. On Recrystallization and Related Phenomena, The Japan Inst. Of Metals, Sendai, Japan 1999, 321
- [12] D.H. Shin, J.-J. Park, Y-S. Kim, K.-T. Park, Mater. Sci. Eng. 2002, A328, 98.
- [13] F.P. Levi, J Appl Phys 1960;31:1469.
- [14] A.M. Russell, L.S. Chumbley, Y. Tian, Adv Eng Mater 2000;2:11.
- [15] L. Thilly, F. Lecouturier, G. Coffe, S. Askenazy, IEEE Trans. Appl. Supercond. 2002;12:1181
- [16] P.W. Bridgman, Phys. Rev. 48 (1935) 825.
- [17] R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Tsenev, Mater. Sci. Eng. 1991, A137, 35.
- [18] L.S. Tòth, M. Arzaghi, J.J. Fundenberger, B. Beausir, O. Bouaziz and R. Arruffat-
asson, Scripta Mater 60 (2009) 175.
- [19] Y. Harai, Y. Ito, Z. Horita, Scripta Mater 58 (2008) 469.
- [20] R.E. Barber, T. Dudo, P.B. Yasskin, K.T. Hartwig, Scripta Mater., 51 (2004) 373
- [21] F. Salimyanfard, M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, M., J. A. Szpunar, Mater. Sci. Eng., A527 (2010) 6260
- [22] Farideh S., M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, M. Jafari, Mater. Sci. Eng., A528 (2011) 5348

Chapitre I : Nanostructuration par déformation plastique intense

- [23] P.W. Bridgman. J Appl Phys 1943;14:273.
- [24] P.W. Bridgman. “Studies in large plastic flow and fracture”, New York, NY, USA: McGraw-Hill; 1952.
- [25] R.I. Kuznetsov, V.I. Bykov, V.P. Chernyshev, V.P. Pilyugin, N.A. Yefremov, A.V. Pasheyev. “Plastic deformation of solid bodies under pressure. 1: Equipment and methods”. Preprint 4/85, IFM UNTs AN SSSR, Sverdlovsk, USSR; 1985 [in Russian].
- [26] R.Z. Valiev, , R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog in Mater Sci 45 (2000) 103.
- [27] R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, I. Sabirov, Adv. Eng. Mat. 8 (2006) 1046.
- [28] C. Xu, Z. Horita, T.G. Langdon, J Mater Sci 2008;43:7286.
- [29] R.Z. Valiev, M.J. Zehetbauer, Y. Estrin, H.W. Hoppel, Y. Ivanisenko, H. Hahn, et al. Adv. Eng Mater 2007;9:527.
- [30] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Pro. Mat. Sci 53 (2008) 893–979.
- [31] D. Leiva, Thèse de Doctorat, Université Joseph-Fourier - Grenoble, (2009).

Chapitre II

METALLURGIE PHYSIQUE

DE

L'ETAT DEFORME

II.1 Introduction

Il est maintenant bien établi que les techniques SPD et plus spécialement la HPT génèrent une grande quantité de défauts (dislocations, lacunes, joints de grains, etc.). Ceux-ci étant en grande partie responsables de l'apparition de propriétés remarquables telle que l'augmentation de la résistance mécanique et de la ductilité. Une connaissance de la nature et de la quantité de défauts présents dans les matériaux est essentielle en vue de traitements thermo-mécaniques pour des applications données. On peut classer ces défauts en défauts ponctuels, linéaires, de surfaces et de volumes :

II.2 Défauts ponctuels

On appelle défaut ponctuel toute perturbation d'un cristal que l'on peut localiser dans un volume de l'ordre du volume atomique [1], les divers types de défauts ponctuels selon cette définition sont ainsi définis :

- Absence d'un atome dans le réseau périodique du cristal (Lacune).
- Présence d'un atome étranger entre les atomes du réseau (à l'origine de la solution solide d'insertion)
- Présence d'un atome étranger à la place d'un atome du réseau (à l'origine de la solution solide de substitution).
- Présence d'un atome du réseau entre les atomes (auto insertion).

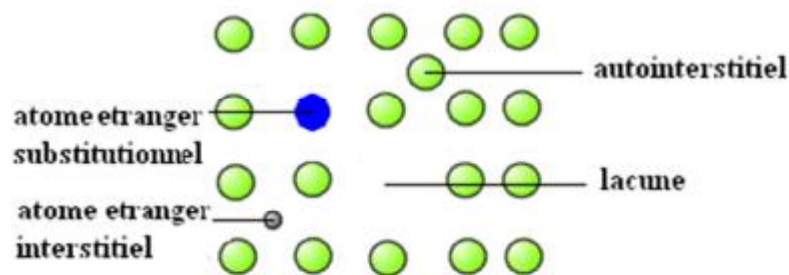


Figure II.1: Défauts ponctuels dans un cristal.

D'un point de vue cristallographique, les lacunes et les impuretés substitutionnelles sont obtenues simplement en retirant un atome du cristal parfait et en le remplaçant soit par un atome de nature différente (impuretés substitutionnelles), soit par rien (lacunes). Par contre

Chapitre II : Métallurgie physique de l'état déformé

pour les défauts interstitiels et auto-interstitiels plusieurs cas peuvent se présenter, il faut trouver, dans la structure cristallographique donnée du matériau étudié, les diverses possibilités de mettre un atome supplémentaire en dépensant le moins d'énergie possible. On montre par exemple que dans le cas des structures cubique à faces centrées, cubique centrée et hexagonale compacte, deux possibilités se présentent elles correspondent à des sites qui d'après leurs symétries ont reçu les noms de sites octaédriques et de sites tétraédriques.

Les défauts ponctuels peuvent être créés par agitation thermique (en chauffant le métal au voisinage de son point de fusion), par trempe (refroidissement rapide d'un matériau porté au voisinage de son point de fusion), par écrouissage ou par irradiation.

Dans les métaux, les défauts ponctuels peuvent être créés individuellement ou séparément les uns des autres, par contre dans les cristaux ioniques, ils doivent être créés par paires de signes opposés pour maintenir la neutralité du cristal ; Ils sont classés en deux catégories:

- défauts de Schottky : l'ensemble lacune anionique + lacune cationique.
- défauts de Frenkel : l'ensemble lacune cationique (ou anionique) et cation (ou anion) interstitiel.

Concernant l'effet physique des défauts ponctuels sur les matériaux, celui-ci joue un rôle important dans les propriétés de transport (diffusion de matière, de chaleur), le comportement mécanique à chaud, ainsi que la conductivité électrique.

II.3 Défauts linéaires

II.3.1 Dislocations

Les dislocations sont des défauts linéaires de la structure atomique des cristaux, elles ont été introduites pour la première fois au début du siècle dernier pour expliquer le comportement mécanique des matériaux en plasticité [2], et notamment le fait que la valeur de la limite élastique observée expérimentalement dans la plupart des matériaux était bien inférieure à la limite élastique calculée théoriquement pour un cristal parfait.

Ainsi la déformation plastique d'un matériau est expliquée par le déplacement de défauts linéaires (dislocations), Ces perturbations unidimensionnelles de l'arrangement des atomes permettent le glissement de plans cristallins : à l'image d'un tapis qu'on déplace par création

Chapitre II : Métallurgie physique de l'état déformé

puis propagation d'un pli (Figure. II.2), il est énergétiquement plus favorable pour un cristal de se déformer en créant puis en propageant des dislocations en son sein.

Un tel déplacement n'implique en effet à chaque étape que peu de liaisons interatomiques et nécessite donc moins d'effort qu'un glissement instantané et rigide d'une moitié du cristal sur l'autre. Lorsque les dislocations atteignent la surface, elles y laissent des marches, appelées lignes de glissement.

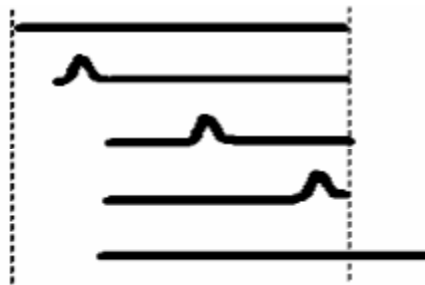


Figure II.2: Déplacement d'un pli le long d'un tapis, analogue au déplacement d'une dislocation.

Des analyses microscopiques d'échantillons déformés montrent que les glissements de dislocations se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses. Le tableau I.1 présente quelques-uns des principaux systèmes de glissement observés.

Structure cristalline	Plan de glissement	Direction de glissement
Cubique face centrée (c.f.c)	$\{110\}, \{112\}, \{123\}$	$\langle 110 \rangle$
Cubique centré (c.c)	$\{110\}, \{112\}, \{123\}$	$\langle 111 \rangle$
Hexagonal compacte (h.c)	$\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$

La déformation élémentaire propagée lors du déplacement d'une dislocation peut être représentée par un vecteur b . Ce vecteur b est appelé vecteur de Burgers. On dit que la dislocation est coin si le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation, qu'elle est vis s'il est parallèle et qu'elle est mixte dans les autres cas. La Figure II.3 schématise les types de dislocations dans un cristal.

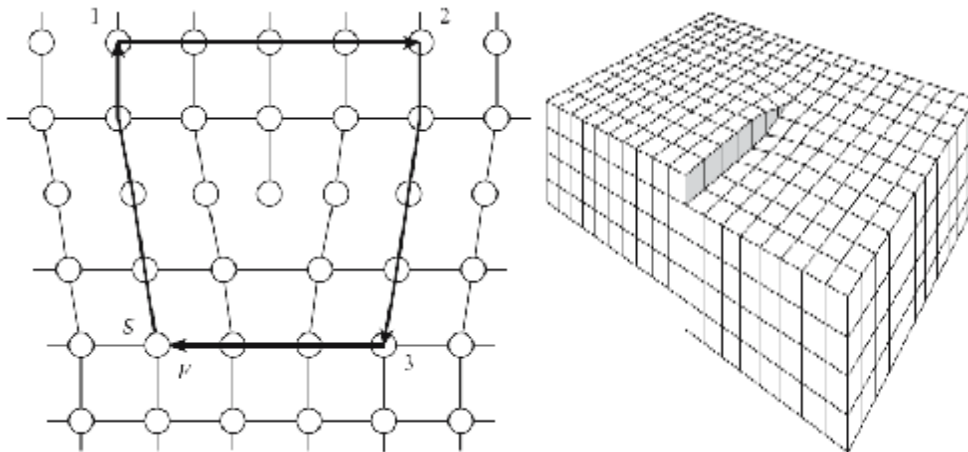


Figure II.3: Dislocations élémentaires vis et coins dans un cristal cubique [3].



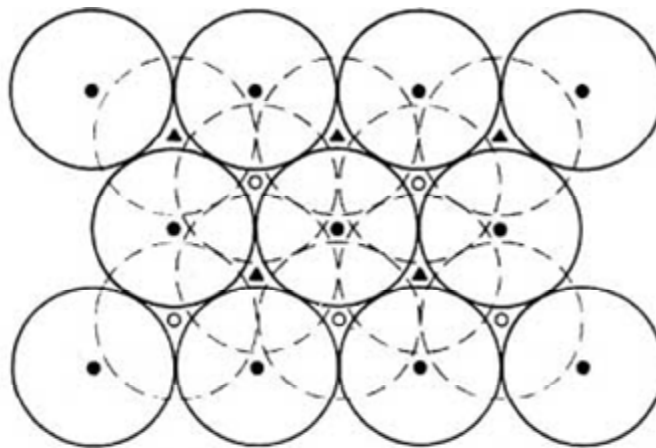
Figure II.4 : Micrographie MET d'un empilement de dislocations dans une solution solide sursaturée Pb_{0.08}Ca₂Sn (% en poids) déformée par laminage (75% réduction d'épaisseur) [4].

L'influence des dislocations sur les propriétés des cristaux est considérable. Leur rôle sur le comportement mécanique est bien entendu primordial mais leur influence s'étend également à d'autres propriétés comme la résistivité électrique des semi-conducteurs. Depuis les années 60, le cadre théorique permettant de comprendre le comportement d'une dislocation individuelle est quasiment achevé [5]. Les principales propriétés des dislocations sont connues, au moins de manière approximative. La plupart des configurations géométriques possibles ont été étudiées, et confirmées par les multiples observations expérimentales réalisées dans des matériaux de structures diverses. La Figure II.4 montre un exemple de micrographie MET d'un empilement de dislocations dans une solution solide sursaturée Pb_{0.08}Ca₂Sn (% en poids) déformée par laminage (75% réduction d'épaisseur).

II.4 Défauts plans (surfaiques)

II.4.1 Fautes d'empilements

La structure cristalline des métaux purs peut être décrite en termes d'empilement de plans atomiques (figure II.5), Si l'on assimile les atomes à des sphères indéformables en contact les unes avec les autres dans le solide, on peut montrer que les structures cfc et hc correspondent à des empilements aussi compacts que possible de telles sphères. En effet, chaque plan (111) d'un cristal cfc ou chaque plan de base (0001) d'un cristal hc peut être considéré comme une couche compacte d'atomes, chaque atome sphérique étant en contact avec ses six voisins. Les cristaux sont constitués d'empilements alternés de tels plans A, B, C, les plans A, B et C étant décalés les uns par rapport aux autres (figure II.5) : un empilement tel que ABABAB... constitue un cristal hexagonal compact et un empilement tel que ABCABC... un cristal cubique à faces centrées.



Les positions A,B,C sont représentées respectivement par ●, ▲ et ○.
Les cristaux cfc correspondent à un empilement du type ABCABC.
Les cristaux hc correspondent à un empilement du type ABABAB.

Figure II.5 : Plans atomiques compacts superposés

Une faute d'empilement est une irrégularité de la séquence d'empilement. Les fautes d'empilement sont rencontrées particulièrement dans les métaux cfc et hc (empilement de plans compacts *ABCABC...* et *ABABAB...* respectivement). Par exemple, dans un cristal cfc, deux types de fautes d'empilement sont communément rencontrées et qualifiées respectivement d'intrinsèque et d'extrinsèque. L'empilement atomique autour d'une faute intrinsèque peut être écrit : *ABCABABC...* et celui autour d'une faute extrinsèque : *ABCABAC...* Dans le premier cas, on a enlevé un plan atomique C et dans le second ajouté

un plan atomique A. On voit que la faute d'empilement ne distord pas le cristal et qu'il y a toujours empilement compact de plans compacts, mais la périodicité parfaite du réseau cristallin est rompue.

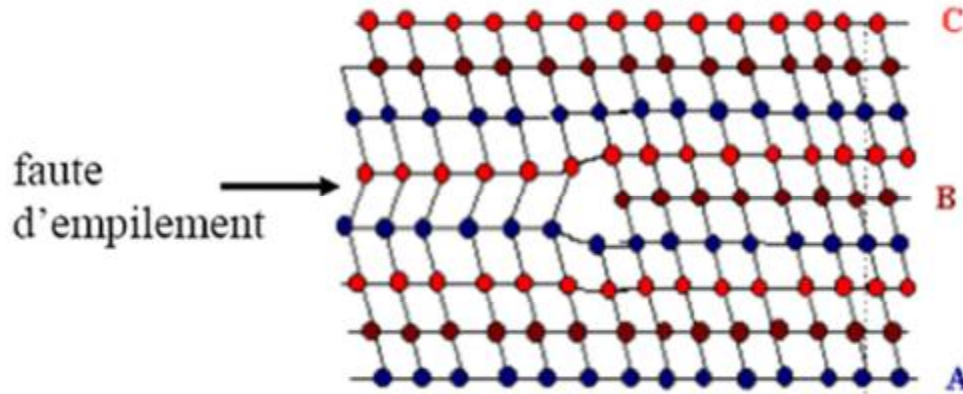


Figure II.6 : Faute d'empilement dans une structure cfc.

Dans ce type de défauts, les liaisons entre premiers voisins sont les mêmes que dans le cristal parfait ; l'énergie du cristal fauté ne diffère donc de celle du cristal parfait que par le nombre de liaisons entre seconds voisins ou entre voisins plus lointains [1]. Les énergies de fautes d'empilement sont donc relativement faibles, de l'ordre de 0,02 à 0,2 J/m² dans les métaux, c'est-à-dire 0,01 à 0,1 eV/Atome. Les fautes d'empilement sont observables au microscope électronique sous forme de franges et, dans les spectres de rayons X, elles introduisent des déplacements et élargissements des raies de diffraction.

II.4.2 Macles

Une macle est une association orientée de deux ou plusieurs cristaux identiques, reliés par une opération de groupe ponctuel de symétrie [4]. Quand deux cristaux sont accolés de façon à ce que l'un soit le miroir de l'autre, l'ensemble forme une macle (figure II.7). Le plan miroir est appelé plan de macle. On voit que le maclage peut être obtenu par déformation de cisaillement de la partie supérieure du cristal, l'amplitude du cisaillement étant proportionnelle à la distance au plan de macle xy. Ce cisaillement amène les atomes positionnés sur les cercles blancs dans les positions repérées par les cercles noirs (Figure II.7). Une faute d'empilement peut être considérée comme la succession de 2 macles sur plans d'empilements voisins.

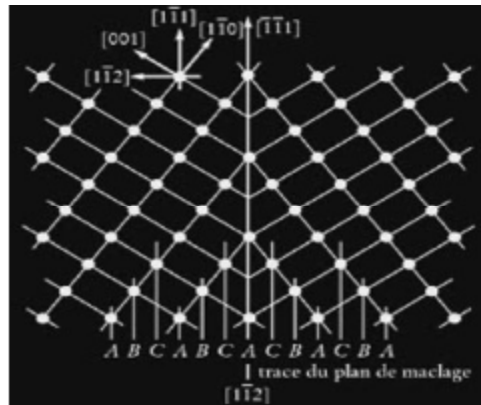


Figure II.7 : Schéma d'une Macle [2]

Les macles sont produites fréquemment dans de nombreux métaux par déformation plastique à basses températures, lors de trempes (contraintes dues au gradient de température), ou au contraire lors de recuits à hautes températures, surtout lorsque l'énergie de faute d'empilement est faible.

Le glissement de dislocations et le maillage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique [6], mais alors que le glissement produit des déplacements qui sont des multiples entiers de la distance interatomique, lors du maillage, les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique. De plus, ce déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région maillée par rapport au reste du cristal.

Toutefois, les mécanismes de maillage peuvent aussi s'interpréter à partir du mouvement des dislocations, en considérant le déplacement de dislocations partielles [3]. En changeant localement l'orientation du cristal, le maillage est susceptible d'autoriser l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Par conséquent, l'importance du maillage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte.

II.4.3 Joints de grains

Les matériaux métalliques sont formés de nombreux cristaux ou grains, orienté au hasard les uns par rapport au autre. On appelle joints de grains les surfaces séparant ces cristaux (figure II.8).

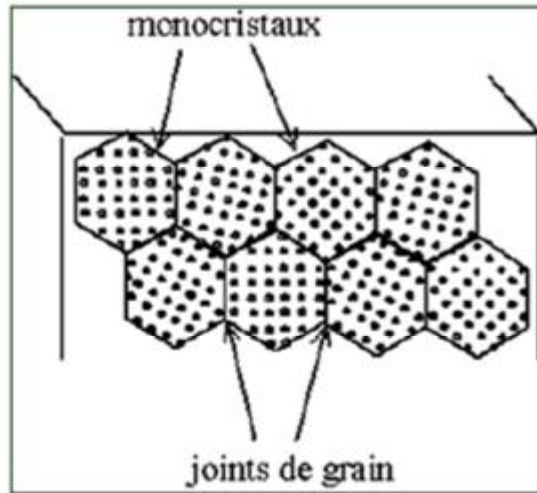


Figure II.8: Illustration des joints de grain dans un poly cristal.

Lorsque deux cristaux adjacents sont faiblement désorientés l'un par rapport à l'autre, le joint de grains correspondant, appelé alors *sous-joint*, peut être décrit en termes de dislocations (exemple: figure II.9). Une telle description n'est valable que si l'angle de désorientation θ est suffisamment faible ($\theta < 10^\circ$, environ) [7]. Les joints de faible désorientation peuvent être créés à partir de chevauchements de dislocations (polygonisation) après déformation plastique et recuit. Lorsque la désorientation devient importante, on parle de recristallisation. Ils se scindent généralement en deux cas purs : joints de flexion et joints de torsion, suivant que l'axe de désorientation des cristaux contigus est parallèle ou perpendiculaire au joint de grains. Les premiers peuvent être décrits par une ou plusieurs familles de dislocations-coins, les seconds de dislocations-vis.

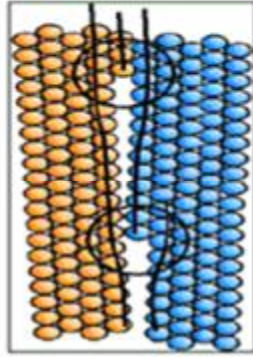


Figure II.9 : Schéma bicolore d'un joint de grains de faible désorientation.

Lorsque la désorientation est grande, le joint de grains est souvent considéré comme un film de matière amorphe, d'épaisseur de l'ordre de quelques distances interatomiques.

Les joints de grains possèdent un certain nombre de propriétés remarquables :

- influence sur la déformation plastique : lorsque le nombre de dislocation est faible, elles interagissent peu entre elles, la déformation plastique est seulement facilitée. Si le nombre de dislocation augmente, des mouvements vont être bloqués, il y a aura durcissement par écrouissage. Les joints de grains empêchent les plans de glissement "faciles" de se répercuter d'un grain à l'autre, ce qui rend le matériau plus résistant à la traction (un poly cristal résistera mieux à la traction qu'un monocristal).
- facilité avec laquelle s'y logent les atomes d'impuretés ou les précipités : cette propriété est à rapprocher de l'attraction entre dislocations et défauts ponctuels.
- rapidité de l'autodiffusion le long des joints de grains.
- lorsque la proportion de joints de grains est importante (cas des matériaux à nanostructures), leurs influences sur les propriétés thermodynamiques et cinétiques des matériaux deviennent prédominantes.

II.5 Défauts volumiques

II.5.1 Précipités

Il s'agit de petites particules de seconde phase apparaissant au sein d'un échantillon préalablement monophasé (matrice), la création de précipités ce fait généralement par transformation de phase à l'état solide [8]. Ces transformations s'effectuent dans un métal ou un alliage initialement homogène (matrice) par apparition (ou germination) de petites

Chapitre II : Métallurgie physique de l'état déformé

particules d'une seconde phase. La dimension de ces particules croît rapidement, et elles peuvent soit envahir l'ensemble de l'échantillon (transformation allotropique d'un métal pur), soit cesser de s'accroître lorsque l'alliage a atteint son nouvel état d'équilibre (précipitation d'un composé intermétallique lors du refroidissement d'une solution sursaturée). Un précipité est dit cohérent s'il y a une relation d'orientation cristallographique bien définie entre la particule de phase nouvelle et la matrice environnante, incohérent dans le cas contraire. Une interface cohérente a une orientation définie et est descriptible en termes de dislocations (il y a donc relation d'épitaxie entre précipité et matrice), alors qu'une interface incohérente est analogue à un joint de grains sans structure particulière. L'énergie d'une interface cohérente est beaucoup plus faible et dépend en particulier des contraintes nées des variations de volume entre les deux phases. La cohérence des précipités est en général étudiée par microscopie électronique; leur forme est souvent celle de plaquettes ou de bâtonnets.

Les précipités se localisent très souvent préférentiellement aux joints de grains. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément leurs propriétés.

II.5.2 Pores, fissures et cavités

Les pores sont des trous de petit diamètre (de 0,1 à 10 μm) présentes dans les pièces métalliques frittées par exemple (quoique qu'elles existent dans presque tous les matériaux élaborés par fusion). En effet, le frittage se fait en chauffant les poudres métalliques comprimées, à une température où la vitesse d'autodiffusion atomique est élevée. Les atomes diffusent d'un grain à l'autre, la taille des interstices entre grains diminue (la force motrice étant la réduction de l'énergie de surface), et on obtient des échantillons à petits grains, avec une densité proche de la densité théorique. Il subsiste malgré tout une certaine porosité, de l'ordre du pour-cent en volume, répartie dans les grains ou au contraire aux joints de grains. La forme des pores (sphériques, aplatis,...) dépend souvent des conditions de traitement thermique, en particulier du milieu et de la pression gazeuse. La présence de porosités modifie les propriétés mécaniques du métal.

Des fissures se forment très souvent à la surface ou à l'intérieur des lingots métalliques préparés à partir d'un bain de fusion [3]. Elles sont évidemment dues à des effets de contraction au refroidissement. Elles peuvent également se former dans des pièces soumises à des contraintes périodiques (fatigue). Elles modifient considérablement les propriétés de rupture des matériaux.

Chapitre II : Métallurgie physique de l'état déformé

On peut enfin y relier la notion de cavités observées dans les métaux irradiés : il s'agit de l'agglomération des lacunes produites par l'irradiation, les interstitiels ayant été préférentiellement absorbés par les dislocations [9]. On sait en effet que, dans les métaux, l'énergie d'interaction entre lacunes est attractive. La formation de cavités entraîne une augmentation du volume extérieur, appelée gonflement, qui peut atteindre quelques pour-cent dans les conditions d'utilisation des réacteurs nucléaires. Ces effets de gonflement, encore mal compris, entraînent des modifications profondes dans les alliages utilisés dans les réacteurs.

Références bibliographiques

- [1] B. Chalmers, Métallurgie physique, Paris, Dunod, 1963
- [2] M. Dupeux, Aide-Mémoire Science des Matériaux, Paris, Dunod, 2004
- [3] C.B. Carter, M.G. Norton, Ceramic Materials Science and Engineering, , Springer, 2007
- [4] J. Bénard, A. Michel, J.Philibert & J. Talbot ; Métallurgie Générale, Masson & C^{ie}, Paris, 1969.
- [5] J.Friedel, Dislocations in crystals, New York, Pergamon Press, 1964.
- [6] J.-P. Baïlon, J.-M. Dorlot, Des matériaux, Montréal, Presses internationales polytechnique, 2002.
- [7] V. Novikov, Concise Dictionary of Materials Science, Florida, CRC Press, 2003.
- [8] R.E. Hummel, Understanding Materials Science, New York, Springer, 2004.
- [9] J.P. Poirier, Plasticité à haute température des solides cristallins, Paris, Eyrolles, 1976.

CHAPITRE III

TEXTURE DANS LES MATERIAUX POLYCRISTALLINS

III.1 Introduction

La texture cristallographique est un paramètre microstructural déterminant pour les propriétés (mécaniques, électriques, magnétiques, etc.) des alliages métalliques via l'anisotropie cristalline (dépendance des propriétés avec la direction cristallographique). La texture apparaît durant la solidification puis évolue au cours des étapes de déformation (laminage, filage, etc.) et de recristallisation après traitement thermique. La compréhension et la maîtrise de l'évolution de ce paramètre au cours de traitements thermomécaniques ou de recuits sont nécessaires pour optimiser le comportement d'un matériau.

III.2 Représentation de la texture

La caractérisation de la texture consiste à définir l'orientation g des cristallites définie par rapport à un référentiel lié à l'échantillon. Ce dernier est déterminé en fonction de la géométrie et de l'historique mécanique de l'échantillon. Par convention dans le cas d'une tôle laminée (figure III.1), il est défini par les trois directions suivantes :

DL est la direction de laminage parallèle à OX (sens de la longueur),

DT est la direction transverse parallèle à OY (sens de la largeur),

DN est la direction normale au plan de laminage (DL, DT) parallèle à OZ.

Le référentiel lié aux cristallites (Oxyz) est déterminé en fonction de la symétrie cristallographique (figure III.1). Dans le cas d'un cristallite de symétrie cubique, son trièdre de référence Oxyz dont les axes sont parallèles aux axes de type $\langle 100 \rangle$ du métal, soit : Ox// [100]; Oy// [010] et Oz // [001].

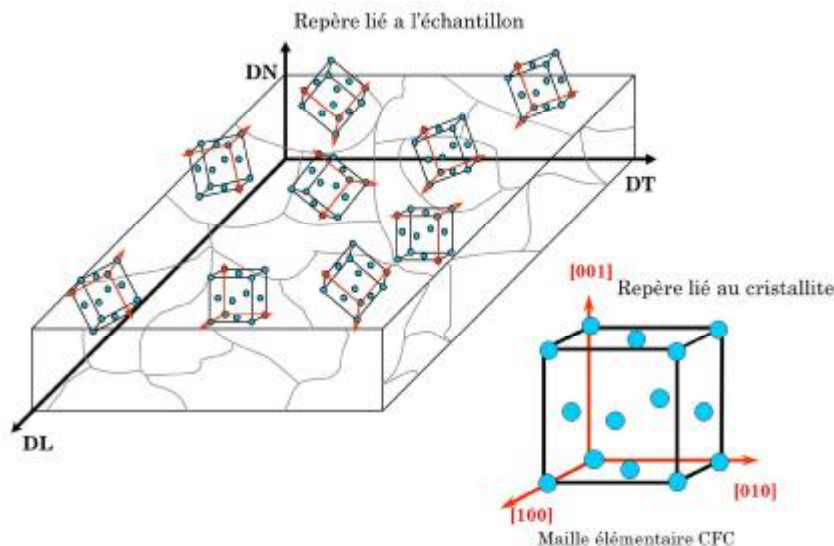


Figure III.1 : Définition des repères liés à l'échantillon et aux cristallites dans le cas d'une structure cubique.

Chapitre III : Texture dans les matériaux polycristallins

L'orientation cristalline est alors définie par la rotation g qui réalise la coïncidence des deux trièdres. Beaucoup de représentations sont utilisables pour définir l'orientation g . Parmi les plus répandues citons : les angles d'Euler et les indices de Miller cristallographiques.

III.2.1 Représentation à l'aide des angles d'Euler

Dans notre étude, nous caractérisons l'orientation du réseau en utilisant les angles d'Euler qui sont spécifiquement mentionnés par Bunge [1], qui est la description la plus fréquemment utilisée dans la texture. Dans la littérature nous pouvons rencontrer également d'autres descriptions des orientations telles que les angles de Roe ou des angles de Kocks etc. (tableau 1) [2].

Tableau 1 : Correspondances entre les différents angles d'Euler usuels.

Matthies	Roe	Bunge	Canova	Kocks
α	ψ	$\varphi_1 = \alpha + \frac{\pi}{2}$	$\omega = \frac{\pi}{2} - \alpha$	ψ
β	θ	ϕ	θ	θ
γ	ϕ	$\varphi_2 = \gamma + \frac{3\pi}{2}$	$\phi = \frac{3\pi}{2} - \gamma$	$\phi = \pi - \gamma$

Les angles d'Euler sont des paramètres d'orientations indépendants qui sont définis par trois rotations successives autour des axes d'un système de coordonnées. L'idée est que n'importe quelle rotation g peut être décomposée en trois rotations spécifiques successives (figure III.2) :

- Une rotation autour de l'axe Oz d'un angle φ_1 ($2\pi \geq \varphi_1 \geq 0$) ($Oxyz \rightarrow Ox'y'z'$),
- puis une rotation autour de l'axe Ox' (nouveau axe obtenu après la première rotation de l'axe x) d'un angle Φ ($\pi \geq \Phi \geq 0$) ($Ox'y'z' \rightarrow Ox''y''z''$),
- finalement une rotation autour de l'axe z'' (nouveau axe obtenu après la deuxième rotation de z') d'un angle φ_2 .

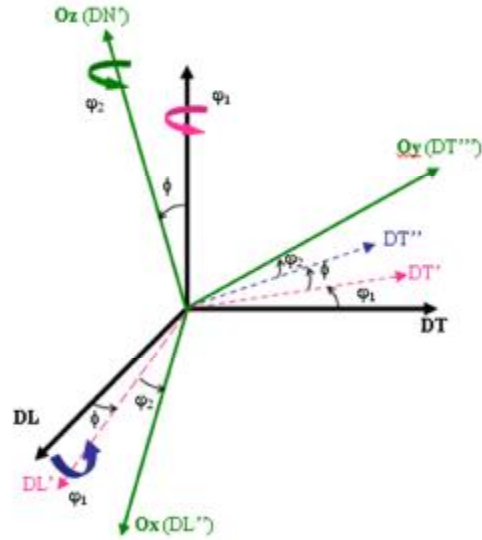


Figure III.2 : Représentation schématique des rotations d'Euler en convention de Bunge [1].

Les trois rotations sont exprimées mathématiquement comme :

$$g_{\varphi_1} = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1 & \sin\varphi_1 & 0 \\ -\sin\varphi_1 & \cos\varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{III.1}$$

$$g_{\phi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\Phi & \sin\Phi \\ 0 & -\sin\Phi & \cos\Phi \end{pmatrix} \quad \text{III.2}$$

$$g_{\varphi_2} = \begin{pmatrix} \cos\varphi_2 & \sin\varphi_2 & 0 \\ -\sin\varphi_2 & \cos\varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad \text{III.3}$$

Dans le cas cubique la matrice g résulte par la multiplication des trois matrices qui est donnée par la matrice suivante :

$$g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = g_{\varphi_1} g_{\phi} g_{\varphi_2} \quad \text{III.4}$$

$$g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\Phi & \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\Phi & \sin\varphi_1 \sin\Phi \\ \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\Phi & \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\Phi & \cos\varphi_1 \sin\Phi \\ \sin\varphi_1 \sin\Phi & -\cos\varphi_1 \sin\Phi & \cos\Phi \end{pmatrix} \quad \text{III.5}$$

III.2.2 Représentation à l'aide des indices de Miller

En cristallographie, on représente souvent une composante de texture présente dans le matériau par son plan et sa direction cristallographique respectivement parallèles à un plan et à une direction caractéristiques de l'échantillon: la texture des tôles est souvent décrite par des orientations idéales définies par :

$$g = \{hkl\}\langle uvw \rangle$$

Où $\{hkl\}$ est le plan parallèle au plan de laminage, de normale DN et la direction $\langle uvw \rangle$ est parallèle à la direction de laminage DL.

III.2.3. Représentation des orientations par les figures de pôles

Pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau, on détermine le plus souvent des figures de pôles qui donnent la densité des pôles $\{hkl\}$ en fonction de leur orientation par rapport à l'échantillon.

Les figures de pôles sont déterminées à partir des projections stéréographiques qui montrent la répartition de certaines directions cristallographiques d'un nombre de grains en respectant le référentiel lié (DL, DT, DN) à l'échantillon.

Le principe de la projection stéréographique, comme montré dans la figure III.3, est le suivant :

1. L'origine du référentiel lié à l'échantillon est placée dans le centre de la sphère de référence. La normale au plan $\{hkl\}$ passant par le centre de la sphère croise la demi-sphère supérieure au point P_1 .
2. Le point P_2 intersection de SP_1 avec le plan de projection est le pôle du plan réticulaire étudié. Si l'on recommence avec tous les éléments de volume du matériau, on obtient la figure de pôles $\{hkl\}$ qui est rapportée à des axes liés à l'échantillon.
3. Dans le plan de projection, les directions (en trois dimensions) sont transformées en points.

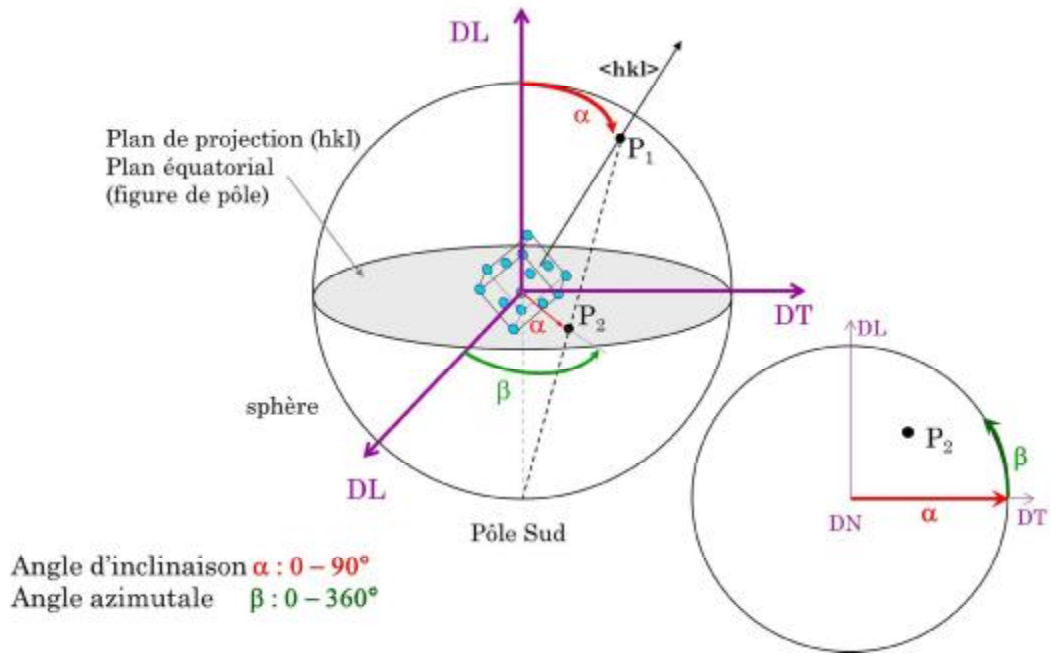


Figure III.3 : Projection stéréographique et définition de la figure de pôles.

Une figure de pôles comporte des lignes de niveaux qui relient les points possédant une même intensité (iso-intensité), c'est-à-dire les orientations suivant lesquelles la densité des plans (hkl) est identique. Pour obtenir une figure de pôles complète, l'échantillon effectue deux rotations autour de deux axes perpendiculaires :

- Une rotation de déclinaison d'angle α autour d'un axe appartenant à la surface de l'échantillon. A détermine l'angle mesuré à partir de la direction normale (DN), et varie de 0 à 90° .
- Une rotation azimutale d'angle β autour de l'axe perpendiculaire à la surface de l'échantillon. B détermine l'angle mesuré à partir de la direction de laminage (DL), et varie de 0 à 360° .

III.3. Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)

Les informations contenues dans les figures de pôles sont incomplètes et semi-quantitatives. Cependant, la détermination complète et quantitative de la texture d'un polycristallin est basée sur le concept de la *Fonction de Distribution des Orientations Cristallines* (FDOC) ou ODF en anglais.

Si on prend un volume élémentaire dV de l'échantillon contenant l'orientation g dans un volume élémentaire dans l'espace d'Euler dg et V représente le volume total de l'échantillon, alors, une fonction de distribution d'orientation $f(g)$ est définie par:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad \text{III.6}$$

Où $dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2$

L'unité utilisée pour cette densité est le m.r.d. (Multiple of a Random Distribution). Pour un échantillon sans orientation préférentielle, la fonction $f(g)$ vaut 1 m.r.d. quel que soit g .

La représentation de la FDOC en termes d'espace d'Euler (fonction tridimensionnelle) n'est pas toujours facile à interpréter ; c'est pour cela qu'il est usuel de la décomposer en coupes bidimensionnelles tels que φ_1 ou φ_2 soit constant ; le pas utilisé est généralement 5°.

La FDOC donne une description quantitative et complète de la texture (figure III.4). Elle n'est pas mesurée directement par l'expérience, mais elle doit être calculée à partir des figures de pôles expérimentales. Le calcul de la FDOC peut être réalisé en utilisant différentes approches mathématiques comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes.

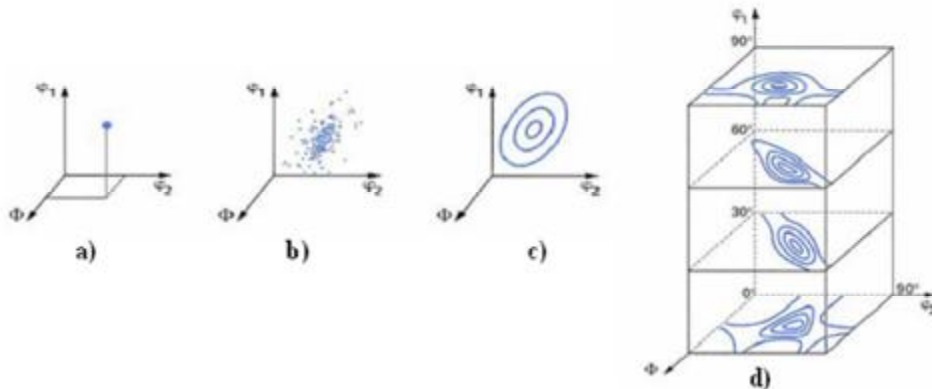


Figure III.4 : Représentation des orientations g et des FDOC : **a)** Orientation d'un cristallite, **b)** Nuage de points d'orientation (toutes les orientations de l'échantillon), **c)** FDOC continue (établie à partir du nuage) et **d)** FDOC représentée par des courbes d'iso-densité dans des sections bidimensionnelles [3].

Le calcul de la FDOC peut être réalisé en utilisant différentes approches mathématiques comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes.

La méthode harmonique utilise un développement en série sur des bases d'harmoniques sphériques. Elle a été proposée dans les années 1960 par Bunge [4] et Roe [5]. L'ordre de développement est imposé par le nombre de figures de pôles expérimentales.

Cette transformation mathématique peut entraîner des erreurs de troncature qui s'ajoutent aux erreurs expérimentales. C'est en partie pour cette raison qu'une seconde

méthode a été proposée par Williams [6], Ruer et Baro [7] et Vadon [8]. Elle consiste à associer un point (ou un ensemble de points) de l'espace des pôles à un point de l'espace des orientations après avoir discrétisé ces deux espaces. Notons que le choix du mode de discrétisation des espaces a conduit au développement de différentes méthodes discrètes ADC (Arbitrarily Defined Cells) [9] et WIMV (Williams - Imhof - Matthies - Vinel) [10].

III.4 Textures de déformation des matériaux et alliages CFC

III.4.1 Texture après déformation plastique par laminage

Les orientations cristallographiques les plus importantes dans la texture des matériaux et alliages CFC déformés par laminage sont montrées sur la figure de pôle (111) (Figure III.5) et dans l'espace d'Euler (figure III.6). Leurs symboles et leurs angles d'Euler dans le formalisme de Bunge sont regroupés dans le tableau 2.

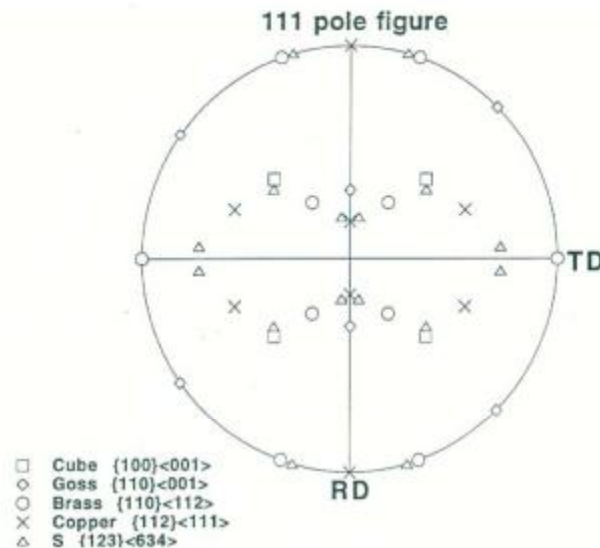


Figure III.5 : Figure de pôle (111) contenant quelques composantes idéales de texture dans les alliages CFC.

En général, il existe deux types de texture dans les matériaux et alliages CFC ayant été déformés par laminage; la texture de type *laiton* [11] et la texture de type *cuivre* [12]. Ces textures sont nommées d'après le métal et l'alliage dans lesquels ils ont été observés pour la première fois.

La texture de type *laiton* est caractérisée par une orientation proche de la composante idéale $\{110\} \langle 112 \rangle$, $\{123\} \langle 634 \rangle$ en plus de la composante mineur $\{110\} \langle 001 \rangle$. Cette texture se développe principalement dans l'argent [13] et dans les alliages comme le laiton [11, 14].

Chapitre III : Texture dans les matériaux polycristallins

Tableau 2 : Différentes composantes de texture des matériaux CFC déformés à froid par laminage.

Composante de texture	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler (°) (ϕ_1, ϕ, ϕ_2)
Brass	{011}<112>	(35, 45, 90)
Goss	{011}<100>	(0, 45, 0/ 90), (90, 90, 45)
S	{231}<634>	(27, 64, 14)
Cu	{112}<111>	(90, 35, 45)
D	{4,4,11}<11,11,8>	(90, 27, 45)

La texture dite *cuivre* se développe dans presque tous les matériaux CFC purs (Cu, Al, Ni) ou très peu alliés après un laminage à basse température. La texture *cuivre* est composée principalement de trois orientations principales : {112}<111>, {110}<112> et {123}<634>.

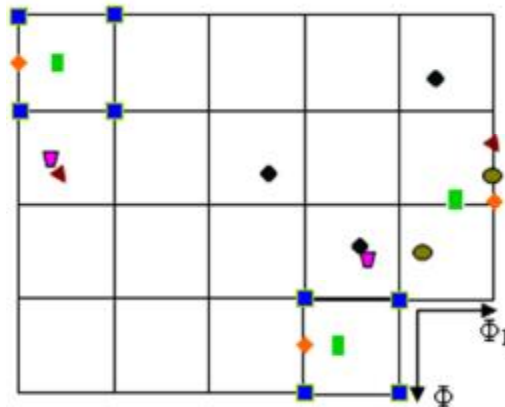


Figure III.6: Positions dans l'espace d'Euler des orientations idéales considérées (coupes à ϕ_2 constante) comme suit :

- {110}<1-12> B
- ◆ {110}<001> G
- ◆ {213}<-3-64> S
- ▲ {112}<-11-1> C
- {525}<-1-51> Rot C
- {100}<001> Cube
- ▼ {122}<-2-21> Twin cube

Une texture de transition du type *cuivre* au type *laiton* est souvent observée, en ajoutant progressivement un élément d'alliage ou en baissant la température de laminage d'un même alliage [12]. La texture de transition est généralement corrélée à l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} . En effet, la texture *cuivre* est observée dans les matériaux à forte valeur de γ_{SFE} contrairement à la texture *laiton* dans les matériaux à faible valeur de γ_{SFE} .

III.5 Texture après déformation plastique sévère par HPT

La plupart des processus de déformations plastiques sévères, telles que l'ECAP et l'HPT, impliquent un mécanisme de simple cisaillement, il est alors important de maîtriser les textures qui se développent par ce mécanisme [15]. Les textures de simple cisaillement dépendent de la structure cristalline et leurs composantes idéales ont été déterminées pour les systèmes CFC, BCC et HCP [16–20].

La figure III.7 montre les positions des composantes idéales de texture de cisaillement dans les matériaux et alliage CFC sur la figure de pôle (111) et dans une section d'ODF en $\phi_2 = 45^\circ$. Il est à noter que cette section ($\phi_2 = 45^\circ$) est suffisante pour une identification claire de toutes les composantes de texture. Le tableau 3 donne les valeurs en (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) et en $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ de ces composantes de texture en notation de Bunge.

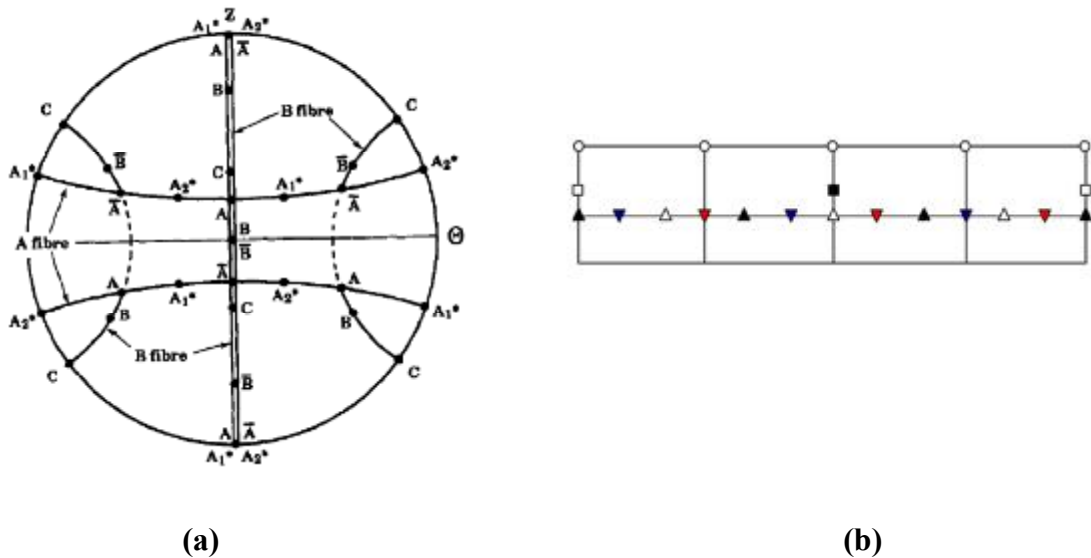


Figure III.7 : a) Figure de pôle (111) et b) section d'ODF en $\phi_2 = 45^\circ$ contenant les composantes idéales de texture de cisaillement simple dans les alliages CFC.

Chapitre III : Texture dans les matériaux polycristallins

Tableau 3 : Composantes idéales de texture et leurs coordonnées pour les alliages CFC déformé par cisaillement simple.

Notation	$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Angles d'Euler (°)		
		ϕ_1	ϕ	ϕ_2
▼ A_1^*	(111)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2]	35.26/215.26	45	0/90
		125.26	90	45
▼ A_2^*	(111)[11 $\bar{2}$]	144.74	45	0/90
		54.74/234.74	90	45
△ A	($\bar{1}$ $\bar{1}$ 1)[110]	0	35.26	45
▲ \bar{A}	($\bar{1}$ $\bar{1}$ $\bar{1}$)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	180	35.26	45
□ B	($\bar{1}$ $\bar{1}$ 2)[110]	0/120/240	54.74	45
■ \bar{B}	(11 $\bar{2}$)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	60/180	54.74	45
○ C	{001}<110>	90/270	45	0
		0/180	90	45

Ces composantes de texture peuvent être décrites par deux fibres α et β :

La fibre α est définie par les plans {111} parallèles au plan de cisaillement ({111} // PC). Elle contient les composantes idéales A , \bar{A} , A_1^* , et A_2^* . Tandis que la fibre β est définie par les <110> à la direction de cisaillement (<110> // DC). Elle contient les composantes A , \bar{A} , B , \bar{B} et C . La figure III.7 montre les fibres α et β ainsi que les composantes idéales dans la figure de pôles (111). Les deux fibres se connectent aux positions A et \bar{A} .

Les intensités relatives des composantes idéales dépendent de la symétrie de l'échantillon testé. Le cisaillement simple entraîne une double symétrie autour de l'axe perpendiculaire au plan de cisaillement (PC) et à la direction de cisaillement (DC). Avec cette symétrie, la composante A a la même intensité que \bar{A} et B la même que celle de \bar{B} . Cependant du fait que A_1^* et A_2^* ne sont pas symétriques par rapport à la l'opération double symétrie, ils peuvent développer des intensités différentes. La composante C est auto-symétrique.

Références

- [1] H. J. Bunge. *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths (1982).
- [2] F. J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena 1995*, Tarrytown, NY, USA Elsevier Science Inc.
- [3] Baya Alili, Thèse de Doctorat d'Etat, USTHB, 2007.
- [4] H. J. Bunge. *Z. Met.* 65 (1965) 872-874.
- [5] R. J. Roe. *J. Appl. Phys.*, 36 (1965) 2024-2031.
- [6] R. O. Williams. *Journal of Applied Physics*. 39(9) (1968) 4329-4335.
- [7] D. Ruer, R. Baro. *J. Appl. Cryst.*, 10 (1977) 458-464.
- [8] A. Vadon. *Généralité et optimisation de la méthode vectorielle d'analyse de la texture*. Thèse d'état, Université de Metz, 1981.
- [9] K. Pawlik, J. Pospiech, K. Lücke. *Proceedings of the 8th International Conference on Textures of Materials*, Ed. J. S. Kallend, Mexique, TMS Warrendale, (1988) 105.
- [10] S. Matthies, G.W. Vinel. *Phys. Sta. Sol. B*, 112 (1982) 111-114.
- [11] K.H. Virnich, K. Lücke, *Proceeding Textures of Materials*, (1978), p. 397.
- [12] Stephens, A.S. (1968). *Texture and mechanical anisotropy in the copper-zinc system*. Ph.D. Thesis, University of Arizona.
- [13] H.Hu & R.S. Cline *Temperature dependence of rolling textures in high purity silver* *J. Appl. Phys.* Vol.32 (1961), p.760.
- [14] J.Hirsch, K. Lücke, *Acta Metallurgica*, Vol. 36, N°11 (1988) 2863.
- [15] F. Montheillet, M. Cohen, J.J. Jonas. *Acta Metallurgica*, 32 (1984) 2077–2089.
- [16] Li S, Beyerlein IJ, Bourke MAM. *Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear*. *Mater Sci Engng* 2005;A394:66–77.
- [17] J. Baczynski, J.J. Jonas, “*Texture development during the torsion testing of alpha-iron and two IF steels*”, *Acta Metall* 1996;44:4273–88.
- [18] B. Beausir, L.S. Tóth, K.W. Neale, *Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear*. *Acta Mater* 2007;55:2695–705.
- [19] U.F. Kocks, C.N. Tome, H.R. Wenk, “*Texture and anisotropy*”, Cambridge University Press; 1998.
- [20] V. Randle, O. Engler, “*Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*”, CRC Press; 2000.

CHAPITRE IV

ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE PAR DIFFRACTIONS DES RAYONS X

IV.1 Introduction

Les propriétés macroscopiques des matériaux sont fortement affectées par la microstructure. La microstructure, d'autre part, est une fonction complexe avec des aspects très variés qui interagissent même sur la méthode d'investigation. La technique de caractérisation de la microstructure la plus courante et la plus efficace est basée sur la diffraction des électrons. La Microscopie électronique en transmission (MET) fournit des images directes de la microstructure de presque n'importe quel genre de matériaux, y compris les matériaux amorphes ou cristallins, toutefois, seule la surface ou les régions près de la surface sont analysés.

La technologie des faisceaux d'ions focalisés (FIB) combiné avec le MEB et le TEM offre de nouvelles possibilités et des perspectives extrêmement sophistiquées d'analyse de la microstructure. Pourtant, il existe de nombreux paramètres importants, telles que les contraintes internes résiduelles, les micro-contraintes, ou certains types de distributions de taille qui échappent facilement à l'observation par les méthodes de microscopie électronique.

L'analyse des profils des raies de diffraction X a été l'une des premières méthodes prometteuses de caractérisation de la microstructure [1-3], bien avant que la microscopie électronique, apparue au début des années vingt. Cependant, les premiers résultats encourageants s'épanouissaient quand il s'est avéré que les incertitudes expérimentales et les difficultés d'interprétation ne permettaient pas des conclusions simples. En conséquence, dans les années soixante et soixante-dix, la microscopie électronique a été admise comme la seule méthode fiable pour caractériser la microstructure et l'analyse des profils des raies de diffraction X a été presque oubliée.

À partir des années soixante-dix, l'apparition de sources de rayons X de laboratoire dédiées à la diffraction, l'avènement de meilleurs générateurs X, l'amélioration des détecteurs et l'élaboration de nouvelles théories fondamentales plus appropriées, notamment celles basées sur la diffraction par les cristaux contenant des défauts [4-6], ont donné un nouvel élan à l'analyse des profils des raies de diffraction X. Aujourd'hui, grâce à l'évolution de la technologie informatique et l'amélioration considérable des possibilités expérimentales, l'analyse des profils des raies de diffraction X est reconnue comme l'une des méthodes les plus efficaces pour la caractérisation de la microstructure des matériaux cristallins.

IV.2 Fondement de l'analyse des profils de raies de diffraction des rayons X

IV.2.1 Origine des profils de raies de diffraction

IV.2.1.1 Diffraction et loi de Bragg

Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques ayant des propriétés semblables à celle de la lumière (réflectivité, réfraction et polarisation). Sa longueur d'onde se situe entre celle de l'ultraviolet ($\lambda = 1nm$) et celle du rayonnement γ ($\lambda = 10^{-3} nm$). Elle est de l'ordre de grandeur de la distance inter réticulaire rencontrée dans la plupart des métaux. En 1912, Laue allant du principe que si le cristal est composé d'atomes régulièrement espacés qui peuvent constituer des centres d'interaction pour les rayons X, et que si les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde proche de la distance inter atomique alors il doit être possible de diffracter les rayons X par un cristal. Dans cette direction des études expérimentales ont été menées afin de vérifier cette hypothèse, celles-ci ont prouvé simultanément la nature électromagnétique des rayons X et la périodicité du réseau cristallin.

W. L. Bragg analysa avec succès l'expérience de Laue et exprima la condition nécessaire de diffraction dans une forme mathématique considérablement simplifiée par rapport à celle utilisée par Laue :

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (II.1) \quad IV.1$$

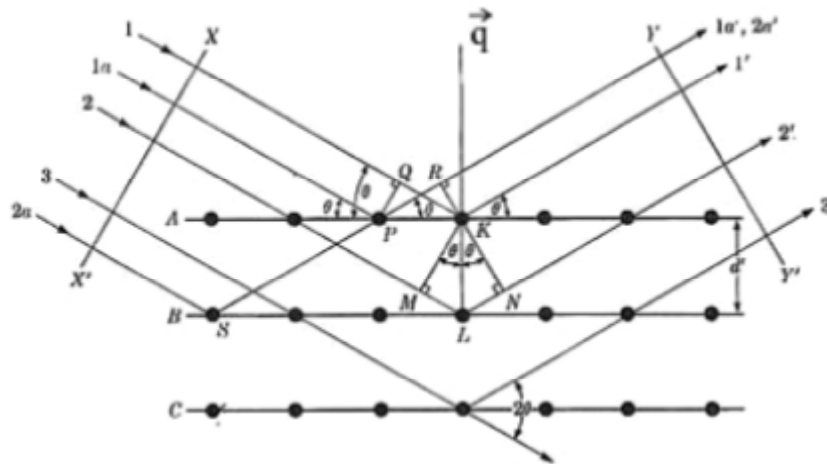


Figure IV.1 : Principe de la loi de Bragg sur un réseau cristallin

Cette relation implique nécessairement trois conditions :

- Les dimensions du cristal sont considérées infinies par rapport à la distance entre deux centres diffractant en position adjacente.
- Un ordre tridimensionnel parfait existe dans la structure du cristal.
- La source ponctuelle émet des rayons X monochromatique de longueur d'onde λ ; l'échantillon a des dimensions négligeables et le détecteur est ponctuel.

On aura alors une intensité diffractée sous forme de distribution de Dirac située à un angle 2θ par rapport au faisceau incident

IV.3 Elargissement des raies de diffraction

Les raies de diffraction des rayons X s'élargissent lorsqu'au moins une des trois conditions de la loi de Bragg n'est pas satisfaite. On peut attribuer les causes de l'élargissement des raies de diffraction à deux effets principaux :

IV.3.1 Elargissement structural

La définition d'un cristal est basée sur le concept que l'environnement en tout point du matériau est identique, mais cela n'arrive que rarement en pratique; un matériau réel contient des imperfections structurales ce qui provoquent une diffusion de l'intensité autour de chaque point de la maille réciproque. Il y a deux catégories d'imperfection structurales qui peuvent modifier le profil des raies de diffraction des rayons X, le premier est la taille finie des domaines de diffraction cohérente (cristallite ou grain), mesurée dans la direction $d_{hkl}^* \left(\frac{1}{d_{hkl}} \right)$ d'une réflexion donnée. Le second est la contrainte (déformation) qui est le fruit des tensions induites par la présence de défauts linéaires, ponctuels ou surfaciques (dislocations, lacunes, fautes d'empilement, macles...).

Les imperfections structurales n'affectent pas seulement l'élargissement d'un pic, mais aussi sa forme et sa position.

IV.3.2 Elargissement instrumental

En addition à l'élargissement structural il y a toujours un élargissement d'origine externe (instrumental) du à des imperfections telles que, la pénétration dans le matériau, divergence axiale du réseau, les dimensions finies de la source et de la fente réceptrice, résolution des pics $K\alpha_1, K\alpha_2$.

Toutes ces sources d'élargissements additionnées porteront le nom d'élargissement instrumental et sera noté tout au long de cette thèse par $g(x)$.

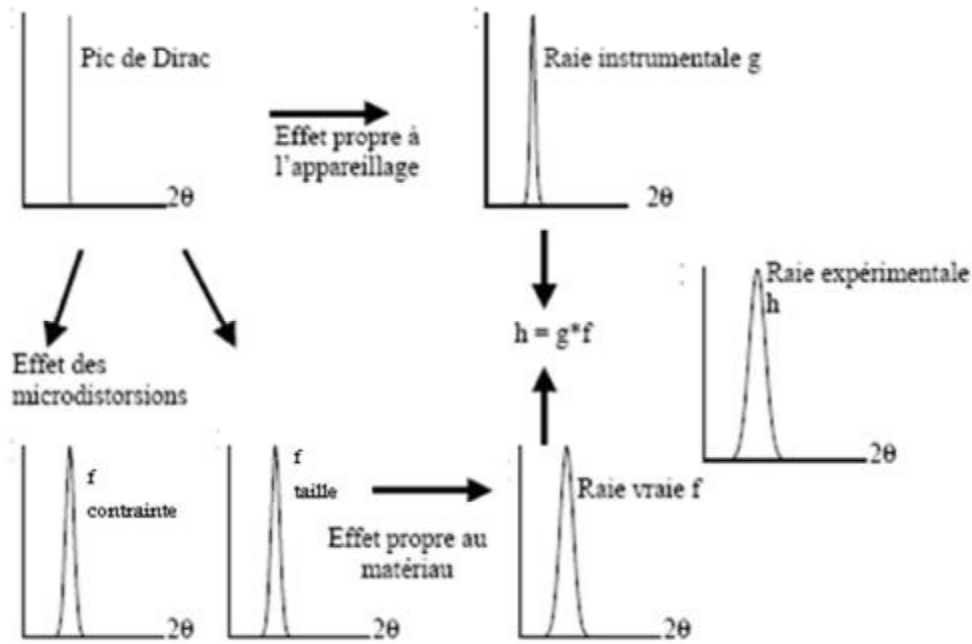


Figure IV.2 : Illustration des différentes sources d'élargissement des raies de diffraction des rayons X.

IV.4 Paramètres définissant les profils de raies de diffraction

Après diffraction des rayons X sur des matériaux polycristallins, les raies de diffraction sont essentiellement l'information de base que l'on traite, la connaissance des paramètres définissent ces raies est essentiel pour toute analyse des profils de raies de diffraction.

Une raie de diffraction des rayons X est caractérisée par : sa position, son intensité et sa forme (élargissement).

IV.4.1 Paramètre de position

La position est généralement définie par l'angle 2θ , pour laquelle l'intensité du profil est maximale, Une autre mesure de l'intensité est définie par le centre de gravité $\langle 2\theta \rangle$ du profil de raie :

$$\langle 2\theta \rangle = \frac{\int 2\theta f(2\theta) d(2\theta)}{\int f(2\theta) d(2\theta)} \quad (II.21.2)$$

IV.4.2 Paramètre de forme (dispersion angulaire)

On dispose de plusieurs grandeurs pour caractériser l'élargissement ou la dispersion angulaire de l'intensité :

IV.4.2.1 Largeur à mi hauteur

La largeur à mi hauteur, *FWHM* (*Full Width at Half Maximum*) introduite par Scherrer [1], est la distance entre les deux angles pour lesquels l'intensité est égale à la moitié de l'intensité maximale. Elle est généralement notée : ω .

IV.4.2.2 Largeur intégrale

La largeur intégrale, β , introduite par Laue [7], est définie comme le rapport entre l'intensité intégrée et l'intensité maximale :

$$\beta = \frac{\int f(2\theta) d(2\theta)}{f_m} \quad \text{IV.3}$$

où f_m est l'intensité maximale.

IV.4.2.3 Variance

- La variance, introduite par Tournarie et Wilson est donnée par :

$$\omega_{2\theta} = \frac{\int (2\theta - \langle 2\theta \rangle)^2 f(2\theta) d(2\theta)}{\int f(2\theta) d(2\theta)} \quad \text{IV.4}$$

Elle n'est plus utilisée ces dernières années.

IV.4.3 Coefficients de Fourier

La représentation en séries de Fourier d'une distribution d'intensité permet de définir les coefficients de Fourier associés ; ceux-ci contiennent des informations sur les effets physiques à l'origine de l'élargissement de la réflexion.

IV.5 Représentation analytique du profil de raies de diffraction et leurs paramètres associés

L'utilisation des fonctions analytiques pour modéliser les profils de raie de diffraction des rayons X est une technique puissante pour l'analyse fine des raies de diffraction. Les premières fonctions utilisées ont été des fonctions de Gauss et Lorentz (Cauchy) [8], ensuite plusieurs fonctions combinaisons des deux premières ont été introduites. La fonction de Voigt [9] est la convolution des deux fonctions Lorentzienne et Gaussienne elle est très souvent utilisée. La fonction Pseudo-Voigt [10] est la somme des composantes Gaussienne et Lorentzienne dans une proportion mesurée par le facteur de forme η qui varie entre deux valeurs limites 0 et 1 ($\eta = 1$ pour C et $\eta = 0$ pour G).

Chapitre VI : Analyse de la microstructure par diffraction des rayons X

La fonction Pearson VII (ou encore appelée Pseudo-Voigt II) est dérivée d'une Lorentzienne avec un facteur de forme m , elle devient une Lorentzienne quand $m=1$ et une Gaussienne quand m tend vers l'infini, elle présente le désavantage que la convolution de deux Pearson n'est pas une Pearson.

Il a été vérifié expérimentalement que le profil de la Pseudo-Voigt donne une très bonne approximation des pics du diagramme de diffraction x [8], pour cette raison et pour la simplicité de son expression analytique et sa maniabilité, nous avons choisit d'utiliser cette fonction dans notre étude. Schématiquement les queues des profils d'une raies de forme Gaussienne décroît rapidement et de façon plus lente pour la fonction Gaussienne, alors que la fonction Pseudo-Voigt occupe la situation intermédiaire des deux fonctions.

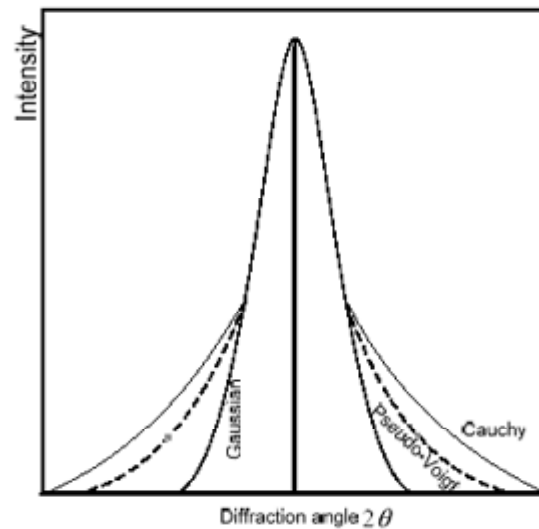


Figure IV.3 Comparaison du profil Gaussien, Lorentzien et Pseudo-Voigtien

Les expressions analytiques et les paramètres définissent les fonctions citées ci-dessus sont résumées dans le tableau 1.1. D'autres fonctions et d'autres paramètres définissent les profils de raies de diffraction sont résumés dans le tableau IV.1.

Chapitre VI : Analyse de la microstructure par diffraction des rayons X

Fonction	Symboles	Expression Analytique	Paramètres
Gauss	G	$I_0 \exp\left(-\pi x^2 / \beta^2\right)$	β_G 2θ
Lorentz (Cauchy)	L C	$I_0 \left(1 + \left(\pi x / \beta\right)^2\right)^{-1}$	β_C 2θ
Voigt	V	$I_0 \int C(z) G(x-z) dz$	$\beta_C, \beta_G, 2\theta$
Pseudo- Voigt	PV	$I_0 (\eta C(x) + (1-\eta) G(x))$	$\beta_C, \beta_G, 2\theta, \eta$
Pearson VII	PVII	$I_0 \frac{1}{(1+C x^2)^m}$ $C = \frac{2^{1/m} - 1}{\omega^2}$	2θ β m

Tableau IV.1: Fonctions utilisées pour modéliser les profils de diffraction

IV.6 Dépendance angulaire de l'élargissement instrumental

La première étape avant toute analyse des profils des raies de diffraction des rayons X et de corriger le diagramme de rayon X de l'effet instrumental. La meilleure méthode est d'utiliser un échantillon standard présentant un élargissement physique minimal, de sorte qu'il définit la contribution instrumentale de l'élargissement.

Au début de la théorie, pour obtenir un échantillon standard il était de coutume de faire un recuit de recristallisation de l'échantillon, néanmoins les pics obtenus n'étaient généralement pas assez étroits. Il est devenu plus usuel de trouver un échantillon certifié référence standard qui permettrait une comparaison vraie des résultats obtenus par différents laboratoires. Dans ce cas les raies de l'échantillon standard et celle du spécimen étudié ne coïncident pas forcément, cela nécessite alors de modéliser analytiquement les paramètres caractéristiques de la forme des raies de diffraction des rayons X de l'échantillon standard afin que le profil instrumental requis soit synthétisé à n'importe quel angle voulu.

Le plus souvent la relation de Caglioti et al [11] est utilisée :

$$FWHM(2\theta) = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \tag{IV.5}$$

FWHM: largeur à mi- hauteur (Full Width at Half Maximum).

θ : L'angle du pic considéré.

U, V, W : constantes après fit.

L'équation ci-dessus a été, à l'origine, élaborée pour la diffraction des neutrons, quoi qu'elle ne fût pas théoriquement justifiée, elle reste un modèle très satisfaisant pour représenter la variation angulaire de l'élargissement instrumental.

Thomson et al. [12] et plus tard Young [8] proposèrent une autre approche pour décrire la dépendance angulaire de l'élargissement, celle-ci basée sur une forme Voigtienne (ou Pseudo-Voigtienne) de la raie:

$$FWHM_G = Utg^2\theta + Vtg\theta + W + Z / \cos^2 \theta \quad (IV.66)$$

$$FWHM_C = Xtg\theta + Y / \cos \theta \quad (IV.77)$$

IV.7 Convolution et déconvolution

De ce qui précède nous pouvons dire que le profil observé $h(2\theta)$ est la convolution de deux fonctions : une fonction $f(2\theta)$ due à la microstructure de l'échantillon et une fonction $g(2\theta)$ qui caractérise l'élargissement instrumental. Elle fut exprimée mathématiquement par Jones suivant la relation :

$$h(2\theta) = f(2\theta) \otimes g(2\theta) = \int f(y)g(x - y)dy \quad (IV.8) \quad IV.8$$

Avec $y = x - z$

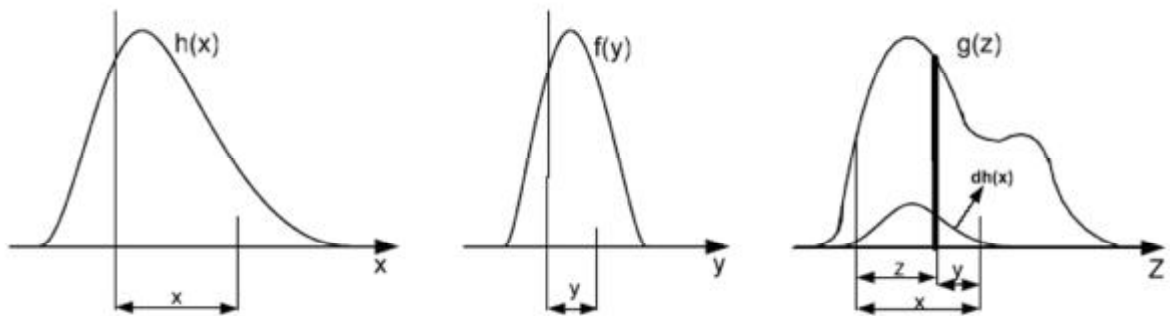


Figure IV.2 : Trois courbes requises pour la correction instrumentale, $h(2\theta)$, $g(2\theta)$ et $f(2\theta)$ sont courbes correspondantes à l'élargissement expérimental, physique et instrumental respectivement [13].

Chapitre VI : Analyse de la microstructure par diffraction des rayons X

Avant toute interprétation des profils des raies de diffraction des rayons X, il est nécessaire d'extraire le profil physique $f(2\theta)$. Une méthode de déconvolution doit être donc mise en œuvre pour éliminer la contribution instrumentale.

Une méthode largement utilisée est celle proposée par Stokes (1948), les trois fonctions $h(2\theta)$, $g(2\theta)$ et $f(2\theta)$ sont exprimées en séries de Fourier dans l'intervalle $[a/2, -a/2]$ telles que :

$$\begin{cases} f(x) = \sum_n F(n)e^{-2\pi iny/a} & \text{IV.9} \\ g(x) = \sum_{n'} G(n')e^{-2\pi in'x/a} & \text{IV.10} \\ h(x) = \sum_{n''} H(n'')e^{-2\pi in''x/a} & \text{IV.11} \end{cases}$$

Où $n = \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots$

$H(n'')$, $F(n)$ et $G(n')$ représentent les fonctions de Fourier inverses.

On introduisant $f(x)$ et $g(x)$ dans l'expression IV.8 :

$$h(x) = \int \sum_{n'} G(n')e^{-2\pi in'x/a} \sum_n F(n)e^{-2\pi in(x-y)/a} dy \quad \text{IV.12}$$

Avec des limites d'intégration de $-a/2$ à $a/2$ on a :

$$h(x) = \sum_{n'} \sum_n G(n')F(n)e^{-2\pi inx/a} \int_{-a/2}^{a/2} e^{-2\pi i(n'-n)y/a} dy \quad \text{IV.13}$$

Puisque :

$$\int_{-a/2}^{a/2} e^{-2\pi i(n'-n)y/a} dy = \begin{cases} a, & n' = n. \\ 0, & n' \neq n. \end{cases} \quad \text{IV.14}$$

L'expression IV.11 se réduit à :

$$h(x) = \sum_n G(n)F(n)e^{-2\pi inx/a} \quad \text{IV.15}$$

En comparant avec l'équation IV.12 nous obtenons :

$$H(n) = G(n)F(n) \quad \text{IV.16}$$

Le coefficient de Fourier de la fonction $f(2\theta)$ est donné alors par :

$$F(n) = H(n)/G(n) \quad \text{IV.17}$$

Les coefficients $F(n)$, $H(n)$ et $G(n)$ peuvent être des nombres complexes ayant des parties réelle et imaginaire :

$$F_r(n) + iF_i(n) = \frac{H_r(n) + iH_i(n)}{G_r(n) + iG_i(n)} \quad \text{IV.18}$$

En multipliant le terme de droite par $G_r(n) - iG_i(n)$ au-dessus et au-dessous de la fraction et égalisant les termes réel et imaginaire de chaque côté on trouve :

$$F_r(n) = \frac{H_r(n)G_r(n) + H_i(n)G_i(n)}{G_r^2(n) + G_i^2(n)} \quad \text{IV.19}$$

$$F_i(n) = \frac{H_i(n)G_r(n) - H_r(n)G_i(n)}{G_r^2(n) + G_i^2(n)} \quad \text{IV.20}$$

La fonction décrivant l'élargissement physique peut être alors calculée à partir de $F_r(n)$ et $F_i(n)$ selon l'expression suivante :

$$f(y) = \sum_n \{F_r(n) \cos 2\pi ny / a + F_i(n) \sin 2\pi ny / a\} \quad \text{IV.21}$$

IV.8 Méthodes d'analyses des profils des raies de diffraction des rayons X

Depuis que Scherrer (1918) [1] a établi la relation existant entre la largeur des raies de diffraction des rayons X et la taille moyenne des cristallites, le développement de cette théorie a pris un grand essor et de nombreux modèles ont connu le jour.

Il y a deux approches possibles pour extraire les informations de la microstructure à partir de l'analyse des profils de raies des diffractions. Les méthodes basées sur les largeurs, telles que la méthode des largeurs simplifiée [14], la méthode de Williamson-Hall [15], la méthode de Warren-Averbach [5] et Warren-Averbach modifiée [16] etc... L'autre approche considère le diagramme mesuré dans son intégralité contrairement aux techniques précédentes où seuls les pics de Bragg d'un diagramme de diffraction étaient analysés, dans cette catégorie on citera, PPD [17] (Powder Pattern Décomposition), WPPF [18] (Whole Powder Pattern Fitting), CMWP[19](Convolutional Multiple Whole Profile Fitting), WPPM [20] (Whole Powder Pattern Modeling), toujours dans la même approche, il y a les méthodes qui sont basées sur l'analyse de Rietveld [21], telles que FullProf [22] et MAUD [23].

IV.8.1 Méthode WPPM (Whole Powder Pattern Modelling)

Contrairement à la plupart des procédures traditionnelles et les procédures actuelles pour l'analyse des profils des raies de diffraction, WPPM permet d'extraire des informations de la microstructure à partir d'un diagramme de diffraction X sans faire usage de fonctions analytiques arbitraires (comme la Gaussienne, Lorentz, ou Voigtienne) pour simuler les pics expérimentaux. L'analyse est donc faite directement en termes de modèles physiques décrivant les défauts microstructuraux.

Puisque le profil du diagramme de diffraction des rayons X est le résultat d'une convolution des effets physiques et instrumentaux de l'échantillon étudié, pour des raisons de simplicité, l'algorithme WPPM adopte une analyse de Fourier. De cette façon, un problème de convolution complexe se traduit par le produit des transformées de Fourier des profils produites par chacun des composants séparés. L'intensité dans l'espace réciproque pour le profil expérimental est mathématiquement décrite par l'équation ci-dessous [20] :

$$I(d^*) = k(d^*) \int C(L) e^{2\pi i L d_{hkl}^*} dL \quad \text{VI.22}$$

Où d^* est la variable d'espace centré a la position de Bragg, L est la variable de Fourier et $k(d^*)$ contient tous les paramètres contribuant à l'intensité du pic. Tous les paramètres contribuant à l'élargissement sont inclus dans la fonction $C(L)$.

Dans le cas de notre étude, les principales sources de l'élargissement sont la taille finie des domaines de diffraction et les défauts microstructuraux ponctuels et linéaires.

L'effet de la taille est modélisé assumant une distribution log-normale des domaines de diffraction, cette hypothèse est soutenue par plusieurs observations et a été admise comme efficace dans plusieurs d'études [24].

Une distribution Log-normale est définie comme suit [25]:

$$g(D) = \frac{1}{D\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln D - \mu}{\sigma}\right)^2\right] \quad \text{IV.23}$$

Où σ et μ sont respectivement la variance et la moyenne de la log-normale.

La taille moyenne de la distribution est donnée par l'expression suivante :

$$\langle D \rangle = \exp\left(\mu + \frac{\sigma^2}{2}\right) \quad \text{IV.24}$$

Les densités de dislocations sont modélisées selon la théorie de Wilkens [26-27], où elles sont considérées parallèlement alignées avec une distribution aléatoire dans tous les systèmes de glissement équivalent. La dépendance correspondante du profil d'élargissement selon la direction cristallographique est représentée par le facteur de contraste moyen \overline{C}_{hkl} . Pour estimer la densité de dislocations, le système de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ habituel des métaux FCC est considéré (le module du vecteur de Burgers s'écrit $b = a_0 / \sqrt{2}$, où a_0 est le paramètre de maille).

IV.8.2 Méthode de Rietveld

C'est actuellement la méthode la plus utilisée dans le domaine de la diffraction des rayons X, elle a été développée à l'origine pour la diffraction des neutrons, pour être adaptée par la suite à la diffraction aux rayons X.

L'algorithme de Rietveld utilise toutes les informations contenues dans la procédure expérimentale de la diffraction X. Les paramètres généralement utilisés sont :

- Les caractéristiques instrumentales (caractéristique du détecteur, rayon du goniomètre, déplacement de l'échantillon par rapport à l'axe de diffraction etc.).
- Paramètres microstructuraux (taille moyenne des domaines, micro-contraintes, défauts, etc.).
- Paramètres structuraux (paramètre de maille, position atomique, vibration thermique, etc...)
- Paramètre de l'échantillon (épaisseur, transparence, absorption, etc.).

L'affinement d'une structure par la méthode de Rietveld consiste à minimiser la valeur résiduelle S_y entre le diagramme de diffraction expérimentale et le diagramme théorique ajusté à partir de fonctions analytiques données par :

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad \text{IV.25}$$

Avec $w_i = \frac{1}{y_i}$; y_i et y_{ci} sont respectivement les intensités observée et calculée pour le point i .

La somme est effectuée sur l'ensemble de toutes les mesures i .

Chapitre VI : Analyse de la microstructure par diffraction des rayons X

En général, plusieurs pics de Bragg contribuent à la mesure de l'intensité y_i :

$$y_{ci} = S_y \sum_k L_k |F_k|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_k A + y_{bi} \quad \text{IV.27}$$

Où L_k : comprend les facteurs de Lorentz, polarisation et multiplicité .

ϕ : fonction de profil.

P_k : exprime l'orientation préférentielle.

A : facteur d'absorption.

F_k : facteur de structure pour la réflexion de Bragg.

y_{bi} : représente le bruit de fond au point i .

Références

- [1] P Scherrer, Nachr. Ges. Wiss. Gottingen, 26 (1918) 98-100.
- [2] A. R. Stokes, A. J. C. Wilson, Proc. Phys. Soc. London 56 (1944) 174-181.
- [3] A. R. Stokes, Proc. Phys. Soc. London. 61 (1948) 382-391.
- [4] Bertaut, E. F. C.. R. Acad. Sci. 228 (1949) 492-494.
- [5] B.E Warren, B.L Averbach. J Appl Phys 21 (1950) 595.
- [6] B. E. Warren, B. L. Aberbach, J. Appl, Phys. 23 (1952) 497.
- [7] M.Laue, Z. Kristal. 64, (1926) 115.
- [8] R. A.Young, D. B. Wiles. J. Appl. Cryst. 15 (1982) 430-438.
- [9] J. I. Langford. J. Appl. Cryst. 11 (1978) 10-14.
- [10] G. K Wertheim, M.A Butler, K. W West, D.N.E Buchanan, Rev. Sci. Instrum. 11 (1974) 1369–71.
- [11] G Caglioti, A Paoletti, F.P Ricci. Nucl Instrum 3 (1958) 223.
- [12] Thompson, D. E. Cox , J. B. Hastings J. Appl. Cryst. (1987). 20, 79-83.
- [13] B.E Warren. In: X-ray diffraction. Reading (MA): Addison-Wesley. (1969) 251.
- [14] T. H De Keijser, E .J Mittemeijer, H.J.C Rozendaal, J. Appl. Cryst. 16 (1983) 309–16.
- [15] G.K Williamson, W.H Hall. Acta Metall. 1 (1953) 22-31.
- [16] T. Ungar, J. Gubicza, G. Ribarik, A. Borbely, J. Appl. Cryst. 34 (2001) 298-310.
- [17] J. Nusinovici, A.Rehfeldt-Osierski, , *Collected Abstracts, IUCr Powder Diffraction Satellite Meeting, Toulouse, France, (1990) 315–316.*
- [18] P. Scardi, M. Leoni, J. Appl. Cryst, 32 (1999) 671–682.
- [19] G. Ribárik, J. Gubicza, T. Ungár, Mat. Sci. Eng. A, (2004) 343–347.
- [20] P. Scardi, M. Leoni, Acta Cryst., A58 (2002) 190–200.
- [21] H. M. Rietveld, Acta Cryst. 22 (1967) 151-152.
- [22] J. Rodriguez-Carvajal, Physica B.192 (1993) 55.
- [23] L. Lutterotti, M. Bortolotti, G. Ischia, I. Lonardelli, H.-R. Wenk,Z. Kristallogr., Suppl. 26 (2007) 125-130.
- [24] J.I. Langford, D. Louer, P. Scardi, J. Appl. Cryst. 33 (2000) 964-974.
- [25] E. Lloyd, in “*Handbook of Applicable Mathematics, Statistics*”, Wiley, Chichester, (1984).
- [26] M. Wilkens, in “*Fundamental aspects of dislocation theory*”, Washington, DC: National Bureau of Standards, (1970) 1195–221.
- [27] M. Wilkens, *Phys. Stat. Sol. A*, 2(2) (1970) 359-370.

Chapitre V

MATERIAU UTILISE

ET

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

V.1 Présentation de l'alliage étudié

Nous nous intéressons dans notre étude à l'alliage industriel $Cu2.5\%Ni0.6\%Si$ (% en poids) de nomenclature industrielle *SICLANIC S* désigné aussi par l'appellation *CW 111C* dans la norme Européenne *EN 12163*, qui nous a été fourni, par la société française CLAL - France.

Le *SICLANIC S* sous la forme de méplat rouge, de dimensions 160 mm x 102 mm x 11 mm, a été élaboré par laminage à chaud à 800°C, après coulée, suivi d'une trempe par pulvérisation d'eau, l'alliage ayant ainsi subi une recristallisation dynamique à l'état de solution solide et est parfaitement homogène. La figure V.1 présente une photo du méplat.

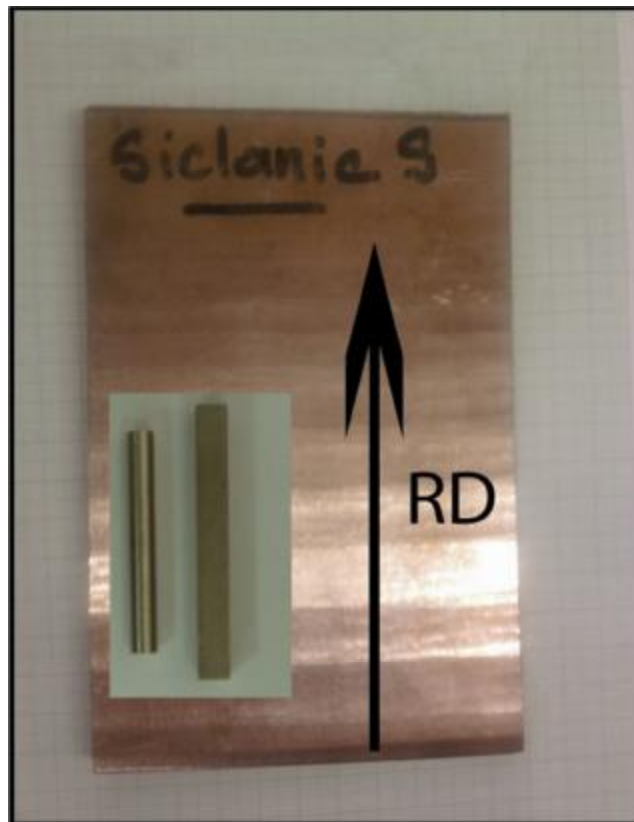


Figure V.1 : *SICLANIC S* : Méplat reçu et détail de l'usinage des cylindres. RD (Rolling Direction) étant la direction de laminage initiale.

Les alliages *Cuivre-Nickel-Silicium* sont des matériaux multifonctionnels combinant une haute résistance mécanique et une excellente conductivité électrique. Ils sont notamment aptes au frottement sous très fortes charges et particulièrement résistants à l'usure. Le *SICLANIC S* est utilisé dans plusieurs applications comme par exemple pour les guides de soupapes de moteurs d'avions, commutateurs électriques, ressorts de relais, connecteurs,

disjoncteurs et contacts électriques. Les domaines d'applications sont très variés comme l'automobile, l'électronique, l'électromécanique, l'électroménager, le ferroviaire, les télécommunications et la lunetterie.

V.2 Déformation plastique sévère par HPT

V.2.1. Préparation des échantillons

A partir des méplats, des parallélépipèdes de dimensions 70 mm x 11 mm x 11 mm ont été découpés par une bobine de fil de *Cuivre*, au service technique Travaux d'usinage de précision de l'Entreprise des Industries Electrotechniques de Tizi Ouzou.

Les parallélépipèdes ont été usinés par la suite dans un tour numérique (Tourneur privé, Tixeraine, Alger) sous forme de cylindres de 9.7 mm de diamètre et de 65 mm environ en longueur et découpé en disques de dimension d'environ 0,9 mm d'épaisseur et de 10 mm de diamètre (figure V.2).

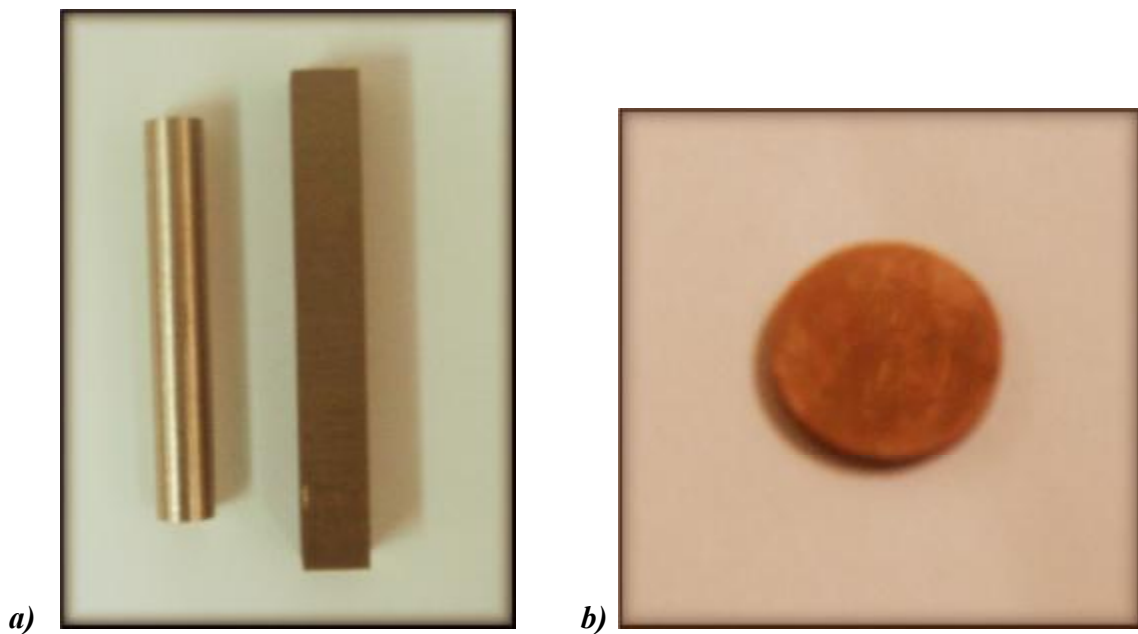


Figure V.2 : a) Photo d'un parallélépipède découpé des méplats et d'un cylindre usiné, b) photo d'un disque découpé à partir du cylindre.

Les disques ont été polis jusqu'à atteindre une épaisseur finale de 0.8 mm. C'est dans cet état qu'ils ont été insérés dans une installation HPT.

V.2.2. Installation HPT et paramètres de déformation

Nos échantillons ont subi une déformation plastique sévère dans l'installation HPT du Département des Sciences des Matériaux, Génie mécanique et de l'Aérospatiale de l'Université de Californie du Sud, Los Angeles, Etats Unis.



Figure V.3 : b) Photo du dispositif HPT.

Toutes les hyper déformations HPT ont été effectuées à température ambiante dans des conditions de quasi-contraintes [9,10]. Les disques ont été sévèrement déformés en variant le nombre de tours, $n = 1/8, 1/2, 1, 5, 10$, en utilisant une pression imposée de 6,0 GPa et une vitesse de rotation d'un tour par minute. Les images optiques de la figure V.4 montrent un disque déformé par HPT après 0.5 tours et les détails de l'état de surface où l'on décèle une certaine rugosité.

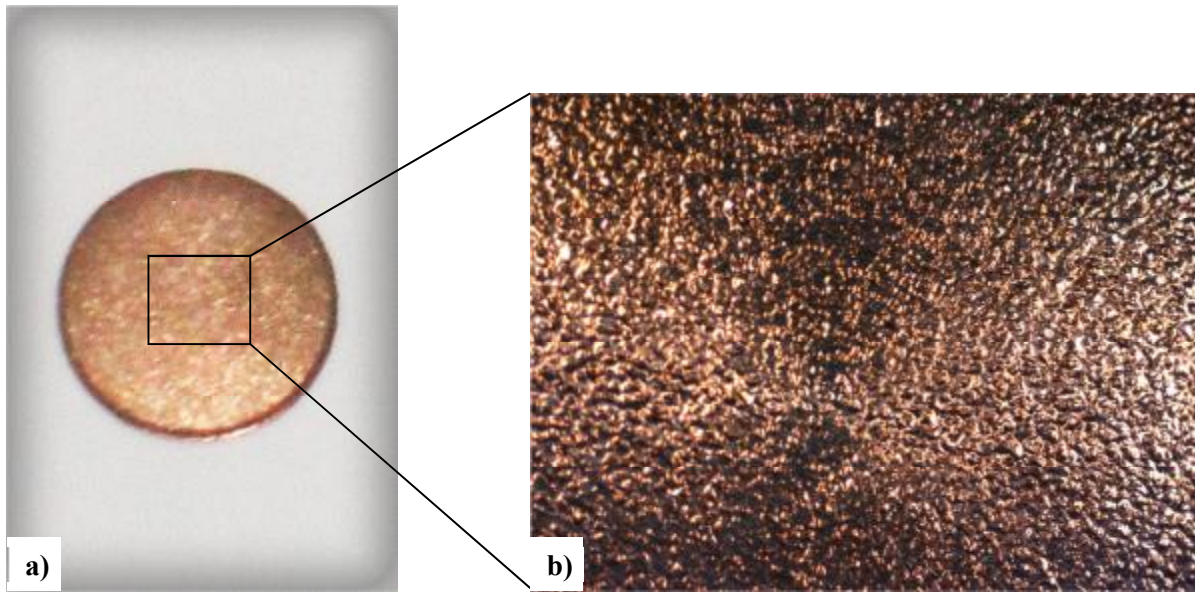


Figure V.4 : a) Photo d'un disque déformé par HPT après 0.5 tours et b) détail de l'état de surface (grossissement x 3).

V.3. Techniques de caractérisation

Cette partie sur les techniques de caractérisation a pour but de résumer très brièvement notre utilisation de l'appareillage. Les explications du principe de fonctionnement de chaque procédure d'observation sont donc succinctes et très générales.

V.3.1. Caractérisation de la microtexture par EBSD

L'évolution de la microstructure et de la texture a été examinée par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) pour déterminer la taille de grain moyenne, la distribution de la taille des grains, la distribution des angles de désorientation et de la texture par l'intermédiaire des figures de pôles et fonctions de distribution d'orientation calculées (FDOC).

V.3.1.1. Principe

L'EBSD est une technique implantée dans un microscope électronique à balayage (MEB). Elle met en évidence les différences d'orientations cristallographiques des grains dans un échantillon poly cristallin et permet également de discriminer et d'identifier les phases présentes.

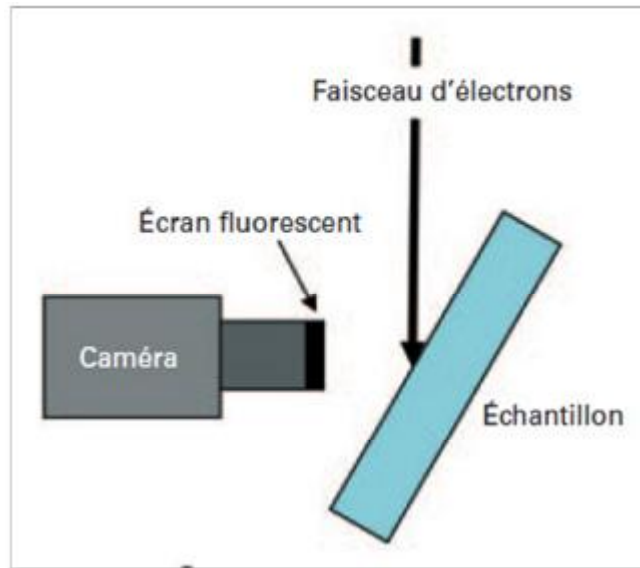


Figure V.5. Schéma de principe du fonctionnement d'un EBSD.

Un faisceau d'électron d'énergie variant entre 15 et 30 keV est focalisé sur la surface d'un échantillon (généralement incliné de 70° pour favoriser la collecte d'électrons rétrodiffusés). L'interaction du faisceau d'électron avec l'échantillon donne lieu à l'émission d'autres rayonnements (électrons rétrodiffusés, électrons secondaires, rayonnement X...). Une partie des électrons rétrodiffusés subissent une réflexion de Bragg sur les plans réticulaires. Ces électrons sont réfractés suivant un cône de diffraction dont le sommet se situe au point d'impact du faisceau d'électrons primaires avec l'échantillon. Ils sont détectés grâce à un capteur CCD placé derrière un écran phosphorescent. L'intersection entre cet écran et les cônes forment des lignes dites de « pseudo-Kikuchi » dont le nombre, la disposition (i.e. symétrie), l'intensité et la largeur sont caractéristiques du réseau cristallographique et de son orientation.

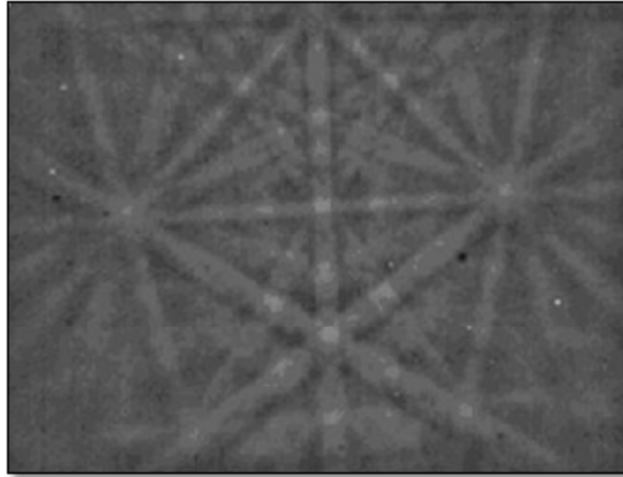


Figure V.6. Exemple de diagramme de diffraction de Kikuchi.

L'indexation des orientations se fait automatiquement grâce à des algorithmes de détection des lignes. Cette procédure est entièrement informatisée et ce fait dans notre cas avec le logiciel OIMTM.

V.3.1.2. Instrumentation et procédure

Les données expérimentales ont été obtenues en utilisant un microscope électronique à balayage MEB-FEG SUPRA 55 VP fonctionnant à 25 kV (TSL) OIMTM et un angle de coupure de 1 ° pour les angles de désorientation minimale. Les échantillons destinés à l'analyse EBSD ont été polis mécaniquement, à une finition miroir, puis électro-polis avec une solution A2 de Struers. Les surfaces analysés étaient de 220 x 280 μm avec un pas de 0.1μm pour l'échantillon initial avant HPT, une surface de 100 X 100 μm avec un pas de 0,1 après N = 0,5 tour et 25 X 25 μm avec un pas de 0,025 μm pour tous les autres échantillons traités par 1, 5 et 10 tours. Les textures ont été calculées en utilisant la méthode harmonique (L = 22) avec chaque orientation modélisée avec une fonction gaussienne ayant une demi-largeur de 5°. Ces résultats ont été enregistrés à la surface du disque perpendiculairement à l'axe de torsion

V.3.2. Microscope Electronique en Transmission (MET)

V.3.2.1 Principe

Le microscope électronique à transmission utilise le même type de canon à électron que le MEB. Ici, le faisceau est focalisé par un système de lentilles magnétiques sur un échantillon extrêmement fin. Le faisceau électronique traversant l'échantillon interagit avec

Chapitre V : Matériau utilisé et techniques expérimentales

les atomes constituant ce dernier, et produit différentes sortes de rayonnements. Les observations portent essentiellement sur le faisceau transmis, L'image (ou cliché de diffraction) obtenue peut être vue sur un écran fluorescent, enregistrée sur un film photographique ou bien détectée par un capteur CCD. Il y a trois mode principales d'observation par MET ;

- Mode en champ clair ; L'écran est placé dans le plan image. Un diaphragme d'objectif est placé dans le plan focal de manière à sélectionner uniquement le faisceau transmis en ligne droite par l'échantillon. Ce sont donc uniquement les électrons non diffractés qui formeront l'image sur l'écran.
- Mode en champ sombre ; En plaçant un diaphragme dans le plan focal, on peut sélectionner un faisceau diffracté particulier pour former l'image. L'image est donc formée uniquement par les électrons diffractés à un angle particulier, on obtient un contraste dit " en champ sombre " (Dark Field). Selon l'orientation locale d'un cristal, soit celui-ci laisse passer les électrons en ligne droite, auquel cas on a un contraste clair, soit il dévie les électrons et l'on obtient un contraste sombre.
- Mode diffraction ; En se plaçant dans le plan focal du faisceau et non plus dans le plan image (en changeant la tension dans les lentilles électro-magnétiques), on obtient le diagramme de micro diffraction, semblable aux clichés de Laue obtenus en diffraction de rayons X

V.3.2.2 Instrumentation et procédure

Pour l'examen de microstructure par microscopie électronique en transmission (MET), les disques de 3 mm de diamètre et de 150 µm d'épaisseur ont été prélevés sur les disques à mi-rayon puis électro-polies utilisant une installation double fenêtre avec un mélange de HNO₃ + CH₃OH à une température de -35 ° C. Ainsi, les microstructures ont été observées dans les sections s'étendant parallèlement aux surfaces supérieure et inférieure des disques déformés par HPT. Les lames minces ont été examinés dans un MET FEI TECNAI G2 fonctionnant à 200 kV et les figures de diffraction d'électrons correspondante ont été prises dans les zones ayant des diamètres d'au moins 5 microns.

V.3.4. Microdureté Vickers

Dans le but de suivre l'évolution de la dureté de l'alliage étudié en fonction de la déformation appliquée par HPT, des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées.

V.3.4.1. Principe

L'essai de dureté se fait en appliquant un pénétrateur avec une force F sur la surface du matériau à étudier. On déduit la dureté en mesurant les dimensions de l'empreinte.

Dans le cas d'une dureté Vickers le pénétrateur a une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . Une empreinte de forme carrée est alors laissée par l'indentation. Le calcul de la dureté se fait par la mesure des deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique, la dureté se calcul en H_v selon l'équation suivante :

$$H_v = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

La figure V.9 montre un exemple d'une empreinte de dureté Vickers effectué sur notre alliage à l'état initial.

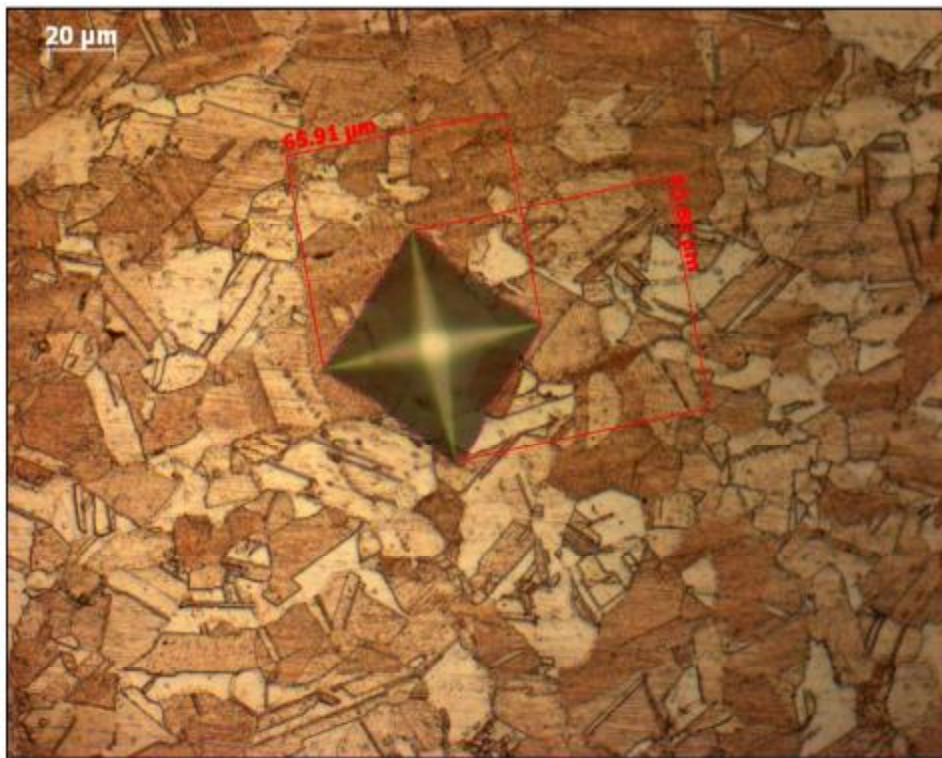


Figure V.7 Image métallographique d'une empreinte de dureté Vickers appliquée à l'alliage $CuNiSi$ à l'état reçu.

V.3.4.2. Instrument et procédure

Les tests de microdureté Vickers ont été effectués à l'aide d'un duromètre Zwick 3212. Tous les échantillons ont été polis mécaniquement et des mesures de microdureté Vickers (HV) ont été prises avec une charge de 0,98 N maintenu par un temps de 10s. Les valeurs de dureté sont mesurées à travers le diamètre de chaque disque avec des tests effectués à des points séparés par 0,3 mm. À chaque point, la microdureté moyenne a été déterminée à partir de quatre mesures distinctes regroupées uniformément autour de la position sélectionnée. La figure V.6 montre le schéma d'un quart d'échantillon et les lieux des mesures de la microdureté Vickers.

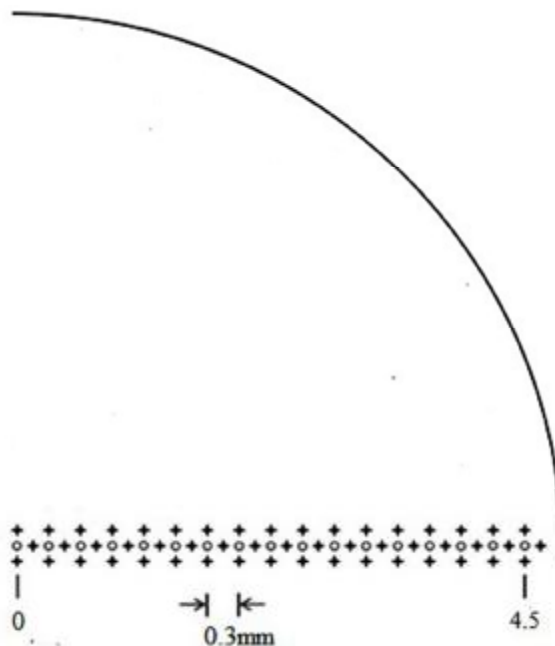


Figure V.8 Schéma d'un quart de disque déformé par HPT illustrant les positions où les mesures de microdureté ont été prises.

V.3.5. Analyse des profils de raies de diffraction des rayons X

L'analyse des profils de raies de diffraction des rayons X a été réalisée pour chaque échantillon sur des surfaces planes et polies à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (XRD) Philips X'Pert-PRO PW 3040 avec une source de rayonnement en cuivre fonctionnant à 40 kV et 20 mA. Les diffractogrammes ont été enregistrés avec un pas de 0.02° et un temps de comptage de 4 s par pas, l'angle de Bragg 2θ a été varié de 25° à 110° .

Chapitre V : Matériau utilisé et techniques expérimentales

Pour étudier les défauts microstructuraux et les tailles des domaines de diffraction X, les diffractogrammes des rayons X ont été analysés en utilisant la méthode WPPM (Whole Powder Pattern Modeling) implémenté dans le logiciel PM2K, un puissant outil pour l'analyse de la microstructure en utilisant la XRD.

Chapitre VI

RESULTATS ET DISCUSSIONS

PARTIE A

**EVOLUTION DE LA
MICROSTRUCTURE ET LA TEXTURE
APRES DEFORMATION PLASTIQUE
SEVERE PAR HPT**

Introduction

Bien que l'étude de l'évolution de la texture des matériaux déformés par ECAP a été largement traitée et consignée dans la littérature [1-3], peu d'informations concernant l'évolution de la texture dans le cas des matériaux déformés par HPT est constatée. Ce manque d'informations est encore plus vérifié pour l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) utilisé dans ce travail sur lequel aucune étude n'a été reportée.

Cette partie du chapitre VI a pour objectif l'étude de l'évolution de la microstructure et texture de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) sévèrement déformé par HPT. La taille moyenne des grains et leur distribution ainsi que la distribution des joints de grains ont été calculées à partir de la technique des électrons retro diffusés sur un MEB (EBSD). L'analyse de l'évolution de la texture est suivie en calculant les fonctions de distributions des orientations (FDOC).

VI.A.1 Microstructure avant déformation

L'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) a été caractérisé par EBSD avant la déformation par HPT, les figures VI.A.1- 2 présentent respectivement la cartographie et la distribution de la taille des grains à l'état initial. Dans cet état non traité, le matériau est constitué de grains relativement équiaxes ayant une taille moyenne d'environ 20 μm . Une grande quantité de macles est présente dans le matériau. Elles sont reconnaissables par leur forme rectangulaire et leur différente couleur par rapport au grain hôte.

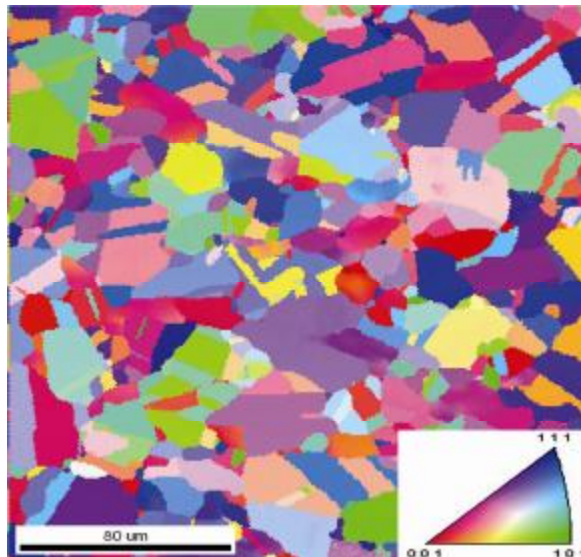


Figure VI.A.1 Cartographie EBSD obtenue avant déformation, en bas à droite code couleurs des orientations.

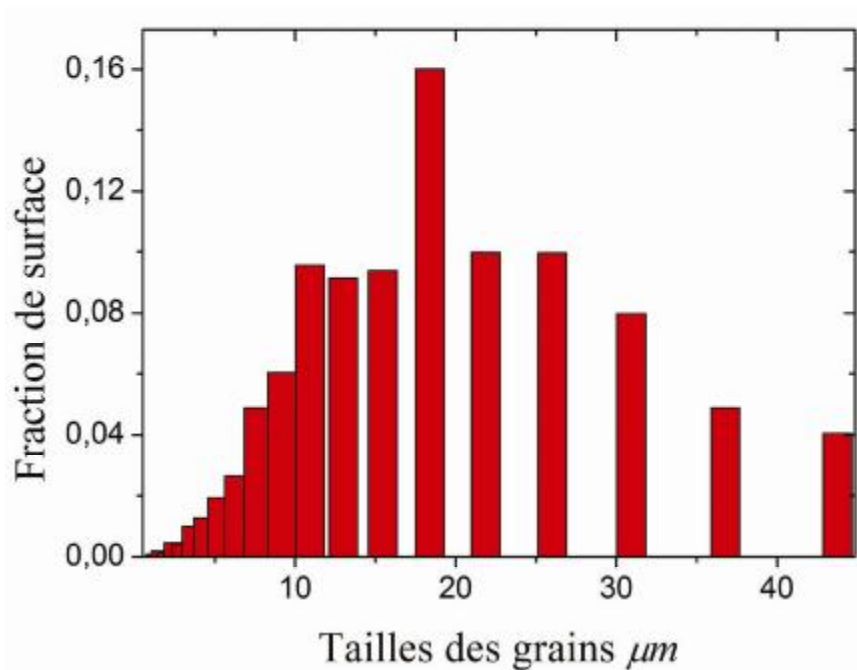


Figure VI.A.2 : Distribution de la taille des grains obtenus par EBSD de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) à l'état initial.

La figure VI.A.3 montre la distribution des désorientations des joints de grains tracés à partir des résultats obtenus par EBSD. Il ressort de la figure que la fraction des joints de grains à grands angles (HAGB) est d'environ 80% et une majorité des joints sont des joints de macles de premier ordre ($\Sigma 3$ 60° $\langle 111 \rangle$).

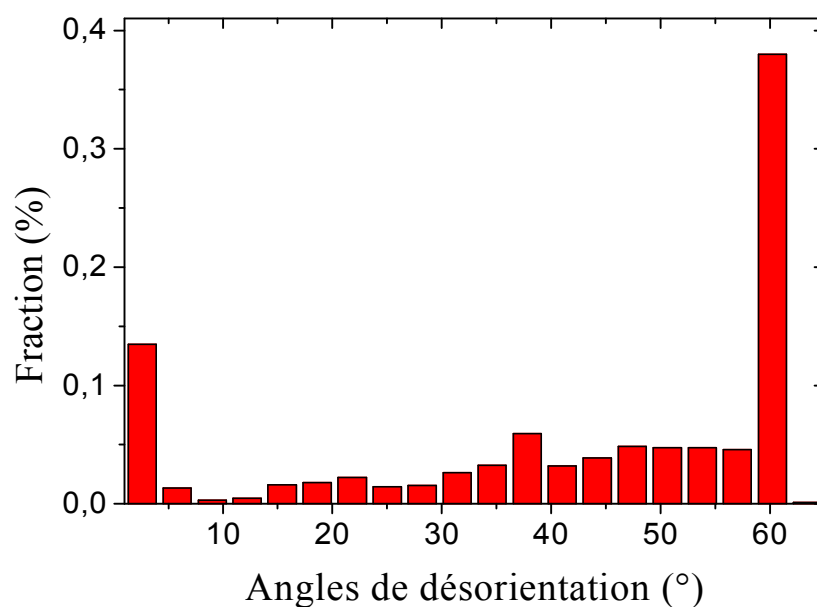


Figure VI.A.3 Histogramme des angles de désorientation des joints de grains de l'alliage à l'état initial.

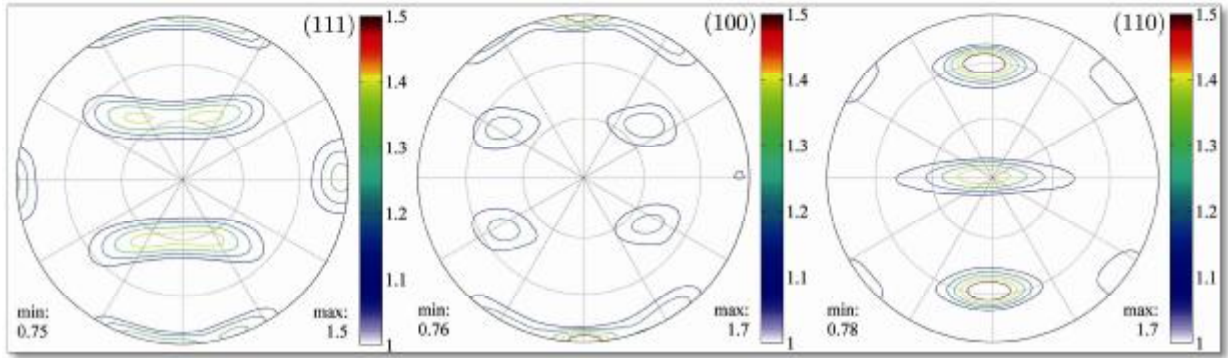


Figure VI.A.4 : Figures de pôle (111), (100) et (110) respectivement des textures à l'état initial de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids).

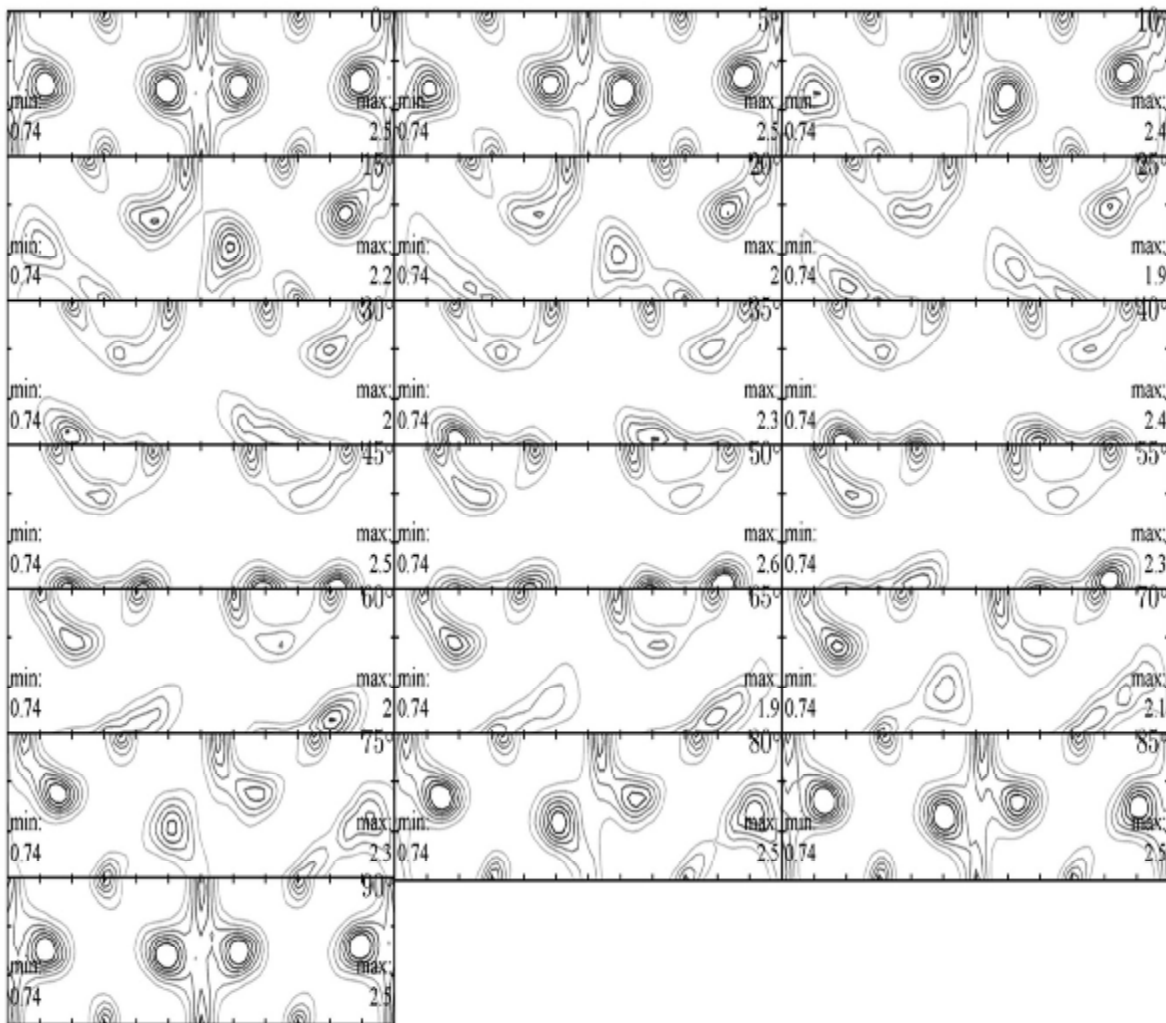


Figure VI.A.5a Evolution de l'FDOC des échantillons de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) à l'état initial. (Coupes pour $\phi_1 = \text{cte}$ dans l'espace d'Euler avec des intervalles $\phi_1 = 5^\circ$).

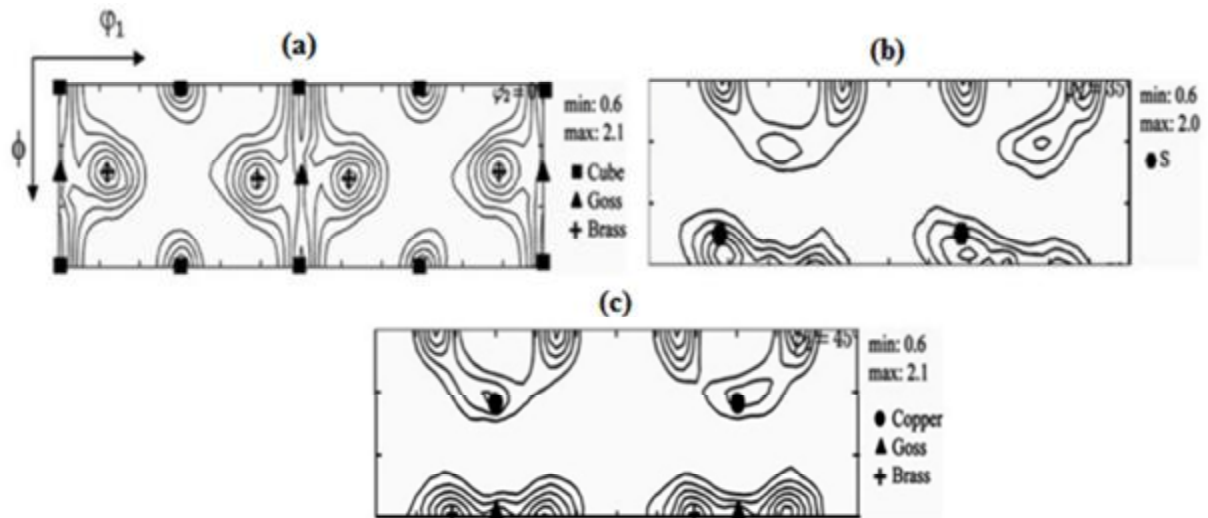


Figure VI.A.5b Coupes FDOC calculées à ϕ_2 : **a)** 0° , **b)** 35° et **c)** 45° .

La Figure VI.A.4 présente les figures de pôles (111), (200) et (220) respectivement des textures à l'état initial de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids). D'après cette figure VI.A.4 ainsi que celles qui présentent les FDOC's (Figures VI.A 5a et b), la texture n'est pas accentuée (les maxima d'intensité ne dépassent pas 1.7 pour les FP's et 2.5 pour les FDOC's) et est du type Cuivre classiquement observée dans les matériaux cubiques à faces centrées après laminage. La microstructure et la texture sont une conséquence directe du processus d'élaboration et de mise en forme de fabrication qui ont intégré un laminage à chaud. Il devrait être noté qu'il est nécessaire d'observer une certaine prudence dans l'analyse des textures de déformation à chaud, car la restauration et la recristallisation dynamique peuvent se produire avant la trempe, ce qui peut rendre aléatoire (randomiser) la texture [4].

VI.A.2 Evolution de la microstructure après déformation par HPT

Les figures VI.A. (6-17) montrent des micrographies d'imagerie d'orientations représentant les diverses microstructures et les histogrammes de la taille des grains correspondantes après déformation par HPT à $N = 0,5, 1, 5$ et 10 tours à proximité du centre, à la position du demi-rayon et à proximité du bord de chaque disque.

Les micrographies obtenues après 1, 5 et 10 tours sont prises au même grossissement, mais pour des raisons de lisibilité, le grossissement est plus faible pour les images à 0.5 tour.

A 0.5 tours, figure VI.A.6, la taille moyenne des grains au centre du disque reste proche de celle de l'état initial autour de $20 \mu m$, néanmoins l'histogramme correspondant montre bien la disparition des grains ayant la taille entre 30 et $40 \mu m$.

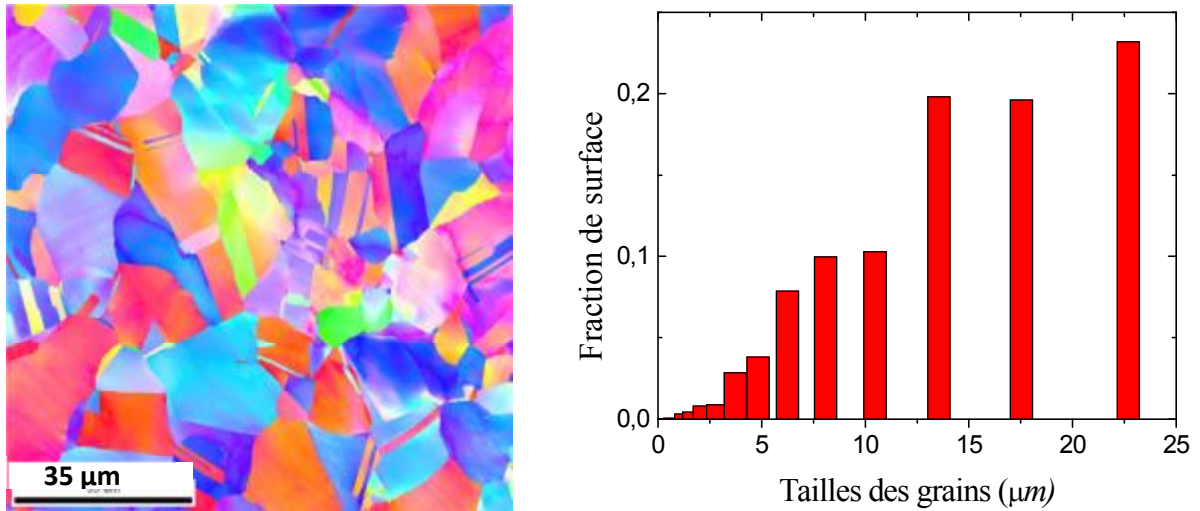


Figure VI.A.6 Cartographies EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation à 0.5 tour et au centre du disque.

A demi-rayon, figure VI.A.7, l'affinement des tailles des grains est déjà bien amorcé, les tailles sont en dessous de 10 μm , avec un changement de comportement qui se manifeste par l'apparition d'une distribution log-normale centrée autour de 1.2 μm au détriment de l'allure gaussienne, initialement observée à l'état non déformé par HPT.

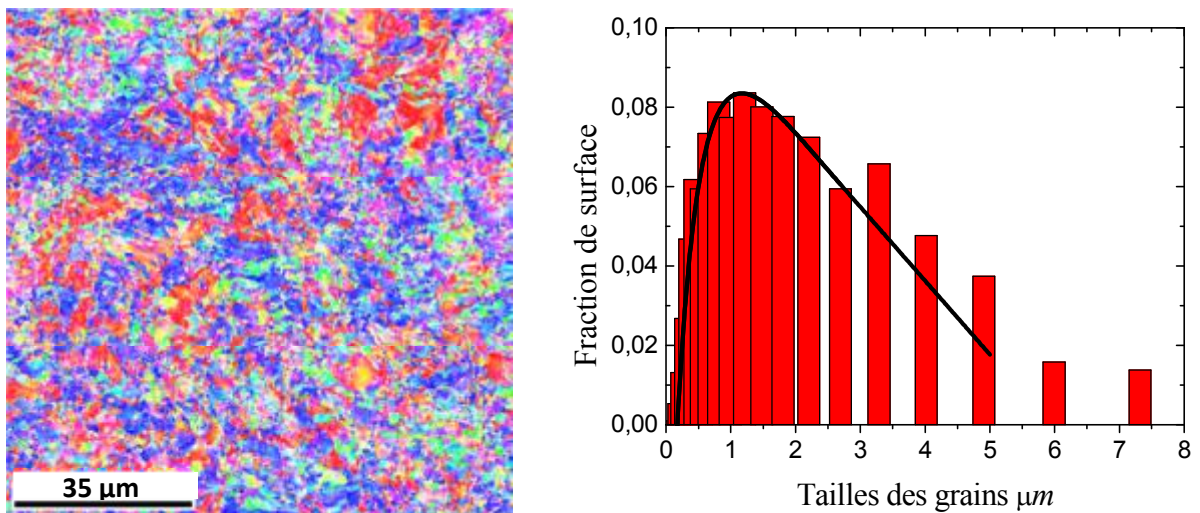


Figure VI.A.7 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 0.5 tours et à mi-rayon du disque.

Au bord du disque (figure VI.A.8) la cartographie EBSD montre des grains équiaxes et homogènes avec une distribution de taille log-normale, centrée autour de 0.4 μm , avec une largeur de 0.35 μm . A ce stade de déformation, la disparité des tailles des grains observée

entre le centre, le mi-rayon et le bord du disque est très élevée, ce qui est en accord avec le mécanisme de déformation induit par HPT.

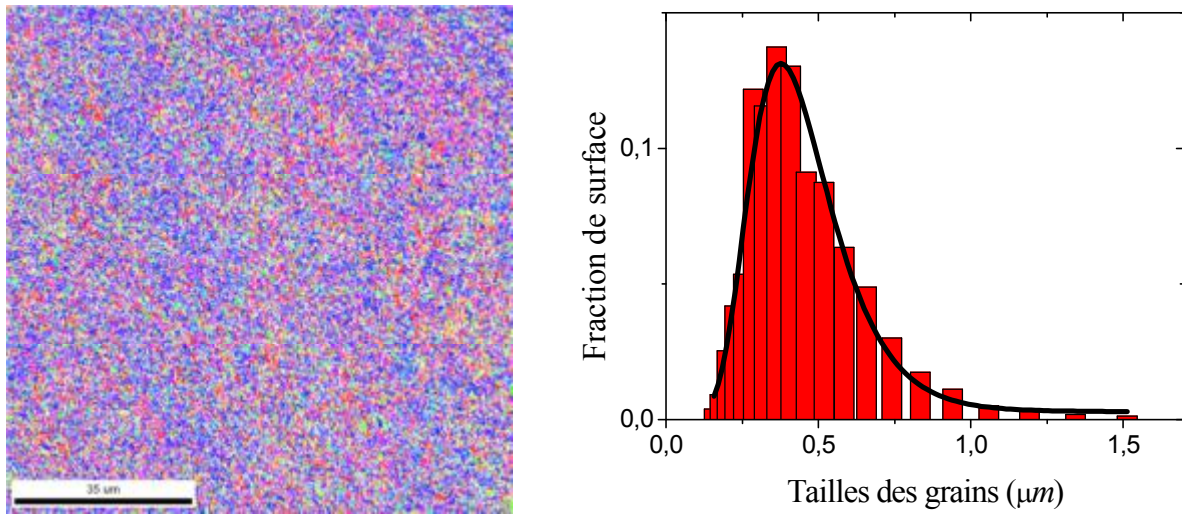


Figure VI.A.8 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation à 0.5 tours et au bord du disque.

A 1 tour de déformation, la taille des grains au centre du disque (figure VI.A.9) est toujours aussi inhomogène, avec une concentration autour de 10 μm. Par contre la taille moyenne a diminué de moitié en passant de 0.5 à 1 tour.

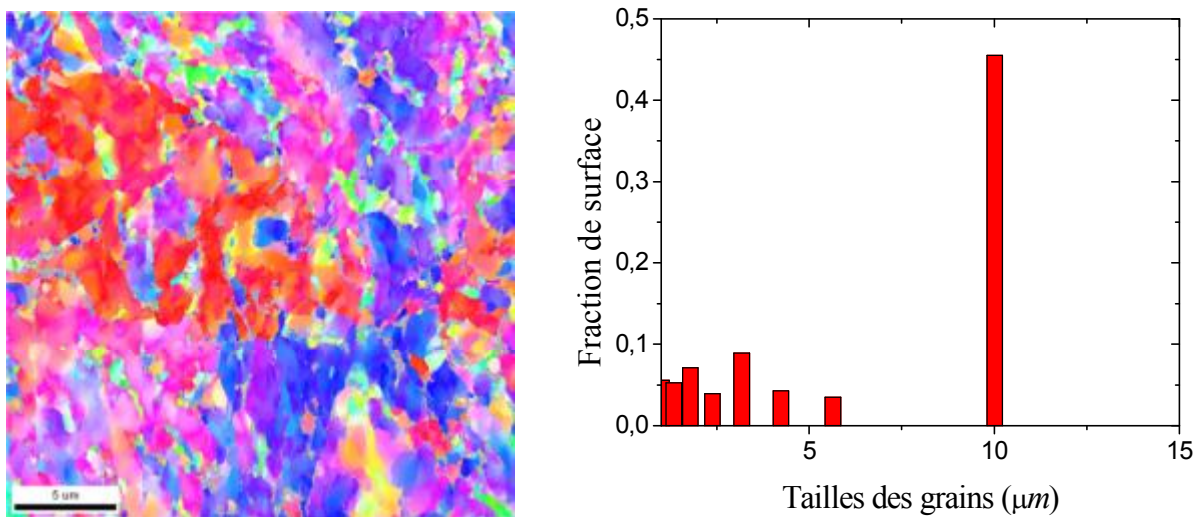


Figure VI.A.9 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 1 tour et au centre du disque.

A mi-rayon, la largeur de la distribution est toujours élevée ($0.65\mu\text{m}$), néanmoins, la taille moyenne a diminué de moitié par rapport à 0.5 tour de déformation par HPT.

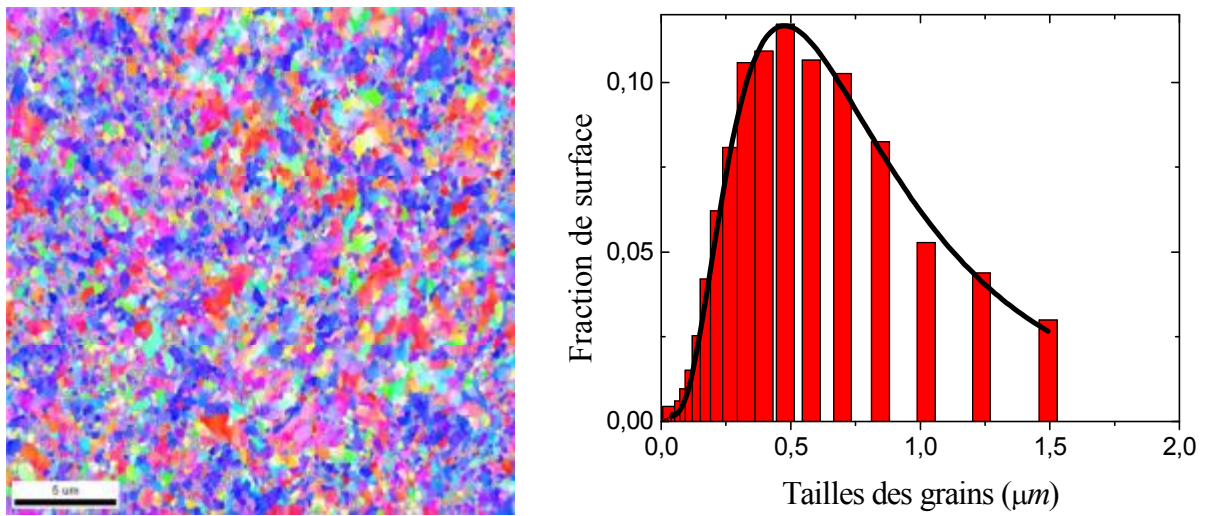


Figure VI.A.10 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 1 tour et à mi-rayon du disque.

Au bord du disque déformé par HPT à 1 tour (figure VI.A.11), le degré d'affinement de la taille de grains est très avancé avec une valeur moyenne autour de 300 nm et un fort rétrécissement de la largeur de distribution.

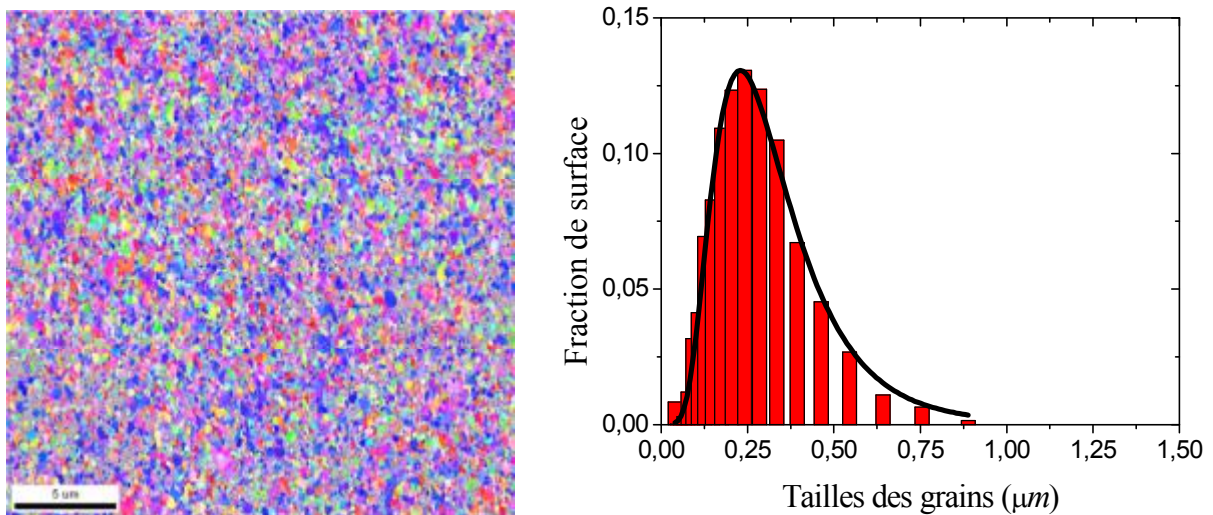


Figure VI.A.11 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 1 tour et au bord du disque.

Chapitre VI : Résultats et discussions

Après un taux déformation par HPT de 5 tours, les cartographies EBSD représentées dans les figures VI.A.(12-14), montrent une répartition des grains homogène le long du rayon du disque, avec une taille moyenne et une largeur de distribution quasi-identique à mi-rayon et au bord du disque, et légèrement inférieure au centre.

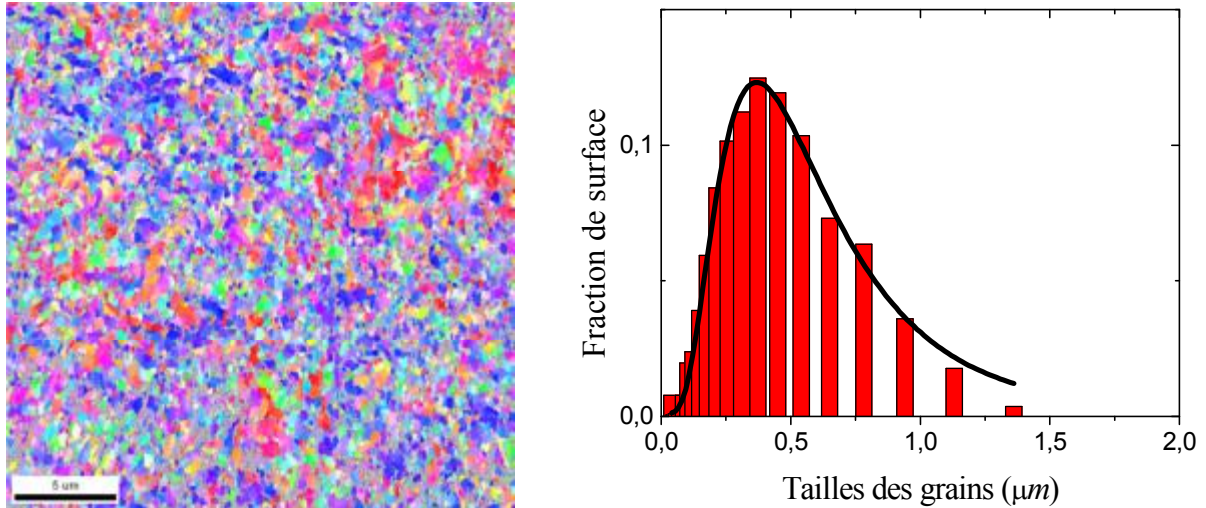


Figure VI.A.12 Cartographies EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 5 tours et au centre du disque.

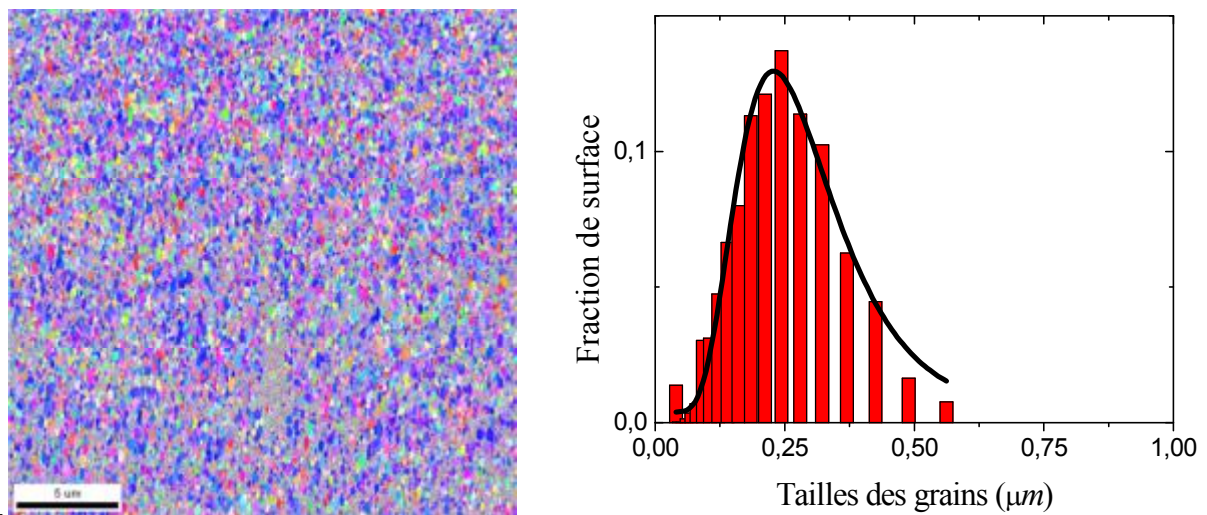


Figure VI.A.13 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 5 tours et à mi-rayon du disque.

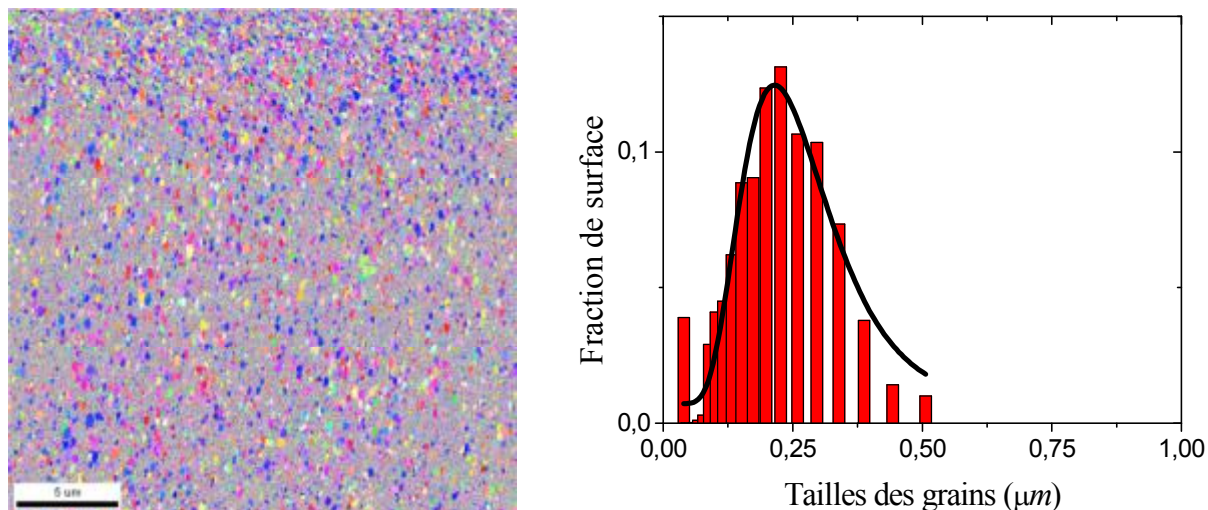


Figure VI.A.14 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 5 tours et au bord du disque.

Après un taux déformation par HPT de 10 tours, les cartographies EBSD représentées dans les figures VI.A(15-17), confirment la tendance de saturation de la taille des grains observée à 5 tours. Que ce soit au centre, à mi-rayon ou au bord du disque, la répartition des grains est équiaxes et homogène, avec des tailles moyennes autour de ~200 nm.

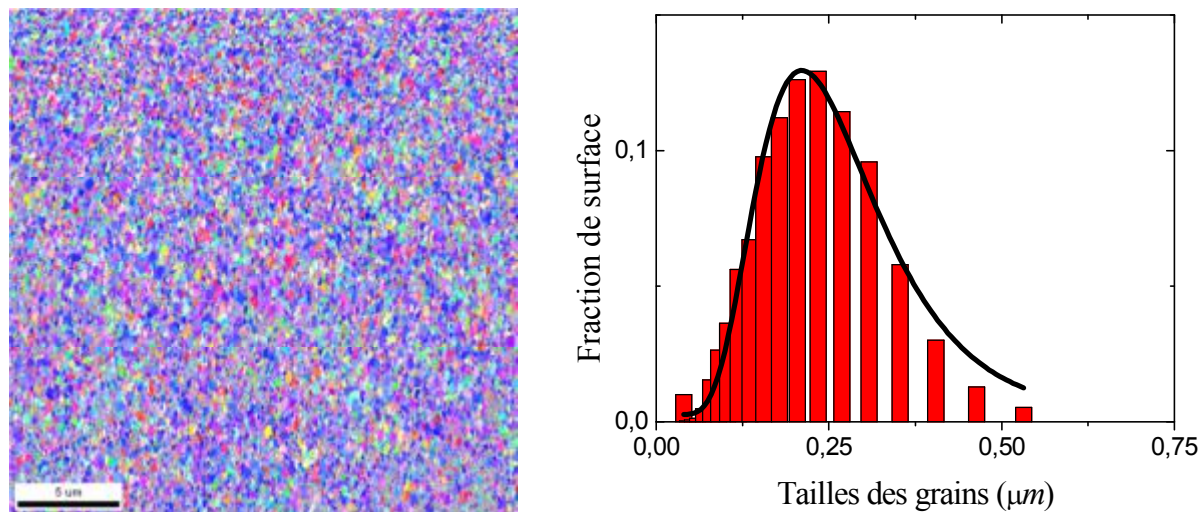


Figure VI.A.15 Cartographies EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 10 tours et au centre du disque.

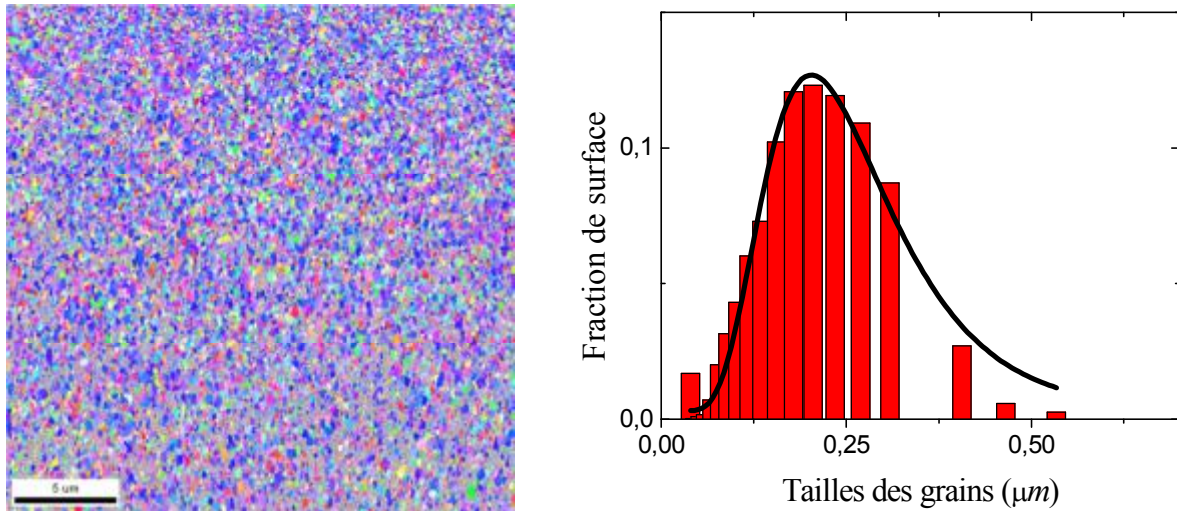


Figure VI.A.16 Cartographies EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation à 1 tour et à mi-rayon du disque.

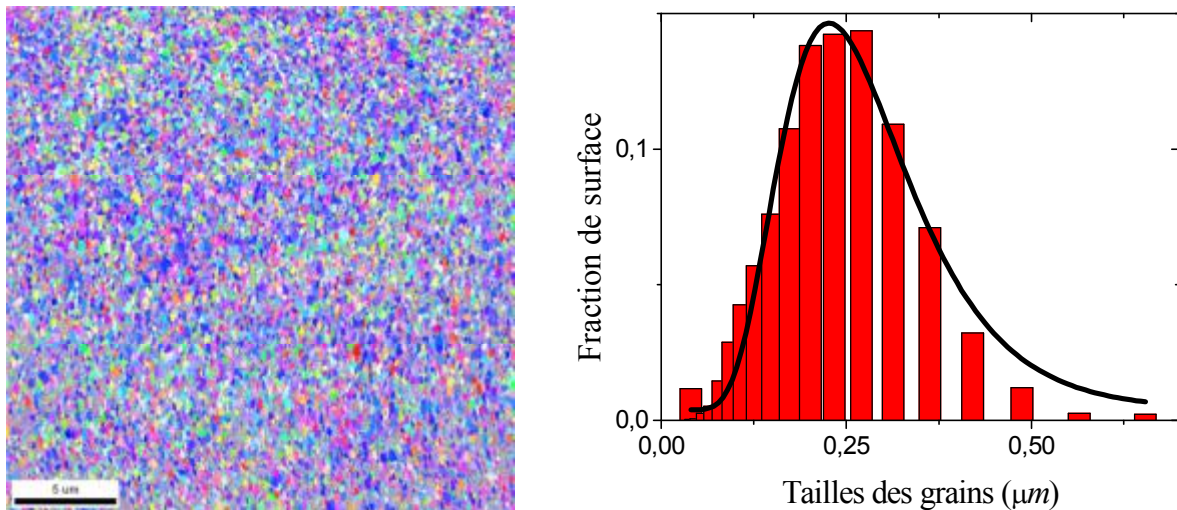


Figure VI.A.17 Cartographie EBSD et histogramme de la taille des grains obtenus après déformation par HPT à 1 tour et au mi-rayon du disque.

L'analyse de la microstructure à partir de ces images, montre clairement que la déformation par HPT introduit un affinage très important de la taille des grains et que les ces derniers deviennent plus affinés dans deux conditions différentes :

- (i) L'augmentation du nombre de tours.
- (ii) L'augmentation de la distance par rapport au centre du disque déformé par HPT.

Finalement, une saturation raisonnable dans la taille des grains est atteinte, ce qui est en accord avec plusieurs travaux antérieurs [5-7].

L'évolution progressive de la taille des grains vers un état de saturation est représentée par l'historgramme de la Figure VI.A.18, où il y a des inhomogénéités importantes après 0,5 et 1 tour, mais une évolution vers un état raisonnablement homogène après 5 et 10 tours. À l'état de saturation après 10 tours, la taille moyenne des grains est aux alentours de ~ 200 nm et ceci est similaire à la taille de grain de 150 nm ~ observée par MET après déformation par HPT à 5 tours d'un alliage Cu-Ni-Si de concentration proche de notre alliage [8].

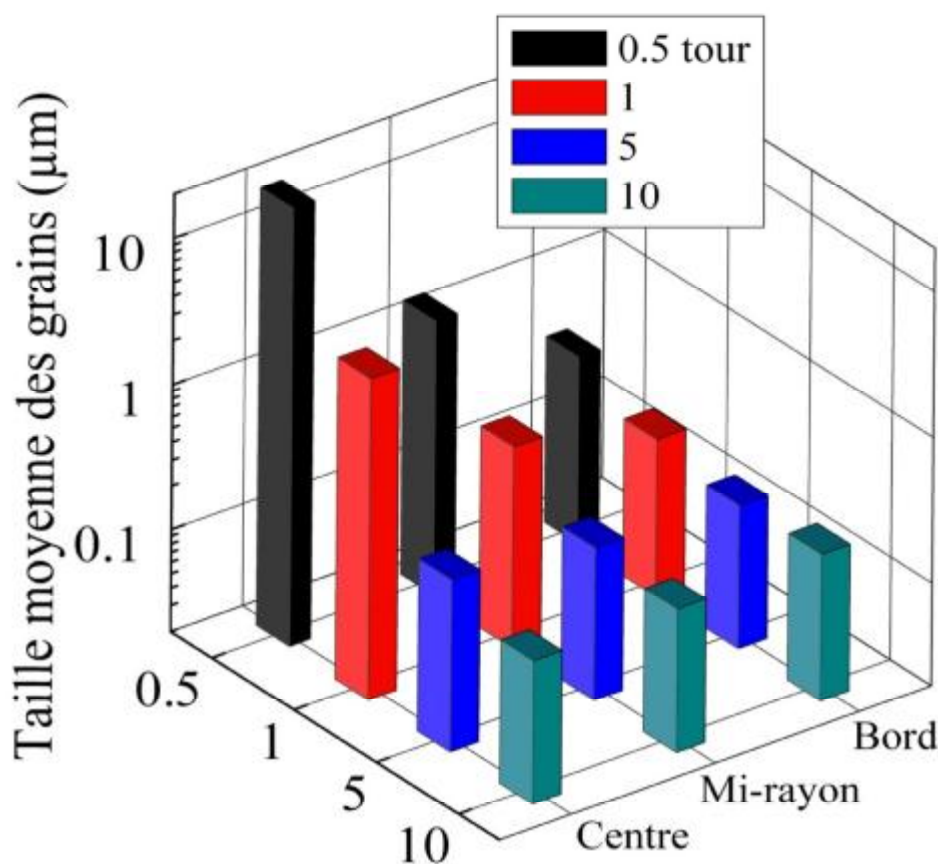


Figure VI.A.18 Evolution de la taille moyenne des grains après déformation par HPT, au centre, au demi-rayon et au bord de chaque disque après déformation à $N = 0.5, 1, 5$ et 10 tours.

Les histogrammes des angles de désorientations des joints de grains sont présentés sur les Figures VI.A.19-21 pour les disques déformés par HPT de $N = 0.5$ à 10 tours, où la fraction volumique est représentée en pourcentage en fonction de la désorientation. Ces histogrammes sont déterminés par rapport aux différentes positions du disque déformé par HPT (au centre, à la position du demi-rayon et à proximité du bord de chaque disque).

Il ressort clairement de ces distributions qu'il y a toujours une grande fraction des faibles angles de désorientation dans tous les disques, même après déformation à 10 tours, mais il

existe néanmoins une évolution progressive vers des angles de désorientation supérieurs avec un nombre croissant de tours.

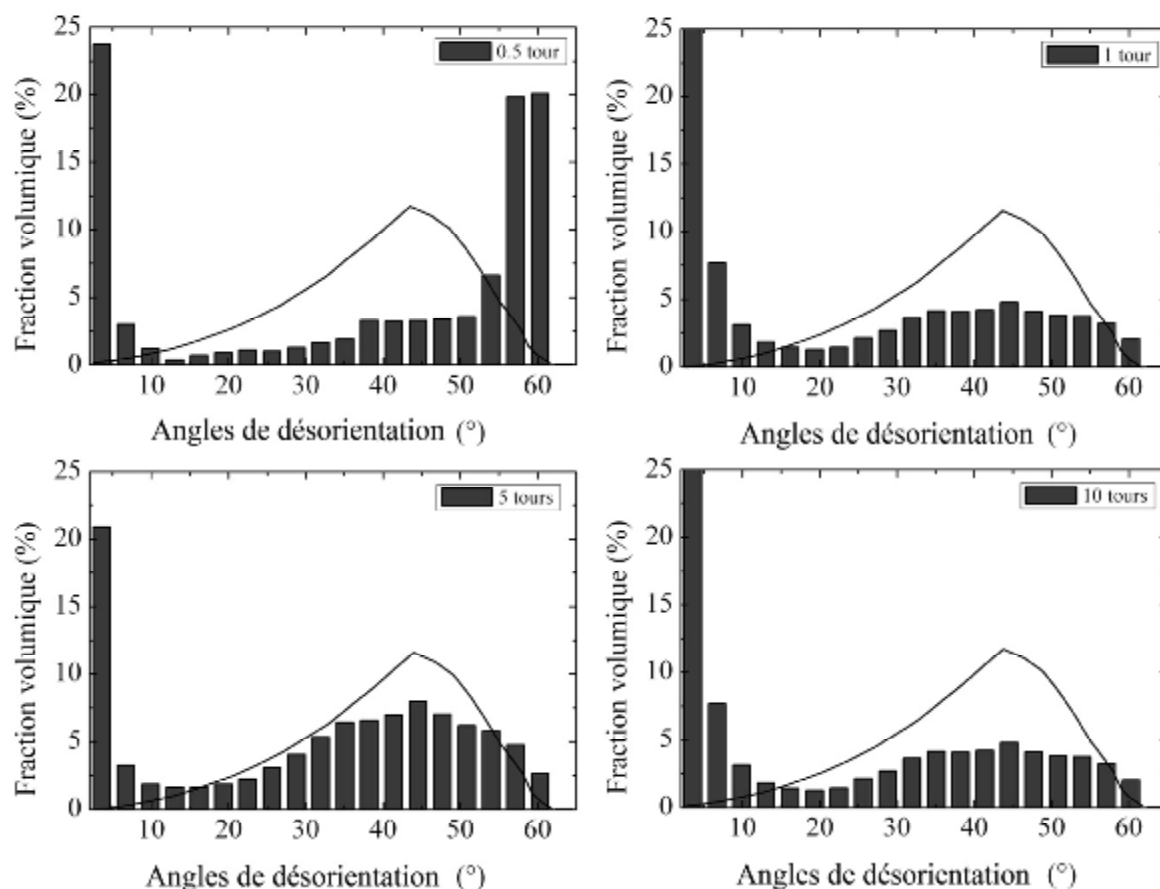


Figure VI.A.19 : Histogramme des angles de désorientations des joints de grains après déformation par HPT au centre de chaque disque déformé à $N = 0.5, 1, 5$ et 10 tours.

La fraction volumique des angles de faible désorientation persistante est cohérente avec les résultats expérimentaux rapportés plus tôt sur Al pur [9] et dans le cas d'un alliage Mg Al-1% [10] déformé par ECAP et l'effet a été attribué à l'introduction continue de dislocations au cours des hyper déformations répétitives. Un processus similaire pourrait être actif lors de la déformation par HPT. Les figures VI.A.19-21 montrent également une ligne continue sur chacune des figures qui correspond à la prédiction statistique pour un ensemble d'orientations aléatoires [11-12]. Néanmoins, il est évident que même si cette prédiction est combinée avec les mesures prises sur le bord du disque après 10 tours, bien que, ces conditions soit optimales, la courbe statistique n'est pas complètement remplie et il reste un excès d'angles de faibles désorientations. Ces résultats sont cependant très semblables à des études antérieures sur un matériau pur l'Al-6061 [13], et d'un alliage Al-Mg-Si [14] déformé par HPT.

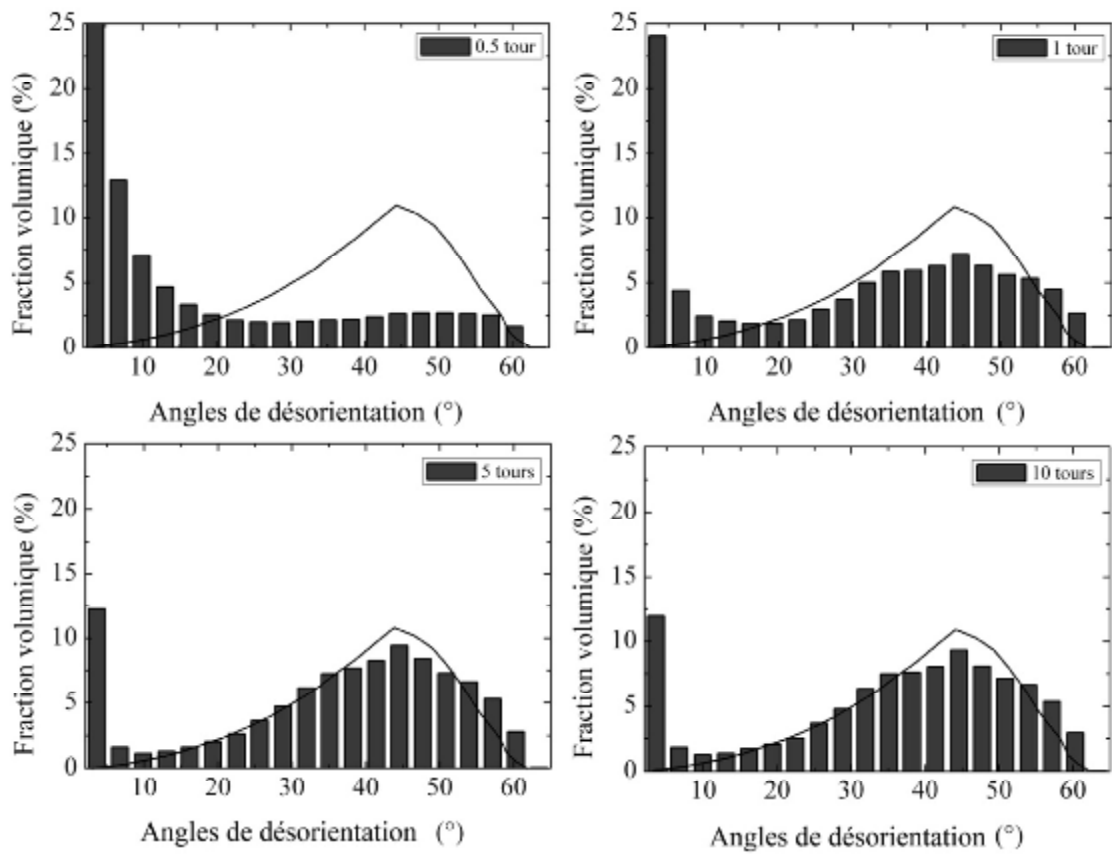


Figure VI.A.20 : Histogramme des angles de désorientations des joints de grains après déformation par HPT au demi-rayon de chaque disque déformé à $N = 0.5, 1, 5$ et 10 tours.

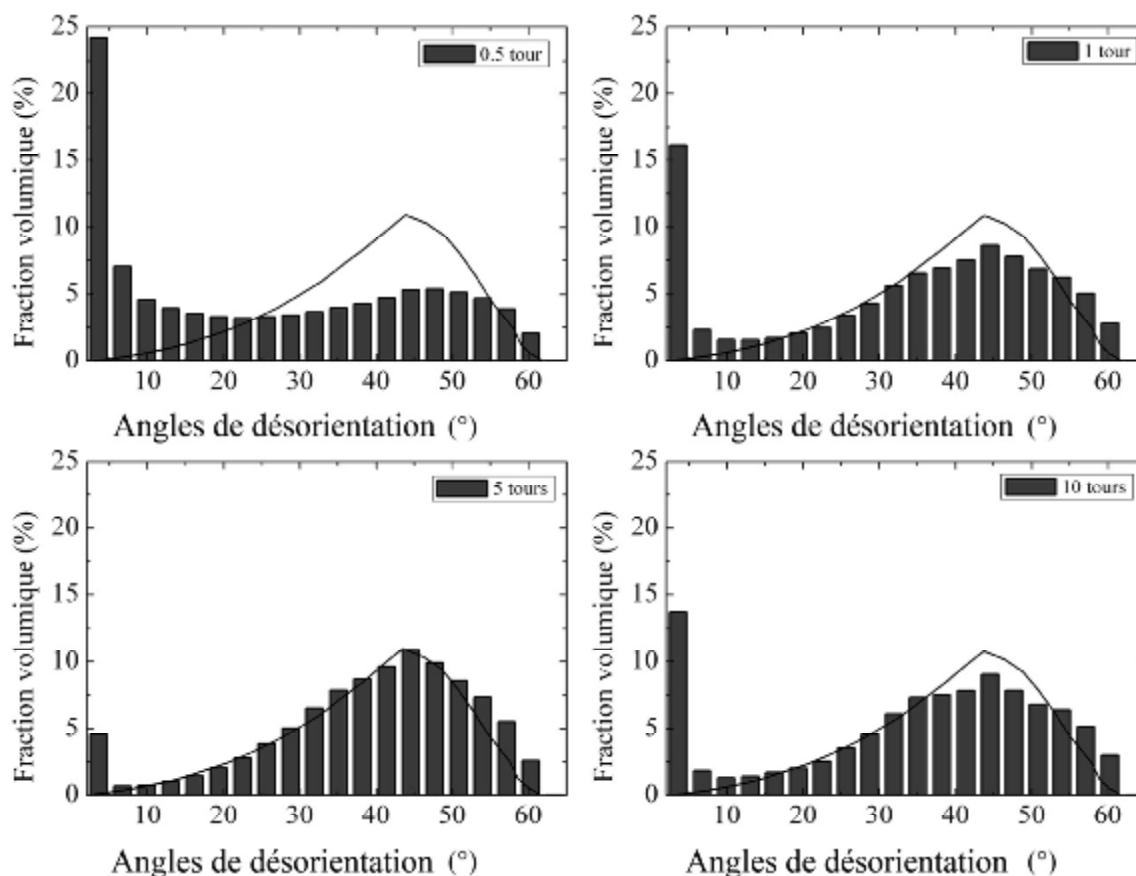


Figure 6.A.21 : Histogramme des angles de désorientations des joints de grains après HPT au bord de chaque disque déformé à 0.5, 1, 5 et 10 tours.

L'historgramme présenté sur la figure VI.A.22 fournit des informations complémentaires sur l'évolution de la fraction volumique des HAGBs, à la fois en fonction de la position dans le disque et par rapport au nombre de tours. Cette illustration montre qu'aux premiers tours les fractions volumiques des HAGBs sont généralement plus près du bord du disque, mais après 10 tours ces fractions volumiques deviennent assez similaires dans toutes les positions. Toujours sur le même histogramme la mesure de la fraction volumique de HAGBs se stabilise à une valeur maximale d'environ 68% au bout de 5 tours ou plus. Cette valeur est encore assez similaire aux valeurs maximales de HAGBs de 74% obtenus pour de l'Al pur [9] et de 65% dans un alliage Mg Al-1% [10] après déformation par ECAP.

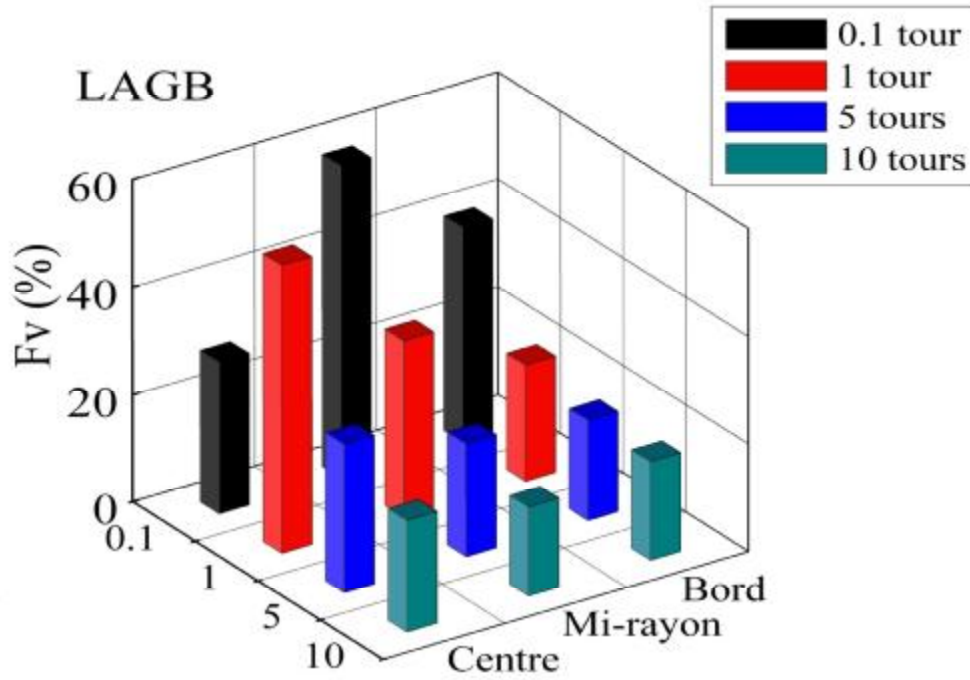


Figure VI.A.22 : Evolution des fractions volumiques des faibles angles de désorientation des joints de grains (LAGBs) au centre, au demi-rayon et au bord de chaque disque déformé par HPT à $N = 0.5, 1, 5$ et 10 tours

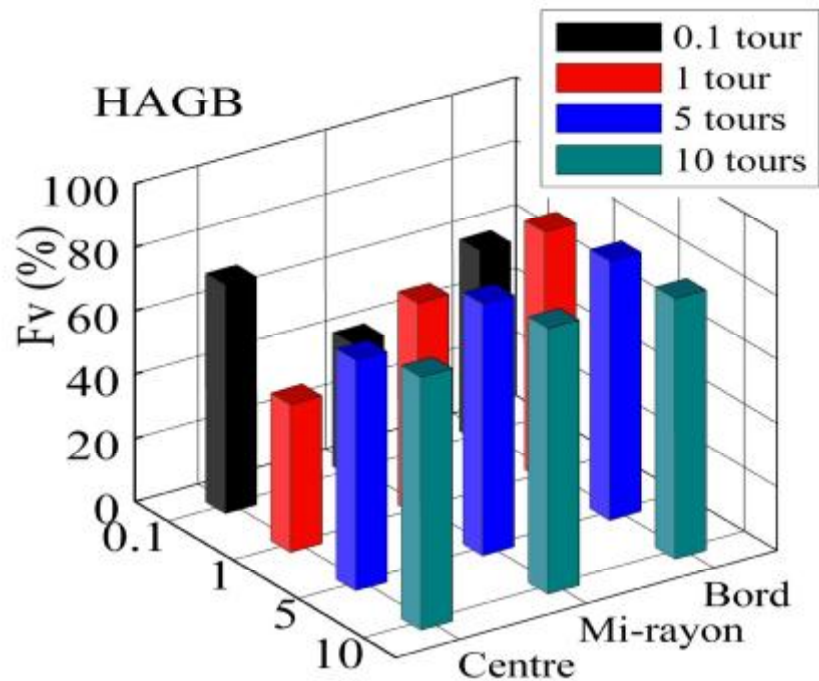


Figure VI.23 : Evolution des fractions volumiques des grands angles de désorientation des joints de grains (HAGBs) au centre, au demi-rayon et au bord de chaque disque déformé par HPT à $N = 0.5, 1, 5$ et 10 tours.

VI.A.3 Evolution de la texture après déformation par HPT

La figure VI.A.24 est une compilation des sections FDOC à $\phi_2 = 45^\circ$ pour les échantillons déformés par HPT à $N = 0,5, 1, 5$ et 10 tours mesurés à proximité du centre (colonne de gauche), à mi-rayon (colonne centrale) et près du bord des disques (colonne de droite).

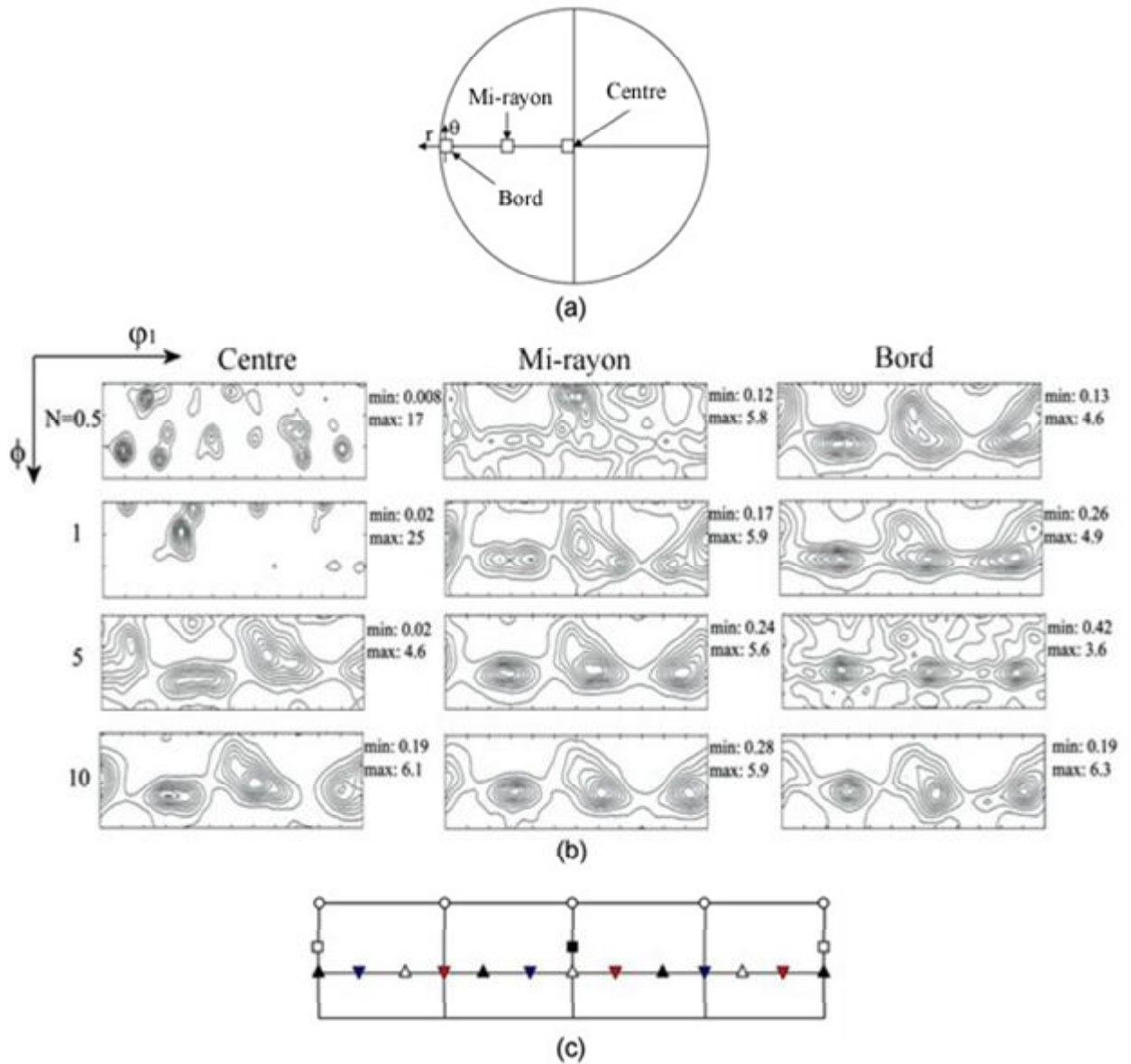


Figure VI.A.24 : (a) Zones des disques déformés par HPT où ont été effectuées les mesures de texture, (b) sections FDOC à $\phi_2 = 45^\circ$ au centre, mi-rayon et au bord de chaque disque déformé par HPT à $N= 0.5, 1, 5$ et 10 tours, (c) position des composantes idéales de texture décrites dans le tableau VI.A.1.

Chapitre VI : Résultats et discussions

La répartition des zones d'échantillons après déformation par HPT, correspondant aux points où les mesures de texture ont été effectuées, est décrite sur la Figure VI.A.24(a). Cette figure présente également le plan de cisaillement (r, θ) et la direction de cisaillement θ . Il convient de noter que les sections FDOC pour $N = 0,5$ et $N = 1$ (au centre) ne peuvent pas être analysées car les zones mesurées sont trop petites, de sorte que le nombre de grains est insuffisant pour calculer une FDOC avec une bonne statistique. Les textures de l'alliage Cu-Ni-Si après déformation par HPT sont entièrement caractérisées par les orientations A, A*, B et C: pour plus de commodité, les orientations idéales pour métaux cubiques à faces centrées dans le cas de la déformation par HPT sont résumées dans le tableau VI.A.1.

Nom	Plan de cisaillement / Direction	Symbole	Plan de cisaillement / Direction	Symbole
A	$\{111\} \langle \bar{1}10 \rangle$	\triangle	$\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$	\blacktriangle
A*	$\{111\} \langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle$	\blacktriangledown	$\{111\} \langle \bar{2}11 \rangle$	\blacktriangledown
B	$\{112\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$	\square	$\{112\} \langle \bar{1}10 \rangle$	\blacksquare
C	$\{001\} \langle 110 \rangle$	\circ		

Tableau VI.A.1 Composantes des orientations idéales pour les matériaux cfc déformés par HPT pour les coupes d'FDOC à $\varphi_2 = \text{cte}$.

Les évolutions d'intensités dans les FDOCs peuvent être comprises en examinant la figure VI.A.24 après 0,5 tour, les quatre composantes de texture sont visibles et leur évolution est plus rapide au niveau du bord du disque. A un tour, la texture se stabilise généralement autour des principales composantes bien que certaines fluctuations de leurs positions sont évidentes. Il est également à noter que l'intensité de la composante C (Rotated Cube) diminue de manière significative. Après 5 et 10 tours, il est évident qu'il y a une saturation de texture accompagnée du renforcement autour de la seule composante A* (orientation $\{111\} \langle 2\bar{1}1 \rangle$) et d'une disparition de la composante C (Rotated Cube). Les composantes A et B sont également présentes mais avec des valeurs d'intensité plus faibles. Il est aussi important de noter que le renforcement autour de A* devient apparent sur le bord du disque après seulement 0,5 tour.

VI.A.4. Discussion

Le principal résultat dans cette section est que la déformation par HPT conduit à un affinement considérable des grains dans l'alliage Cu-Ni-Si, où les grains sont affinés plus rapidement autour de la périphérie du disque et comme le montrent les figures VI.6-17, la

Chapitre VI : Résultats et discussions

taille des grains au niveau du bord du disque est très proche d'un état de saturation après seulement 1 tour. En continuant l'hyper déformation jusqu'à 10 tours, une très bonne homogénéité de la microstructure est réalisée tout au long du disque avec des tailles de grains similaires dans toutes les positions. Cette homogénéité est un très bon argument pour l'utilisation de l'HPT pour des déformations d'alliage Cu-Ni-Si.

Ces résultats sont en bon accord avec ceux rapportés pour d'autres matériaux déformés par HPT tel que de l'aluminium de haute pureté et ses alliages [15-17].

En pratique, la déformation équivalente (de Von Mises) imposée en HPT, ε_{eq} , est donnée par une relation de la forme [18-20] :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}}$$

Où N est le nombre de tours, r est le rayon du disque et h est la hauteur (ou l'épaisseur) du disque.

Il s'en suit que la contrainte imposée résultant uniquement de la torsion est nulle au centre du disque. Néanmoins, la présence d'une pression appliquée importante dans le traitement par HPT conduit à une déformation au voisinage de la position centrale ce qui finit par le conduire dans une évolution progressive dans un état relativement homogène. Cette évolution vers une homogénéité structurale a été modélisée avec succès en utilisant le modèle du gradient de déformation plastique [21]. Il a été démontré précédemment que les caractéristiques microstructurales dans les centres des disques HPT dépendent du taux de restauration dans le matériau et donc de la valeur de l'énergie de fautes d'empilement [15].

Pour l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si utilisé dans cette étude, l'énergie de fautes d'empilement est assez faible, les dislocations sont donc largement dissociées, les glissements déviés sont difficiles et par conséquent le processus de restauration ne se produit que très lentement. Ceci est cohérent avec les distributions de tailles de grains à différentes positions dans l'ensemble des disques comme résumé dans la figure VI.A.18.

Bien qu'il existe de nombreuses études sur l'évolution de la texture au cours de l'hyper déformation par ECAP, tel que rassemblées et décrites dans une récente compilation [22], très peu d'informations sont disponibles à l'heure actuelle sur l'évolution de la texture au cours de la déformation par HPT. Certaines expériences récentes sur l'alliage Al-Mg-Si ont présenté l'évolution de la texture dans le cas de la déformation par HPT en utilisant des mesures EBSD, il a été montré que quatre composantes principales de la texture évoluent avec

Chapitre VI : Résultats et discussions

l'augmentation de la contrainte appliquée avec une évolution survenant préférentiellement du centre vers le bord du disque [23]. Un examen des résultats pour l'alliage Al-Mg-Si montre que ni les composantes ni leurs intensités ne sont comparables aux données obtenues dans la présente étude. Pour l'alliage Al-Mg-Si, il a été rapporté qu'après le 1^{er} tour la composante C (Rotated Cube) se développe préférentiellement en présence de faibles composantes de A* et A, puis lors de l'augmentation de la déformation, la composante C est toujours présente, mais avec une moindre intensité. Pour N = 5 tours, il apparaît une nouvelle composante qui était proche de $\{110\} \langle 221 \rangle$ ($\varphi_1 = 160^\circ$ et 340° , $\varphi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$).

Pour l'alliage Al-Mg-Si, aucun changement significatif dans la netteté de la texture n'a été observé au cours de la déformation sévère, ce qui a été attribué au déclenchement assez facile de la restauration dynamique. Cela diffère de l'alliage Cu-Ni-Si, où l'énergie de fautes d'empilement est relativement faible et la restauration est plus difficile. L'importance de la composante C (Rotated Cube) a également été mise en évidence dans les échantillons déformés par HPT dans le cas de Al [24] et ces résultats diffèrent de ceux observés dans cette présente étude où l'orientation $\{111\} \langle 211 \rangle$ (composante A*) semble se développer préférentiellement. Les résultats indiquent que les composantes A et B sont également présentes dans le présent travail mais avec une faible intensité. En outre, la composante C apparaît après N = 0,5 tour, mais a tendance à disparaître après un plus grand nombre de tours. Ces différences entre les alliages d'Al et Cu ont besoin d'une étude plus approfondie, mais il est clair que le taux de restauration est un facteur important.

PARTIE B

EVOLUTION DES DEFAUTS

MICRO- STRUCTURAUX *APRES*

DEFORMATION PLASTIQUE

SEVERE PAR HPT

Introduction

Il est maintenant établi que les techniques de déformation SPD et plus spécialement la déformation par HPT génèrent une grande quantité de défauts (dislocations, lacunes, joints de grains...). Celle-ci étant en grande partie responsable de l'apparition de propriétés remarquables telle que l'augmentation de la résistance. Une connaissance du type et de la quantité de défauts présents dans les matériaux est essentielle en vue d'ajustement spécifique pour des applications données.

Cette section rapporte une analyse sur la présence des défauts et leur influence sur la microstructure de notre alliage après avoir été déformé par HPT. Pour se faire, trois techniques sont utilisées :

- XRDLPA qui est actuellement une technique reconnue pour la caractérisation des matériaux à l'état déformé, elle nous permet d'avoir une information sur la taille des domaines cohérents de diffraction et leur distribution, ainsi qu'une estimation de la densité de dislocation et des fautes d'empilement.
- Microscopie Electronique à Transmission (MET), bien qu'elle nous permet une visualisation directe et une analyse quantitative de la microstructure, le MET reste limité par son caractère à pouvoir caractérisé, que localement des matériaux fortement contraints comme ceux ayant subi une technique SPD. Néanmoins, une combinaison des deux techniques précédentes nous permet d'obtenir une analyse plus complète.
- Microdureté Vickers, dont les tests approfondis nous permettent de relier les paramètres microstructuraux aux propriétés mécaniques.

Les résultats obtenus dans cette section ont été publiés dans un article [25], et répond en partie aux objectifs déclarés de cette thèse.

VI.B.1 Analyse des profils des raies de diffraction des rayons X

La figure VI.B.1 représente les différents diffractogrammes des rayons X obtenus pour l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) déformé par HPT pour différents nombre de tours $N = 1/8, 1/2, 3, 5, 10$ tours.

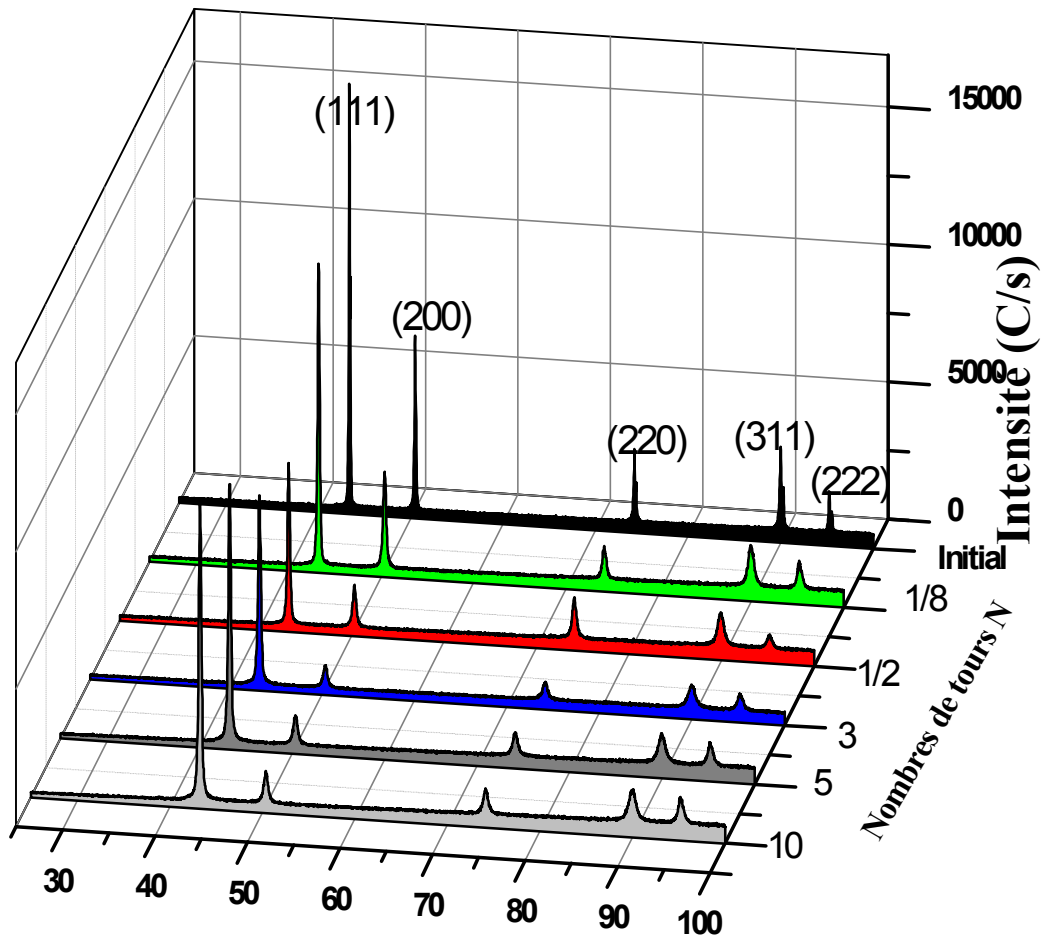


Figure VI.B.1 Diffractogrammes des rayons X, de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) déformé par HPT à différents nombres de tours.

Notre alliage se cristallise dans une structure cubique à face centrée. La position, l'élargissement et l'intensité des raies de diffraction varient légèrement ou fortement en fonction du nombre de tours et donc de la contrainte appliquée. Cela est corrélé avec la variation de la microstructure et surtout des défauts cristallins (taille des domaines, densités de dislocations, etc.) en utilisant la méthode WPPM implémentée dans le logiciel PM2K.

V.B.2 Résultats obtenus par la méthode WPPM

Le Tableau VI.B.1 résume les principaux résultats obtenus par le logiciel PM2K pour l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) déformé par HPT à différents nombres de tours. Une diminution globale de la taille des domaines et une augmentation de la densité de dislocations en fonction du nombre de tours est constaté, les valeurs obtenues sont conformes en termes de grandeurs et de comportement avec les valeurs rapportées par des études

Chapitre VI : Résultats et discussions

antérieures pour le cuivre pur et certains de ses alliages [26-28]. Néanmoins, aucune étude similaire n'a été trouvée dans la littérature pour l'alliage présent. Les paramètres de maille de tous les échantillons étudiés sont légèrement différents de la valeur expérimentale tabulée qui est de 0,3615 nm [29]. Cela indique la présence de contraintes internes élevées.

N	a (nm)	mu (nm)	Sigma	D(nm)	Rho ($\times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)	Beta (%)
1/8	0.36256	4.23	0.10	69	3.79	0
1/2	0.36259	3.80	0.16	45	4.93	0.17
1	0.36298	3.70	0.15	41	7.29	0.21
3	0.36282	3.66	0.17	39	7.51	0.21
5	0.36391	3.62	0.18	38	7.58	0.40
10	0.36396	3.64	0.16	38	7.59	0.24

Tableau VI.B.1 : Résultats obtenus par la méthode WPPM de l'alliage Cu-Ni-Si déformé par HPT à N = 1/8, 1/2, 1, 3, 5 et 10 tours.

La figure VI.B.2 montre la fonction de distribution de la taille des domaines $g(D)$ correspondant aux valeurs calculées de mu et sigma (tableau VI.B.1) des échantillons déformés par HPT à N = 1/8, 1/2 et 1 tour. La médiane ainsi que la variance de la taille des domaines diminue avec l'augmentation de la déformation appliquée, comme clairement indiqué sur les distributions. Au bout de N = 3, 5 et 10 tours représentés sur la figure VI.B.3, les distributions deviennent plus étroites et plus homogènes, ce qui indique que la taille des cristallites est plus affinée et d'une manière plus cohérente à travers les échantillons. Notons que ces résultats sont en bon accord avec le comportement en deux paliers de la microdureté Vickers.

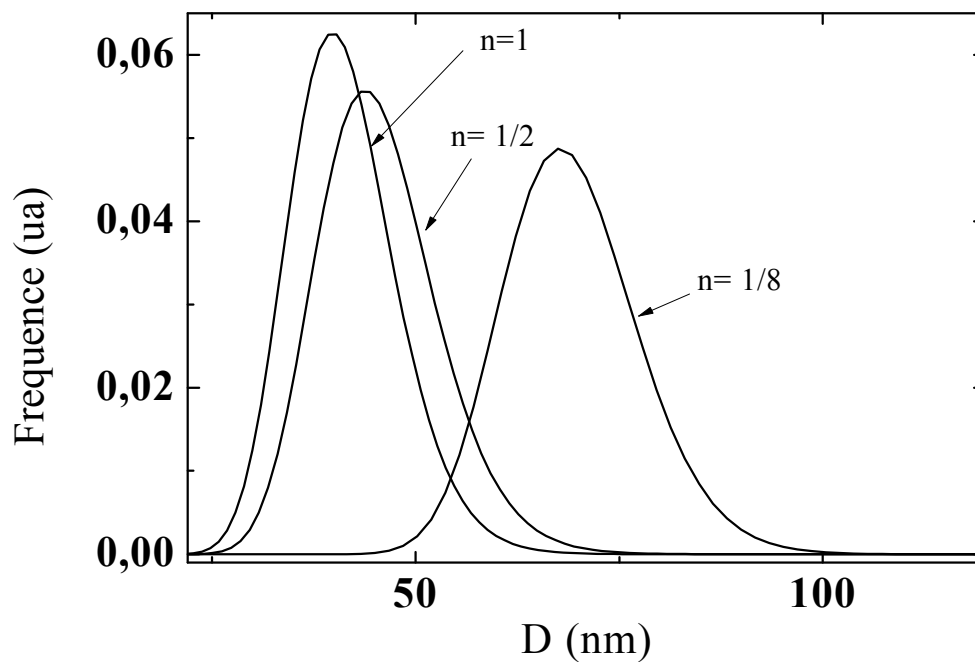


Figure VI.B.2 : Distribution de la taille des domaines de diffraction des rayons X de l'alliage Cu-Ni-Si déformé par HPT pour $N = 1/8, 1/2, 1$ tours.

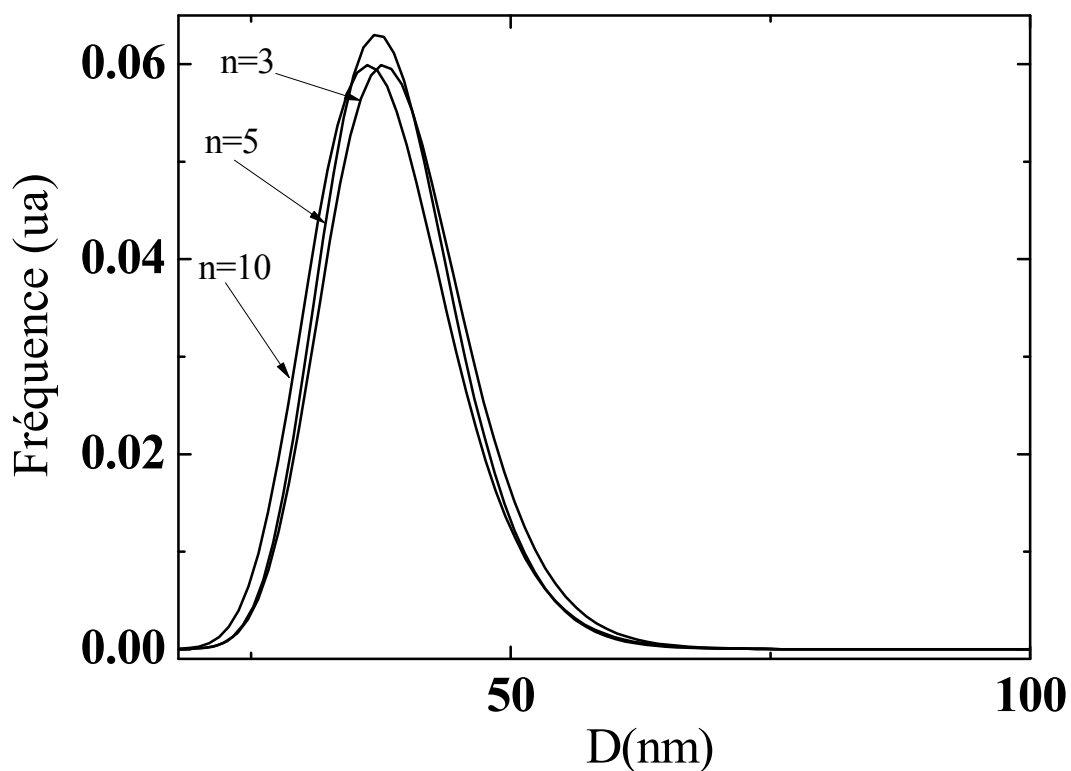


Figure VI.B.3 : Distribution de la taille des domaines de diffraction des rayons X de l'alliage Cu-Ni-Si déformé par HPT pour $N = 3, 5$ and 10 tours.

Chapitre VI : Résultats et discussions

Les valeurs des densités de dislocations et de la taille des domaines sont représentées en fonction du nombre de tours dans la figure VI.B.4. Une bonne corrélation entre les deux paramètres est observée sur l'ensemble des échantillons déformé par HPT, la densité de dislocations augmente rapidement pour atteindre $7,3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ après seulement 1 tour, et demeure relativement constante au bout de 3 tours et plus. De telles densités de dislocations ont déjà été mesurées et tabulées dans la littérature [27]. La taille du domaine atteint une valeur maximale d'affinement autour de 38 nm.

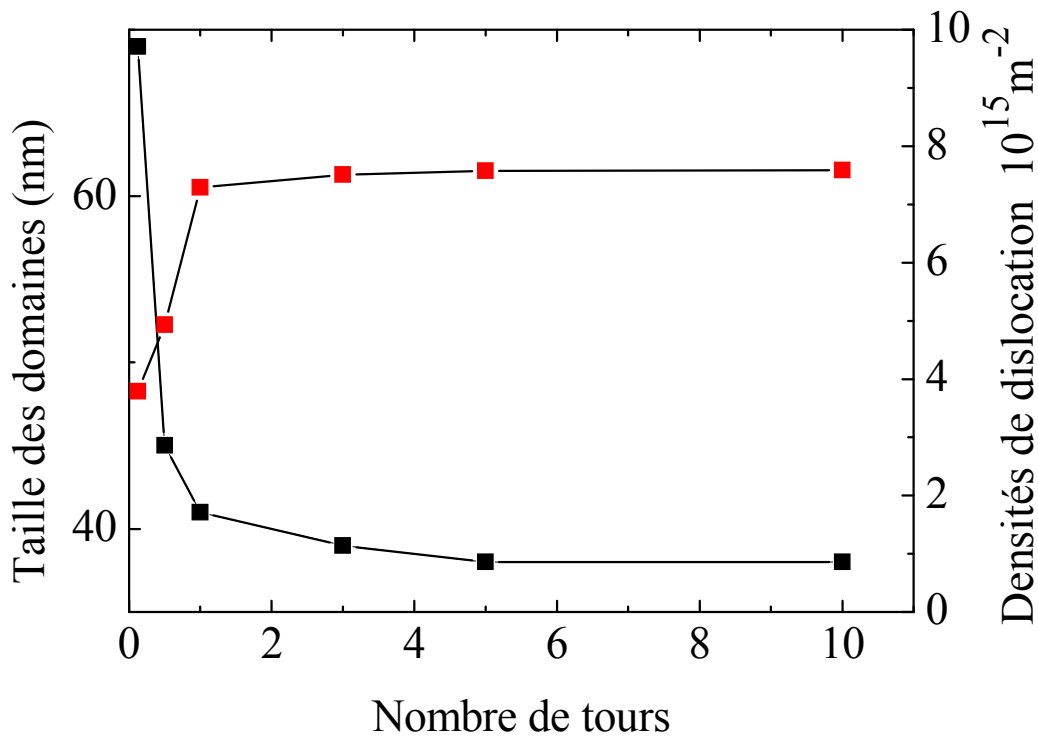


Figure VI.B.4 : Variation de la taille des domaines et des densités de dislocations de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) déformé par HPT en fonction du nombre de tours.

VI.B.3 Microstructure observée par MET

Le Microscope Electronique en Transmission (MET), bien qu'elle nous permet une visualisation directe et une analyse quantitative de la microstructure, le MET reste limité par son caractère à pouvoir caractériser, que localement des matériaux fortement contraints comme ceux ayant subi une hyper déformation.

Les micrographies obtenues par l'observation par MET et leurs clichés de diffractions électroniques correspondants après déformation par HPT, sont présentés dans la figure VI.B.5. Après une rotation (Figure VI.B.5.a), la présence de nombreuses dislocations ainsi que la formation de sous-grains sont mis en évidence (flèches blanches). Les dislocations sont situées dans les régions déformées le long des joints de grains (GB), tandis que les intérieurs des grains sont pratiquement exempts de dislocations ou celles-ci semblent peu apparentes. Certains joints de grains sont irréguliers et ont un aspect diffus, ce qui est connu pour être une caractéristique typique d'observation MET de matériaux après déformation plastique sévère [30-32].

Après que les échantillons ont été déformés par HPT pendant 10 tours, la microstructure (figure VI.B.5.b) devient difficile à résoudre. Cependant, à partir de la figure VI.B.5.b des grains équiaxes peuvent être distingués. Les macles de déformation ne sont pas visibles sur les images TEM. Cela est certainement dû au fait, comme rapporté par des travaux antérieurs [33], que ces macles sont trop petites pour être observées par MET conventionnelle. Il est à noter que l'introduction des fautes d'empilement par l'introduction du paramètre β dans la procédure d'ajustement par WPPM dans le logiciel PM2K conduit à de meilleurs résultats dans la qualité de l'affinement. Néanmoins, le tableau VI.B.1 montre que la probabilité β est comprise entre 0.17-0.40. Ces valeurs sont relativement comparables à celles compilées dans la littérature [34-35]. Les clichés de diffraction électronique représentés sur la figure VI.B.5.a (inserts supérieures à droite) consistent en des points distinctement séparés et caractéristiques de la présence de sous-grains de faible désorientation.

Après 10 tours la figure VI.B.5.b l'insert contient de nombreux points situés autour de cercles indiquant la présence de nombreux petits grains ayant des orientations différentes dans la zone sélectionnée. Ces résultats démontrent une transition de sous-grains relativement gros à 1 tour pour les petits grains ayant à grand angle limites après 10 tours.

Des informations supplémentaires sur la microstructure sont obtenues par MET et la figure VI.B.6 montre les micrographies prises à la position du demi-rayon après (a) 1 tour et (b) 10 tours, respectivement. Dans les deux conditions de déformation, il y a des sous-grains sans

Chapitre VI : Résultats et discussions

défait, comme étiquetés A, B et C dans les figures VI.B.6.a-b, mais en général, les joints de grains ont un aspect diffus, ce qui tend à confirmer la présence d'un état de non-équilibre des joints de grains [40]: cet aspect de la microstructure a été reporté dans d'autres matériaux après déformation SPD par ECAP [37-39].

Les figures de diffraction électronique correspondantes, insérées en haut à droite sur les figures VI.B.6.a-b, confirment l'apparition d'autres anneaux de diffraction électronique continue avec l'augmentation du nombre de tours, ce qui est compatible avec une évolution vers des joints de grains ayant des angles de désorientation plus élevés. Il est à noter que dans les deux figures de diffraction électronique, l'étalement des points azimutaux peut être assimilé à la présence de contraintes internes induites après déformation par HPT, ceci est aussi supportée par une étude menée par diffraction électronique en faisceau convergent (CBED), lors de laquelle des contraintes internes élevées ont été enregistrées dans de l'aluminium à pureté commerciale après déformation par ECAP [40].

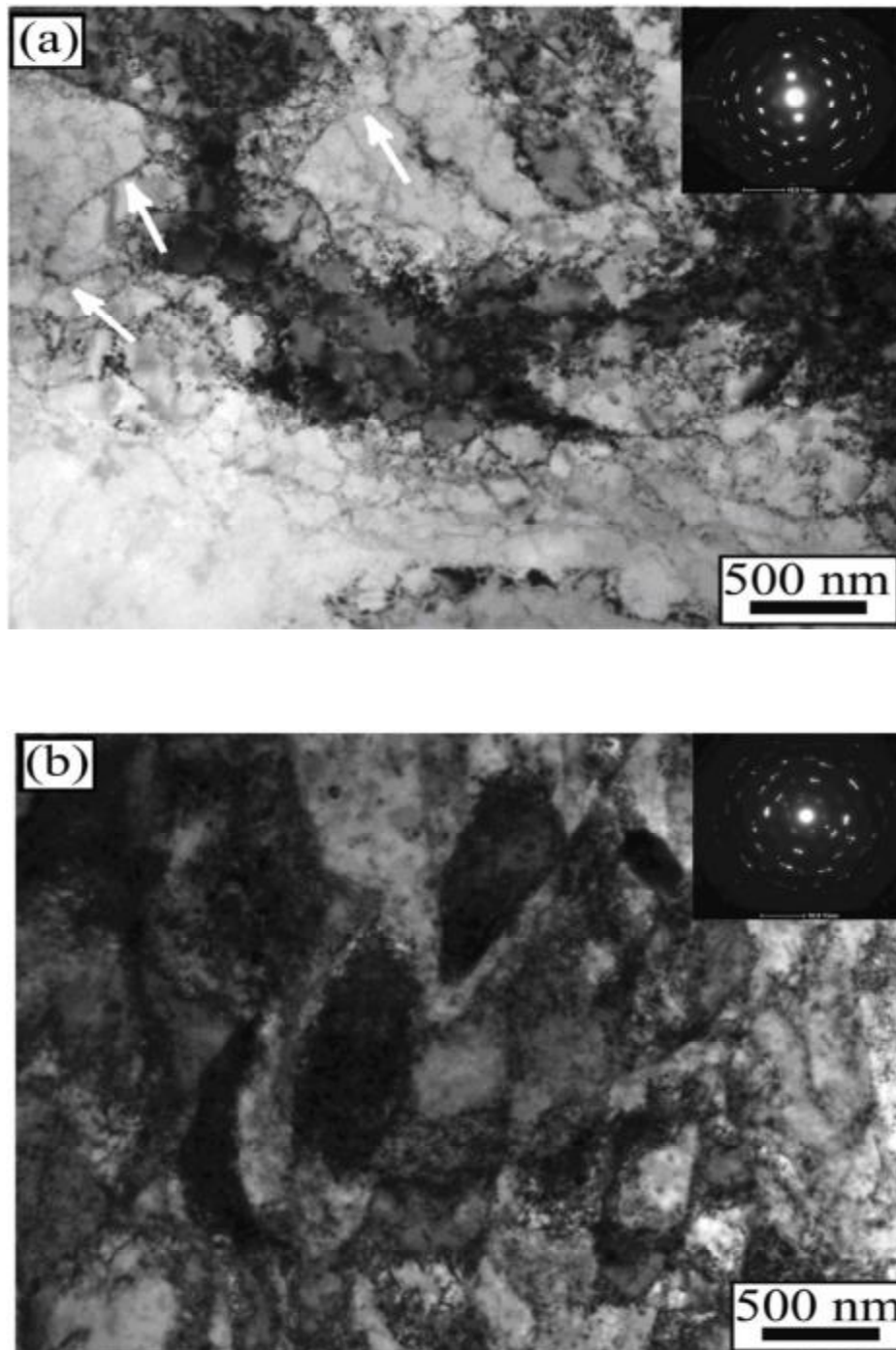


Figure VI.B.5 : Micrographies électroniques en transmission représentant la microstructure à la position du demi-rayon après déformation par HPT, **a)** 1 tour et **(b)** à 10 tours.

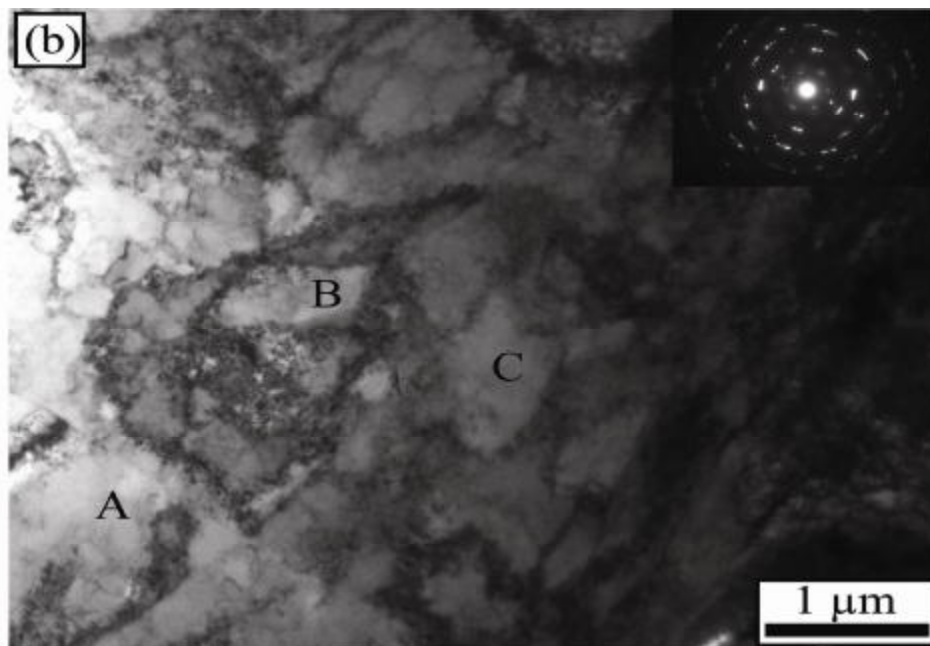
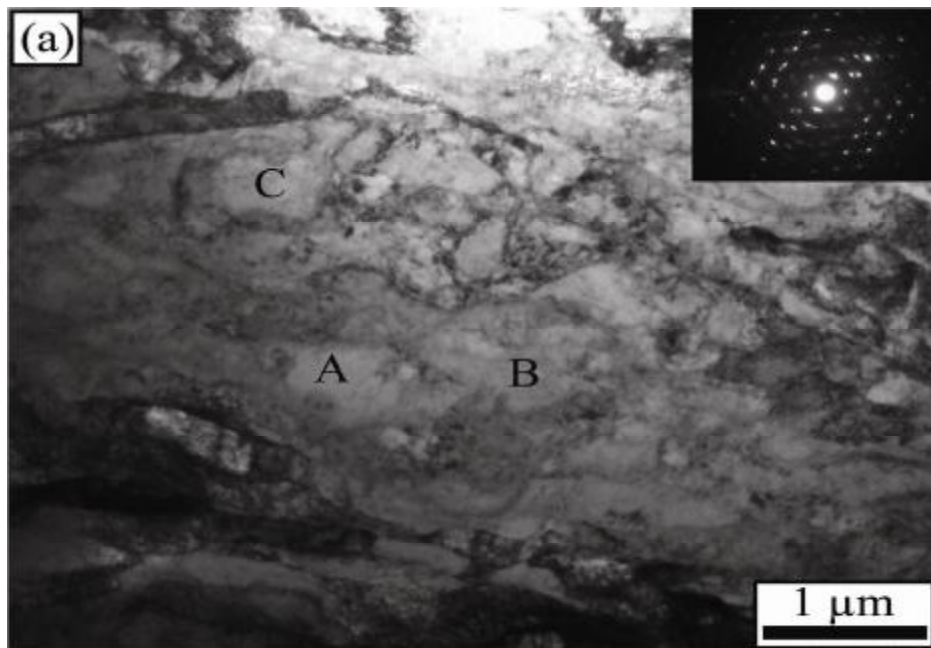


Figure VI.B.6 : Micrographies électroniques en transmission représentant la microstructure à la position du demi-rayon après déformation par HPT, **a)** 1 tour et **(b)** à 10 tours.

VI.B.4 Evolution de la microdureté de l'alliage Cu-2.5Ni-0.6Si (% en poids) déformé par HPT

La microdureté Vickers à partir des essais de microdureté réalisés nous permettent de relier les paramètres microstructuraux aux propriétés mécaniques. La figure VI.B.7 montre l'évolution de la valeur moyenne de la microdureté, mesurée le long du diamètre des disques déformés par HPT.

Deux comportements distincts sont observés en fonction du rayon des disques et du nombre de tours, pour $N = 1/8, 1/2$ et 1 tour, la dureté augmente progressivement en s'éloignant du centre, jusqu'à atteindre une différence de 100 Hv entre le centre et la périphérie des disques. De $N = 3$ à 10 tours, les courbes montrent une saturation de la microdureté et les valeurs de Hv sont raisonnablement uniformes à travers le disque, à l'exception du point central, qui semble avoir atteint son maximum autour de 5 tours. En outre, une forte évolution de la valeur de la microdureté par rapport à l'état tel que reçu est observée. Après seulement 1/8 de tour, la microdureté au bord du disque augmente par un facteur d'environ 2, et atteint finalement une valeur d'environ 278 Hv (Tableau VI.B.2) à saturation pour les disques déformé à $N = 3, 5$ et 10 tours. Ces résultats représentés sur la figure VI.B.8 montrent qu'un nombre minimum de 5 tours semblent être nécessaires pour atteindre la saturation à travers le diamètre des disques de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) déformés par HPT. Ces observations sont en bon accord avec les résultats rapportés précédemment [8] pour un alliage similaire hyper déformé traité (6 GPa) pour 5 tours. Il est aussi intéressant de noter que ces valeurs sont beaucoup plus élevées que dans le cuivre pur [41] et que dans l'alliage Cu-Zr récemment étudié [42].

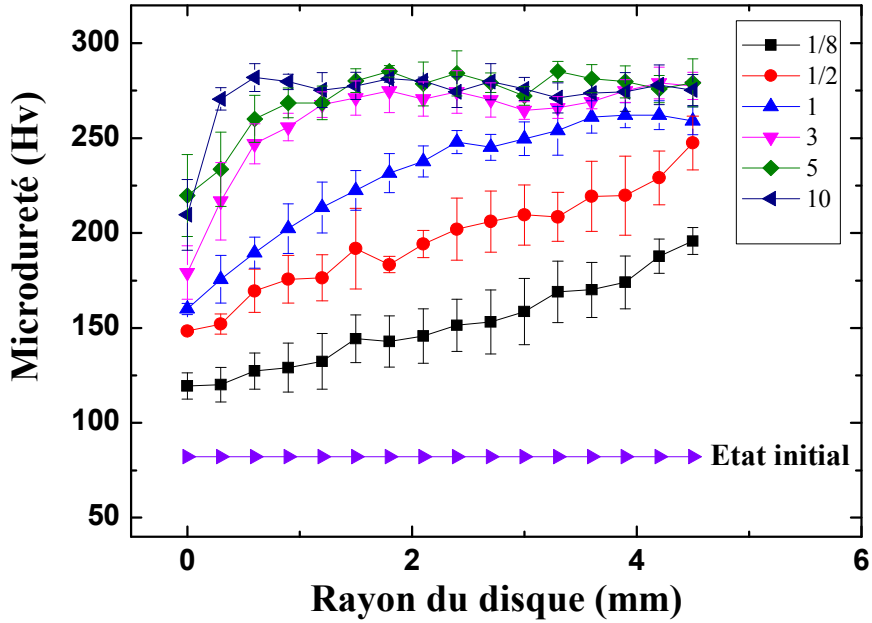


Figure VI.B.7 : Variation de la microdureté Vickers Hv en fonction de la distance du centre du disque pour des échantillons sévèrement déformés par HPT à différents nombres de tours.

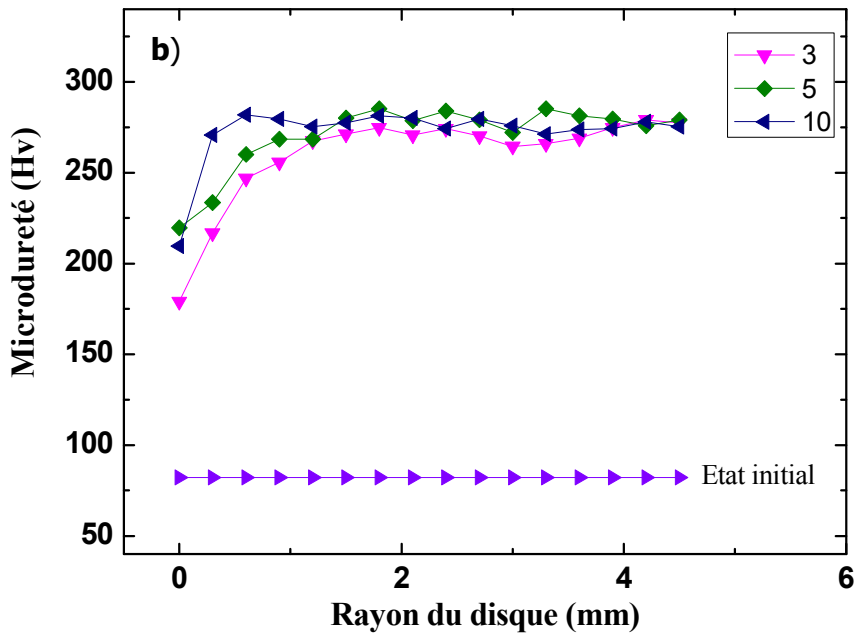


Figure VI.B.8 : Variation de la microdureté Vickers Hv en fonction de la distance du centre du disque pour des échantillons sévèrement déformé par HPT a différents nombres de tours à N = 3, 5 et 10.

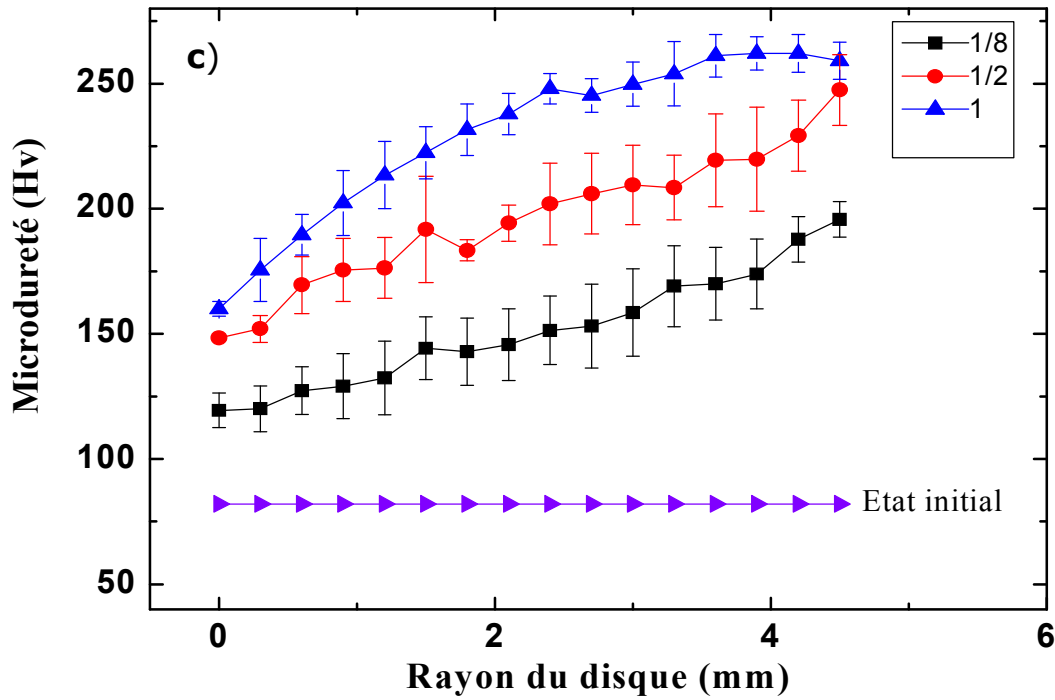


Figure VI.B.9 : Variation de la microdureté Vickers Hv en fonction de la distance du centre du disque pour des échantillons sévèrement déformés à $N = 1/8, 1/2$ et 1.

Distance du centre du disque (mm)	Nombre de tours HPT	Hv					
		1/8	1/2	1	3	5	10
3,9	174 ± 13	220 ± 20	262 ± 06	275 ± 06	280 ± 08	274 ± 10	
3,6	170 ± 14	219 ± 18	261 ± 08	269 ± 03	281 ± 07	274 ± 01	
3,3	169 ± 16	208 ± 12	254 ± 12	266 ± 05	285 ± 05	271 ± 07	
3	159 ± 17	210 ± 15	250 ± 08	265 ± 04	272 ± 04	276 ± 06	
2,7	153 ± 16	206 ± 16	245 ± 06	270 ± 08	279 ± 05	280 ± 09	
2,4	151 ± 13	202 ± 16	248 ± 06	274 ± 11	284 ± 11	274 ± 08	
2,1	146 ± 14	194 ± 07	238 ± 08	271 ± 08	279 ± 11	280 ± 01	
1,8	143 ± 13	183 ± 04	232 ± 10	275 ± 11	285 ± 03	281 ± 01	
1,5	144 ± 12	192 ± 21	222 ± 10	271 ± 09	280 ± 06	278 ± 07	
1,2	132 ± 14	176 ± 12	213 ± 13	268 ± 06	269 ± 08	275 ± 09	
0,9	129 ± 12	176 ± 12	202 ± 13	256 ± 07	269 ± 07	280 ± 04	
0,6	127 ± 09	170 ± 11	190 ± 08	247 ± 10	260 ± 12	282 ± 07	
0,3	120 ± 09	152 ± 05	176 ± 12	217 ± 20	234 ± 19	271 ± 05	
0	119 ± 06	148 ± 01	160 ± 02	179 ± 14	220 ± 20	210 ± 18	

Tableau VI.B.2 : Valeur moyenne de la microdureté après déformation par HPT pour $N = 1/8, 1/2, 1, 3, 5$ et 10.

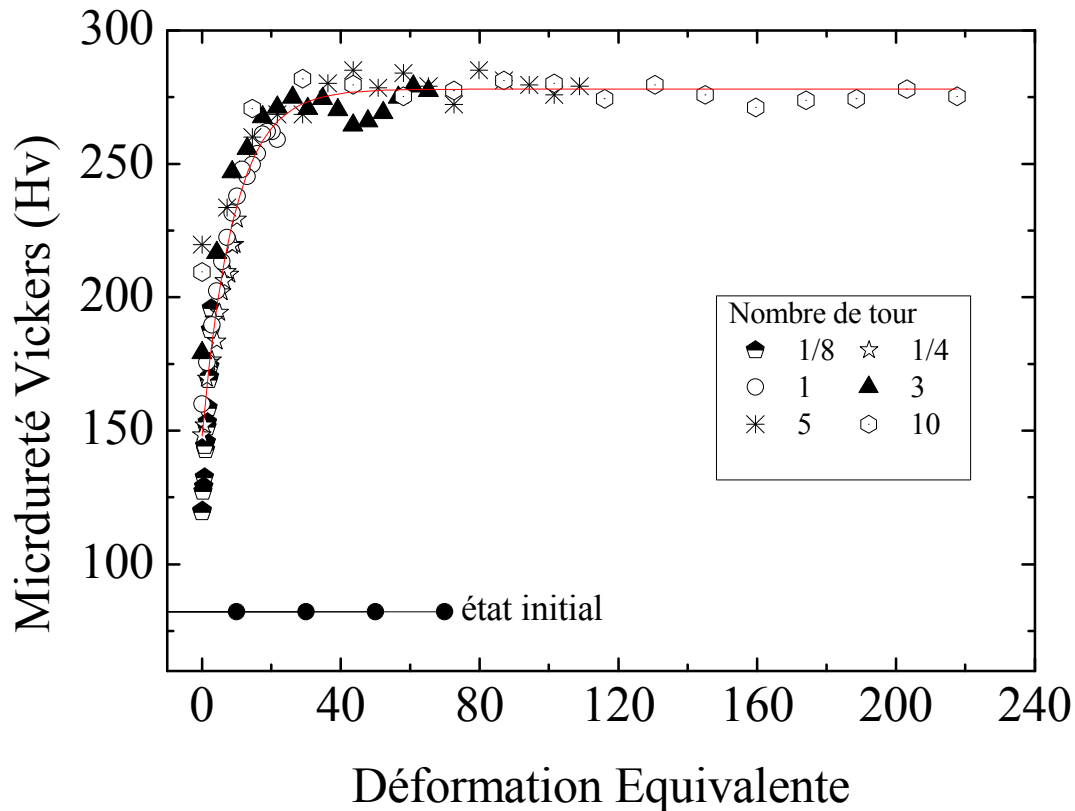


Figure VI.B.10 : Evolution de la microdureté en fonction de la déformation équivalente imposée par HPT.

La Figure VI.B.10 représente les valeurs de la microdureté retracées en fonction de la déformation équivalente, cette approche est initiée par Vorhauer *et al* [43] et suivie par plusieurs auteurs dans d'autres travaux [44, 13, 45, 15].

Elle est pratique pour évaluer la variation de la microdureté en fonction de la contrainte appliquée. Elle permet aussi de pouvoir faire une comparaison avec d'autres techniques de déformation. Les résultats montrent une augmentation rapide de la microdureté avec l'accroissement de la déformation équivalente jusqu'à environ la valeur de 280 Hv où elle sature. La microdureté reste alors inchangée quelque soit la valeur de la déformation appliquée. Ce comportement est similaire au cas du cuivre pur constaté par Edalati *et al* [46], où le matériau atteint la saturation à la même valeur de la déformation équivalente, néanmoins avec des valeurs de microdureté beaucoup plus faibles.

Il est aussi instructif de noter qu'à titre de comparaison, pour le même alliage, il faudrait plus de 60 passes dans le cas de la techniques ECAP pour atteindre la déformation imposée nécessaire à la saturation [25].

Il est important de noter que les résultats obtenus par la méthode WPPM précédemment exposé sont très cohérents avec la variation de la microdureté présentés dans cette section. Il

Chapitre VI : Résultats et discussions

est raisonnable de conclure de ces observations que l'augmentation de la microdureté est principalement due aux densités de dislocations et à l'affinement des grains. Ces résultats seront mieux mis en évidence si l'on trace la moyenne de la microdureté pour chaque échantillon en fonction des densités de dislocations.

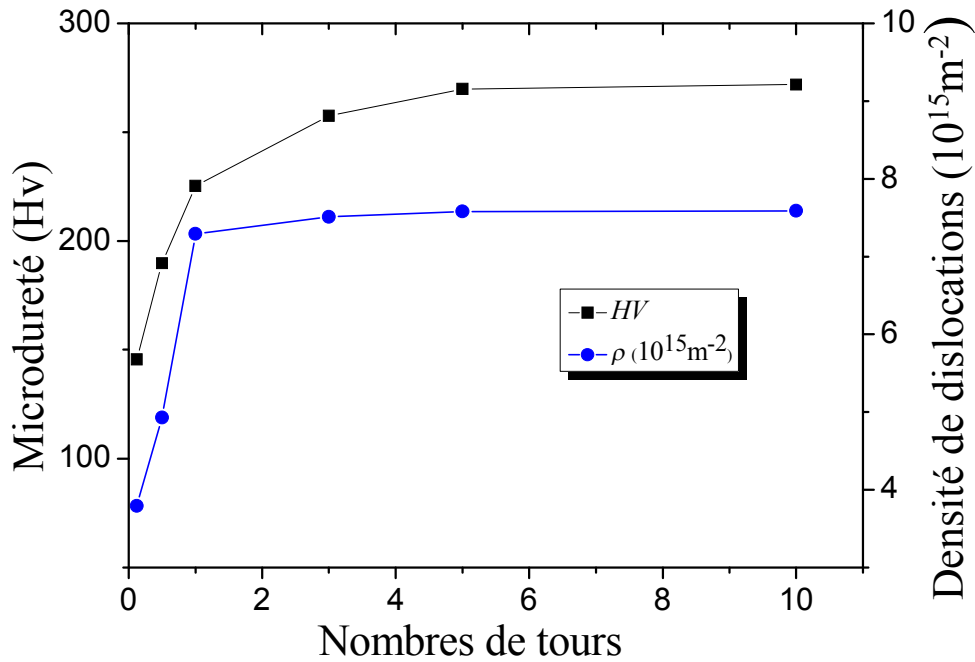


Figure VI.B.11 : Variation de la microdureté et des densités de dislocations de l'alliage Cu-2.5%Ni-0.6%Si (% en poids) hyper déformé par HPT en fonction du nombre de tours.

Références bibliographiques

- [1] Li Saiyi , J. Irene, D.J Beyerlein,. S. Alexander, C. Vogel, Scripta Materialia 52 (2005) 1099–1104.
- [2] Li.S, Beyerlein I.J, Bourke M AM. Mater Sci Eng A 66 (2005) 394.
- [3] Y Iwahashi, J Wang, Z Horita, M Nemoto, T.G Langdon. Scrip Mater 35 (1996) 143.
- [4] F.J. Humphreys and M. Hatherly: Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 2nd ed., Elsevier, Oxford, U.K., (2004) 424.
- [5] R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer and I. Sabirov: Adv. Eng. Mater., 8 (2006) 1046-1056.
- [6] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter and A. Bachmaier: Ann. Rev. Mater. Res. 40 (2010) 319-343.
- [7] F.A. Mohamed, S.S. Dheda: Mater. Sci. Eng. A558 (2012) 59-63.
- [8] H. Matsunaga, Z. Horita, K. Imamura, T. Kiss, X. Sauvage, Mater. Sci. Forum 667–669 (2011) 307.
- [9] M. Kawasaki, Z. Horita and T.G. Langdon: Mater. Sci. Eng., A524 (2009) 143-150.
- [10] C. Xu, Z. Horita and T.G. Langdon: Mater. Sci. Eng., A528 (2011) 6059-6065.
- [11] J.K. Mackenzie and M.J. Thomson: Biometrika. vol. 44 (1957) 205-213.
- [12] J.K. Mackenzie: Biometrika.45 (1958) 229-240.
- [13] A. Loucif, R.B. Figueiredo, T. Baudin, F. Brisset and T.G. Langdon: Mater. Sci. Eng., A527 (2010) 4864-4869.
- [14] A. Loucif, R.B. Figueiredo, T. Baudin, F. Brisset, R. Chemam and T.G. Langdon: Mater. Sci.Eng., A532 (2012) 139-145.
- [15] C. Xu, Z. Horita and T.G. Langdon: Acta Mater., 55 (2007) 203-212.
- [16] C. Xu, Z. Horita and T.G. Langdon: Acta Mater., 56 (2008) 5168-5176.
- [17] C. Xu, Z. Horita and T.G. Langdon: J. Mater. Sci., 43 (2008) 7286-7292.
- [18] R.Z. Valiev, Yu.V. Ivanisenko, E.F. Rauch and B. Baudelet: Acta Mater., 44 (1996) 4705-4712.
- [19] F. Wetscher, A. Vorhauer, R. Stock and R. Pippan: Mater. Sci. Eng., A387-389 (2004) 809-816.
- [20] F. Wetscher, R. Pippan, S. Sturm, F. Kauffmann, C. Scheu and G. Dehm: Metall. Mater. Trans. A, 37A (2006) 1963-1968.
- [21] Y. Estrin, A. Molotnikov, C.H.J Davies and R. Lapovok: J. Mech. Phys. Solids, 56 (2008) 1186-1202.
- [22] I.J. Beyerlein and L.S. Tóth: Prog. Mater. Sci., 54 (2009) 427-510.

Chapitre VI : Résultats et discussions

- [23] A. Loucif, T. Baudin, F. Brisset, R.B. Figueiredo, R. Chemam and T.G. Langdon: *Mater. Sci.Forum*, 702-703, 43 (2012) 165-168.
- [24] D. Orlov, P.P. Bhattacharjee, Y. Todaka, M. Umemoto and N. Tsuji: *Scripta Mater.*, 60 (2009) 893-896.
- [25] A.Y. Khereddine , F. Hadj Larbi, M. Kawasaki, T. Baudin, D. Bradai, T. G. Langdon, *Mater Sci & Eng A* 576 (2013) 149–155.
- [26] Gubicza, N.Q. Chinh, J.L. Lábár, S. Dobatkin, Z. Hegedűs, T.G. Langdon, *J. Alloys and Comp.*, 483 (2009) 271-274.
- [27] J. Gubicza, N.Q. Chinh, T. Csanádi, T.G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*,462 (2007) 86-90.
- [28] E. Schafler, G. Steiner, E. Korznikova, M. Kerber, M.J. Zehetbauer, *Mat. Sci. Eng. A*, 410–411 (2005) 169–173.
- [29] E.A. Brands, G.B. Brook, in “Smithells Metal Reference Book”, Oxford, Butterworth-Heinemann, (1992).
- [30] R.Z. Valiev, V.K. Gertsman, O.A. Kaibyshev, S.K. Khannanov, *Phys. Stat. Sol. A*, 77 (1983) 97-105.
- [31] R.Z. Valiev, V.K. Gertsman, O.A. Kaibyshev, *Phys. Stat. Sol. A*, 78 (1983) 177-186.
- [32] R.Z. Valiev, V.K. Gertsman, O.A. Kaibyshev, *Phys. Stat. Sol. A*, 97 (1986) 11-56.
- [33] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Y.T. Zhu, Z. Horita, T.G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*, 410–411, (2005), 188.
- [34] H. Bahmanpour, K.M. Youssef, J. Horky, D. Setman, M.A. Atwater, M.J. Zehetbauer, R.O. Scattergood, C.C. Koch, *Acta Mat.*, 60(8) (2012) 3340–3349.
- [35] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Horita, T.G. Langdon, Y.T. Zhu, *Mat. Sci. Eng. A*, 493 (2008) 123-129.
- [36] R. Valiev, *Nature* 419 (2002) 887.
- [37] J. Wang, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, Y. Ma, T.G. Langdon, *J. Mater. Res.* 8 (1993) 2810.
- [38] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 44 (1996) 4619.
- [39] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 45 (1997) 4751.
- [40] S.N. Alhajeri, A.G. Fox, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 59 (2011) 7388.
Vols. 667-669 (2011) 307-312.
- [41] Z. Horita, T.G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*, 410-411 (2005) 422-425.

Chapitre VI : Résultats et discussions

- [42] J. Wongsang-ngama, M. Kawasaki, Y. Zhao, T.G. Langdon, *Mat. Sci. Eng. A*, 528 (2011) 7715– 7722.
- [43] A. Vorhauer, R. Pippan, *Scripta Mat.*, 51 (2004) 921-925.
- [44] Kawasaki, M., Figueiredo, R. B., & Langdon, T. G. (2011). *Acta Materialia*, 59(1), 308–316.
- [45] Y. Harai, K. Edalati, Z. Horita, T. G. Langdon, *Acta Materialia*, 57(4) (2009) 1147–1153.
- [46] K. Edalati, T. Fujioka, Z. Horita, *Mater Sci and Eng: A* 497(1-2) (2008) 168–173.

Conclusion générale

Conclusion générale

Un alliage commercial Cu_{2.5}Ni-0.6Si (%pds.) a été sévèrement déformé par torsion haute pression (HPT). L'évolution de la microstructure et texture et propriétés mécaniques a été examinée à l'aide de la microscopie électronique à balayage couplé à un système diffraction des électrons retro diffusés (SEM-EBSD), microscopie électronique à transmission (TEM), diffraction des rayons X (analyse XDR/LPA) et tests de microdureté Vickers. L'évaluation des résultats a permis de lever les conclusions suivantes:

1. Un alliage Cu_{2.5}Ni-0.6Si (%pds.) commercial, avec une taille de grain de $\sim 20 \mu\text{m}$, est déformé par torsion haute pression jusqu'à un maximum de 10 tours. Il est montré que la microstructure introduite au cours de l'HPT évolue rapidement vers une distribution homogène des grains ultrafins. L'affinage des grains se fait rapidement au niveau du bord des disques, par contre l'évolution est plus progressive au centre. Les grains sont raisonnablement équiaxes avec une taille de grain de $\sim 200 \text{ nm}$ après traitement à 10 tours.
2. Il y a une évolution corrélée des désorientations aux joints de grains avec l'augmentation de la contrainte appliquée de telle sorte qu'après 5 tours ou plus, la fraction de joints de grains à grand angle atteint environ 68%. Les résultats sont en accord raisonnable avec la prédiction statistique pour un ensemble d'orientations aléatoires, néanmoins, il subsiste toujours une excessive de joints de grains à faible angles de désorientation.
3. La texture après HPT est caractérisé par des composantes de cisaillement des métaux cfc et on a noté un renforcement considérable de l'orientation $\{111\} \langle 211 \rangle$ (composante de texture A*). Après 10 tours, les textures montrent une homogénéité (saturation) entre les sections transversales des disques HPT.
4. L'hyper déformation par HPT de l'alliage Cu_{2.5}Ni-0.6Si (%pds.) conduit à une amélioration considérable de la dureté avec l'augmentation de la contrainte appliquée. Une saturation avec des valeurs raisonnablement uniforme sur les rayons des disques est atteinte après 5 tours.
5. L'analyse par diffraction des rayons X indique que les échantillons hyper déformés par HPT conduit à une diminution de la taille moyenne des domaines de diffraction et une augmentation de la densité de dislocations, ce qui sont commun au structure à UFG formés par d'autres techniques de déformation plastique sévère (comme l'ECAP ou l'ARB).

Conclusion générale

L'affinement de la taille maximale obtenue par HPT est d'environ 40 nm. Les fortes contraintes internes et donc les densités de dislocations semblent être les principales causes des valeurs de dureté élevées.

Comme perspectives, il serait intéressant d'étudier le même alliage hyper déformé par d'autres techniques comme l'ECAP en suivant différentes routes (Bc, C, etc.) et ARB et/ou poursuivre la caractérisation de cet alliage (hyper déformé par HPT) par d'autres techniques plus élaborées (Tomographie X, Synchrotron, etc.).