

Chapitre III : Méthodologie

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

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

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

III.1. Matériaux et conditions de sollicitation

III.1.1. Matériaux

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

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

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

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

| C | Mn | Si | S | Ni | Cr | Cu | Mo | Nb | Al | Co | N ₂ |
|-------|------|------|-------|------|------|------|------|--------|--------|------|----------------|
| 0,003 | 0,42 | 0,09 | 0,003 | 41,3 | 0,03 | 0,02 | 0,01 | <0,005 | <0,005 | 0,10 | 0,003 |

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

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

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

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

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

^(a), données expérimentales obtenues dans cette étude

^(b), données issues de la littérature (source : [Béranger *et al.*, 1996])

^(c), L : la direction de laminage ; S : la direction normale ; T : la direction travers long

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

III.1.2. Conditions de sollicitation

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

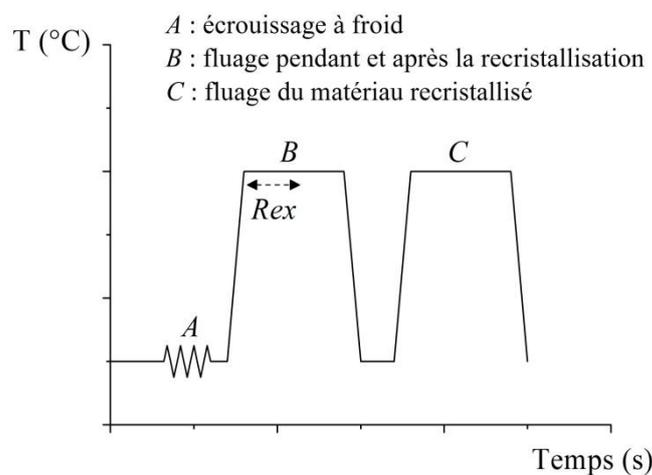
Le domaine des conditions de sollicitation doit s'étendre assez largement pour acquérir suffisamment de données expérimentales, en vue d'une compréhension la plus complète possible du RIP. En effet, les températures visées doivent être représentatives d'un intervalle de températures homologues comprises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

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

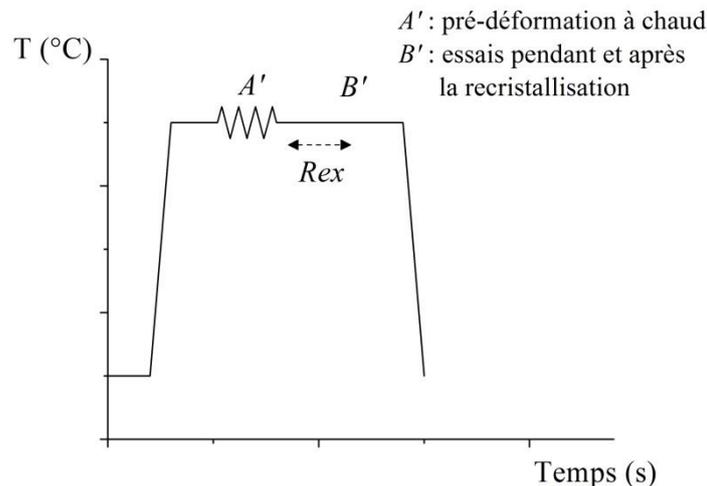
En termes de température, deux domaines sont choisis : des températures intermédiaires, 630 et 650°C ($0,53$ et $0,54 \times T_m$) et des températures hautes, 850, 950 et 1050°C (de $0,66$ à $0,78 \times T_m$). L'ensemble de ces températures couvrent bien l'intervalle de température mentionné dans la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

III.2. Étude expérimentale

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



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



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

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

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

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

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

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

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

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

III.2.2. Étude de la recristallisation

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

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

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

III.2.3. Étude du comportement viscoplastique

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

- l'influence de la contrainte et de la température sur le phénomène RIP. Pour les températures intermédiaires, l'effet du niveau d'écroutissage à froid et de la direction de chargement par rapport à la direction de laminage sont également étudiés ;
- le couplage entre la déformation viscoplastique et la cinétique de recristallisation, qui a été précédemment mesurée ;
- la comparaison entre la déformation viscoplastique au cours de la recristallisation et celle du matériau déjà recristallisé ;
- le couplage entre la réponse macroscopique du matériau et les caractéristiques microstructurales. Les éprouvettes observées sont issues de traitements thermiques interrompus pour les températures intermédiaires, et des essais de fluage interrompus pour les températures élevées.

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

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

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

III.3. Conclusions

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

- Deux alliages austénitiques Fe41%Ni et Fe36%Ni, dont la teneur en niobium est très faible, sont choisis, en vue de révéler les informations microstructurales mis en jeu dans le phénomène RIP par un refroidissement rapide sans transformation de phase intermédiaire ;
- Deux domaines de température (températures intermédiaires, 630 et 650°C et températures élevées, entre 850 et 1050°C) et des valeurs de contrainte comprises entre 20 et 70 MPa sont choisis pour la mise en évidence du phénomène RIP. L'intervalle de cette sollicitation couvre l'ensemble des conditions expérimentales liées au RIP mentionnées dans la littérature et celles de l'application industrielle ;
- À cause des conditions expérimentales visées, des limites pratiques issues d'équipements et des matériaux et pour l'intérêt de l'application, l'étude expérimentale est composée de deux campagnes différentes : (i) l'étude du phénomène RIP aux températures intermédiaires sur des matériaux écrouis à froid et (ii) l'étude du phénomène RIP aux températures élevées après la pré-déformation à chaud (*in situ*).
- Pour chaque campagne expérimentale, trois étapes sont envisagées : une pré-déformation visant à donner la force motrice de la recristallisation, une étude de recristallisation pour la détermination de la cinétique de recristallisation et les évolutions microstructurales associées, une étude du comportement viscoplastique du matériau sous différentes conditions de sollicitation, pendant ou après recristallisation.

Chapitre IV : Étude expérimentale du phénomène RIP

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

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

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

IV.1.1. Protocoles des essais expérimentaux

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

IV.1.1.1. Traitements thermiques suivis par des examens métallographiques

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

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

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

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

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

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

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

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

IV.1.1.2. Essais de fluage

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

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

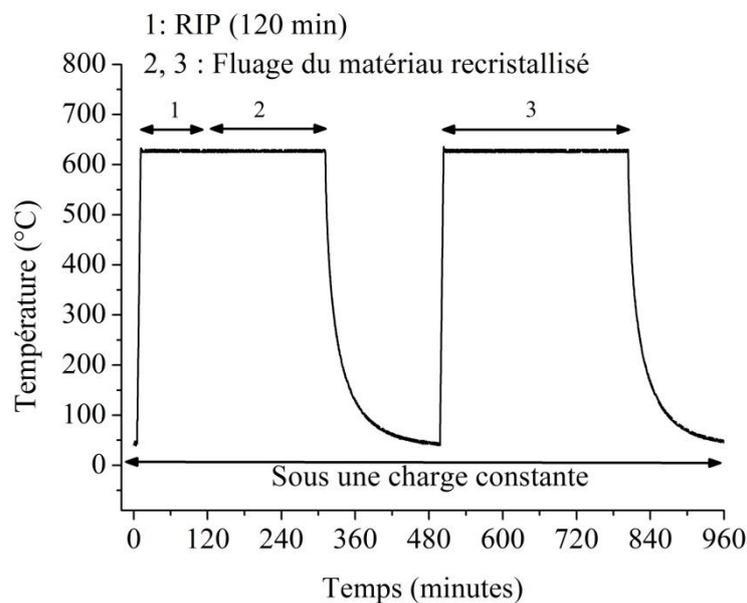


Figure IV.1 : Schéma de l'essai de fluage à une température donnée (ici, 630°C) sous charge constante pour la mise en évidence du RIP sur les matériaux Fe41%Ni écrouis à froid

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

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

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

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

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

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

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

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

| | 630°C | | | 650°C |
|--|--------|--------|--------|--------|
| | 30 MPa | 50 MPa | 70 MPa | 50 MPa |
| 30% (L ^a) | | | | |
| 30% (T ^b) | - | 50 MPa | - | - |
| 66% (L) | - | 50 MPa | - | - |
| 90% (L) | - | 50 MPa | - | - |
| ^a , la direction d'application de la charge est parallèle à la direction de laminage ^b , la direction d'application de la charge est perpendiculaire à la direction de laminage | | | | |

IV.1.2. Mécanisme et cinétique de recristallisation

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

IV.1.2.1. Adoucissement des matériaux

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

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

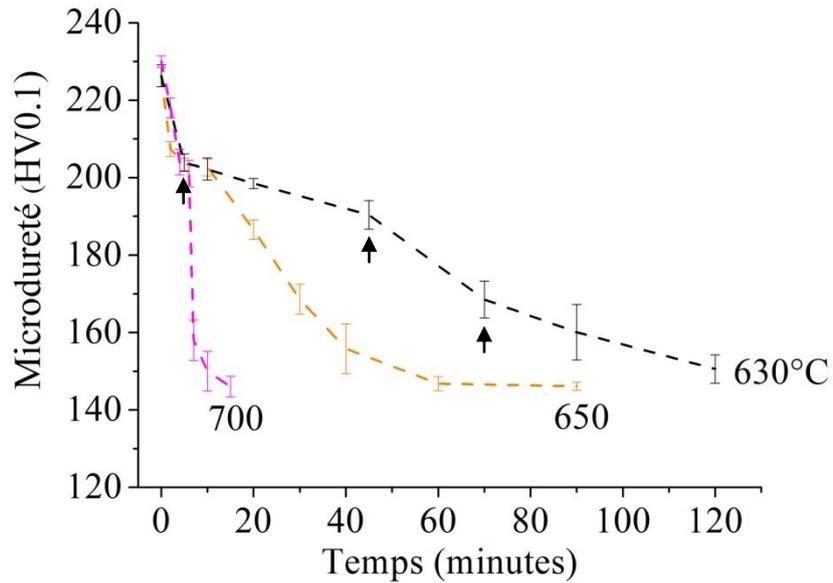


Figure IV.2 : Évolution de la valeur de microdureté du matériau écroui de 30% au cours de recuits aux trois températures, les éprouvettes examinées en EBSD sont illustrées par les flèches

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

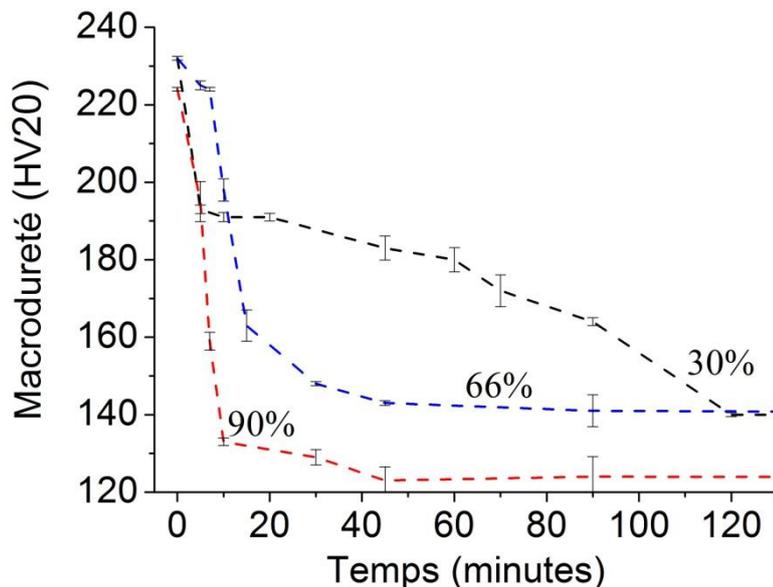


Figure IV.3 : Évolution de la valeur de macrodureté des matériaux écrouis de 30, 66 et 90% au cours d'un recuit à 630°C

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

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

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

IV.1.2.2. Microstructures liées à la recristallisation

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

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

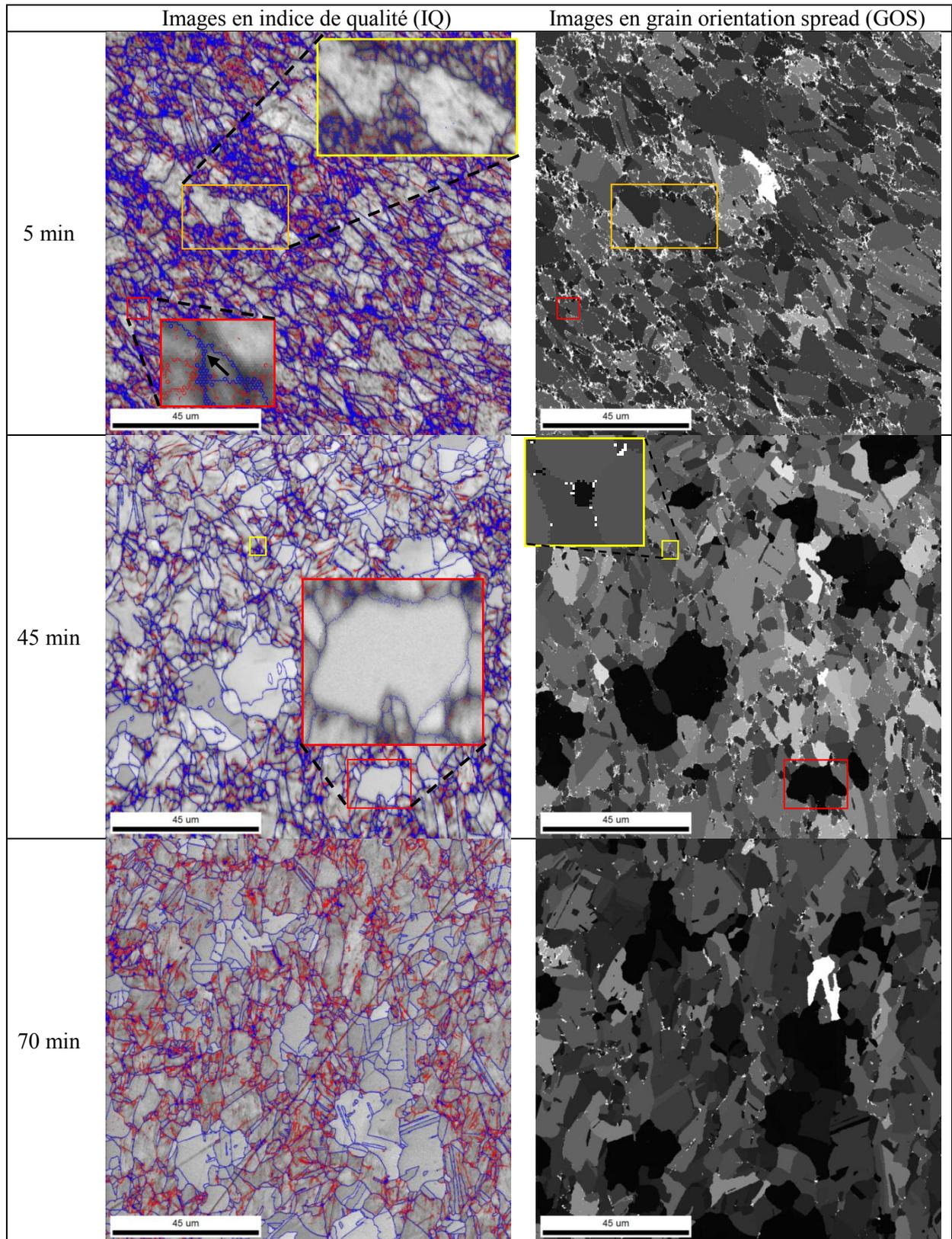


Figure IV.4 : Microstructures des éprouvettes laminée de 30% à froid puis après recuites à 630°C pour une durée de 5, 45 et 70 minutes. Les lignes bleues représentent les joints de grains dont la désorientation est supérieure à 15° et les rouges entre 1 et 15°, la direction de laminage est perpendiculaire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

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

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

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

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

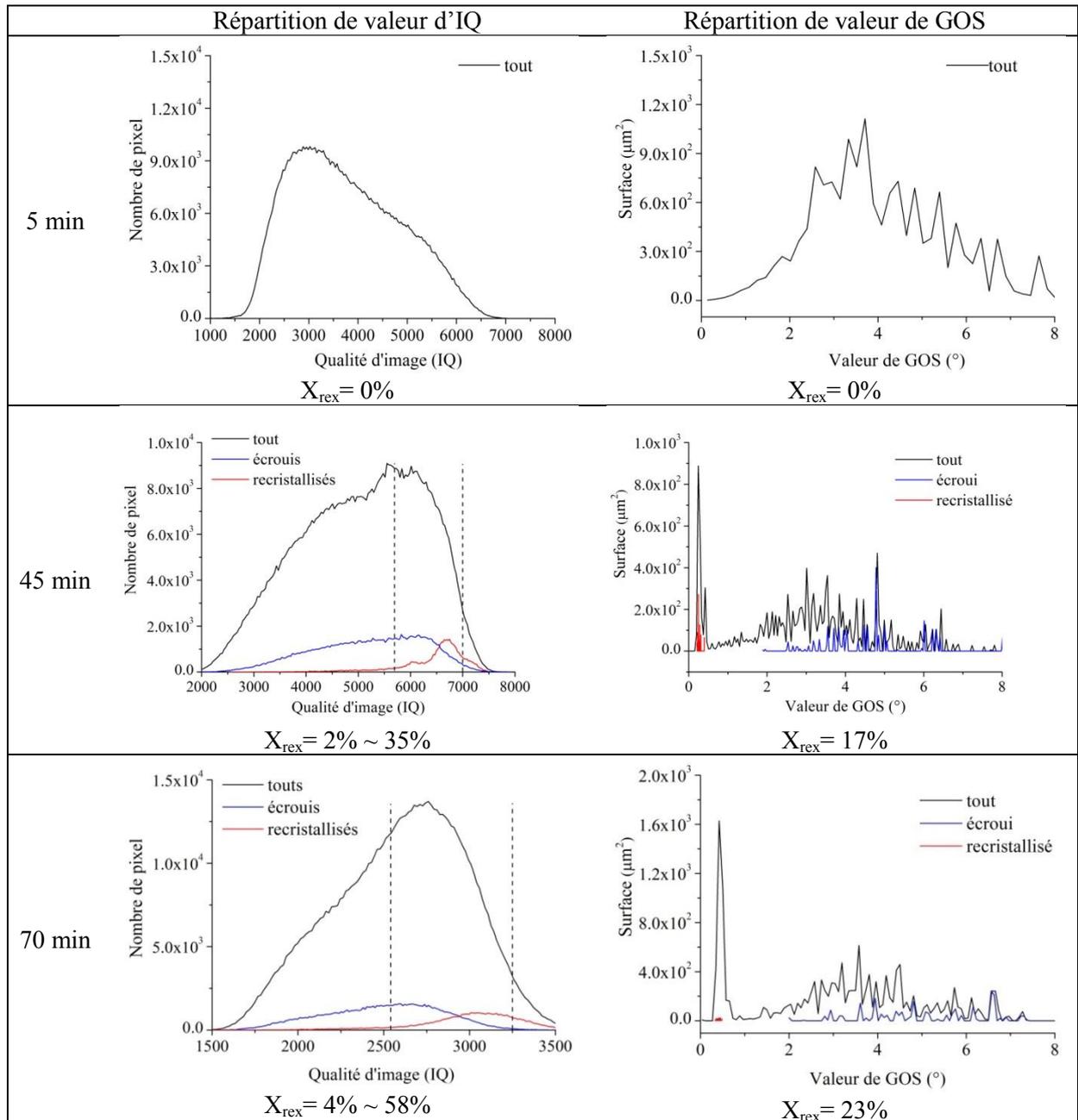


Figure IV.5 : Répartition de l'indice de qualité du pixel (IQ) et de la désorientation moyenne par grain (GOS) pour les éprouvettes traitées au préalable à 630°C pendant 5, 45 et 70 minutes

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

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

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

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

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

IV.1.2.3. Cinétique de recristallisation

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

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

avec :

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

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

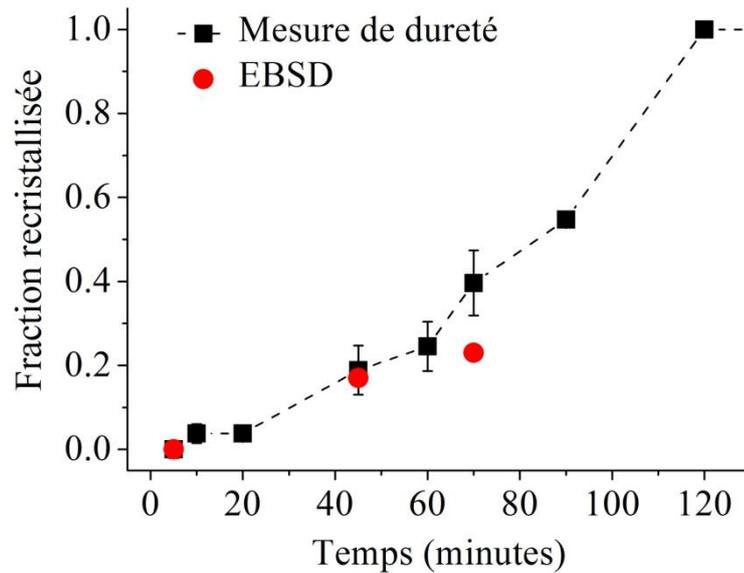


Figure IV.6 : Fraction volumique de grains recristallisés à 630°C obtenue par la mesure de dureté (courbe) et par l'observation EBSD (points ronds)

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

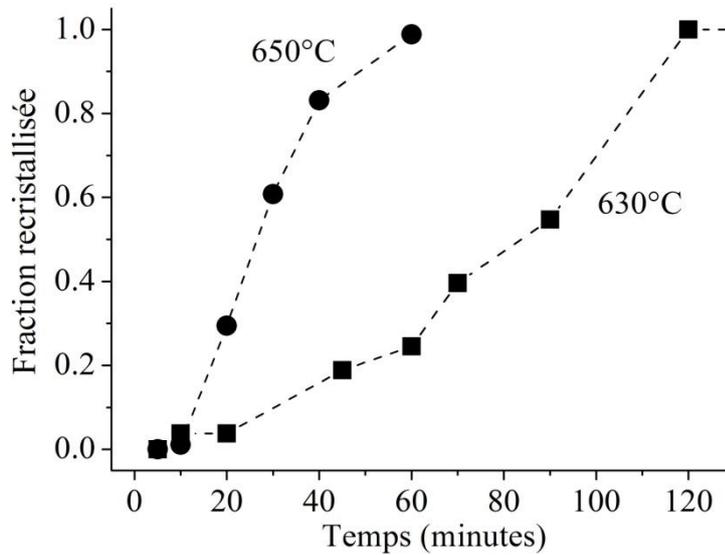


Figure IV.7 : Fractions volumiques de grains recrystallisés en fonction du temps de recuit à 630 et 650°C pour le matériau écroui de 30%

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

IV.1.3. Comportement viscoplastique pendant et après la recristallisation

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

IV.1.3.1. Effet de la contrainte

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

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

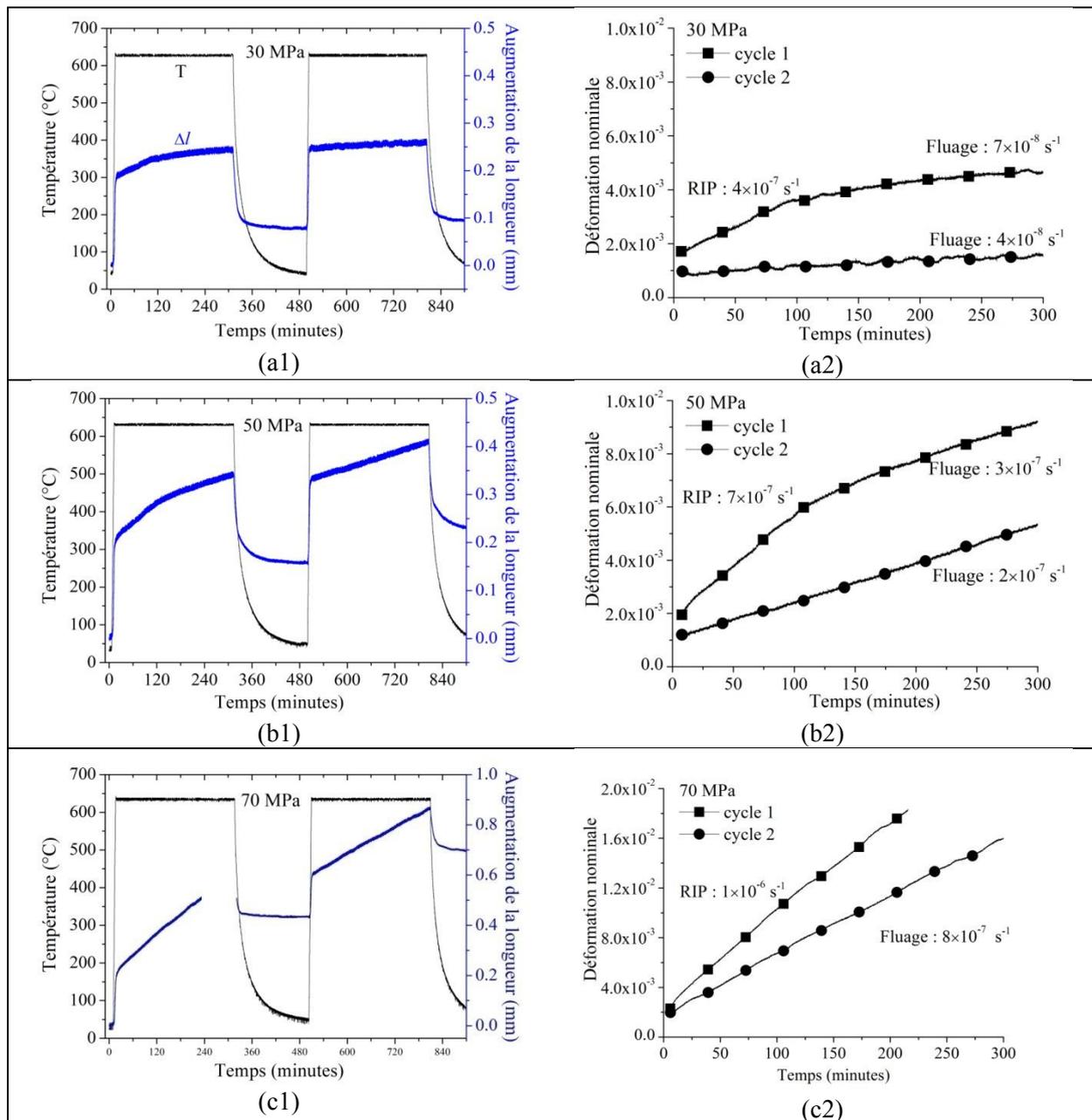


Figure IV.8 : (a1), (b1) et (c1) Variation de la température et augmentation de la longueur des éprouvettes sous 30 MPa, 50 MPa et 70 MPa, et (a2), (b2) et (c2) déformation viscoplastique du matériau pendant le premier et le deuxième plateaux

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

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

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

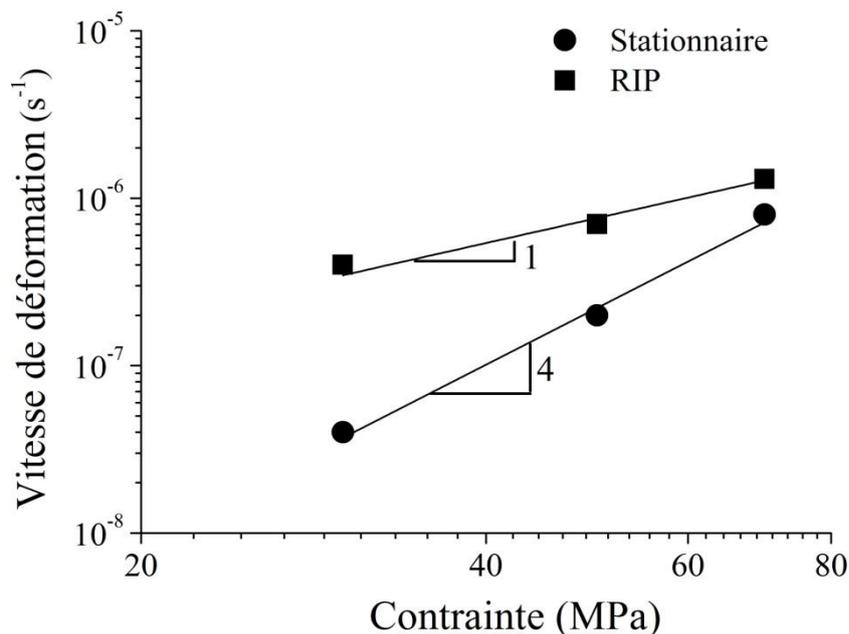


Figure IV.9 : Dépendance de la vitesse de déformation vraie vis-à-vis de la contrainte vraie

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

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

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

IV.1.3.2. Effet de la température

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

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

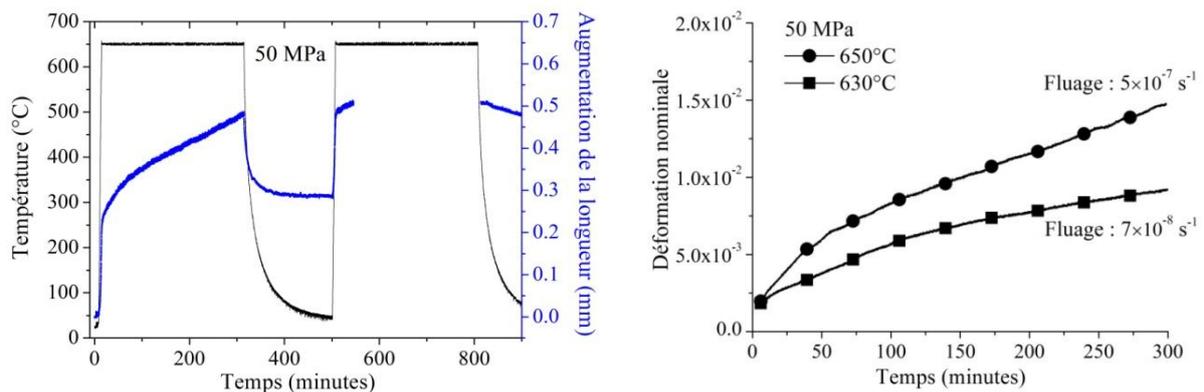


Figure IV.10 : (a) Variation de la température et augmentation de la longueur de l'éprouvette écrouie de 30% puis testée en fluage sous 50 MPa à 650°C, (b) déformation viscoplastique pendant le premier plateau de ce même essai

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

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

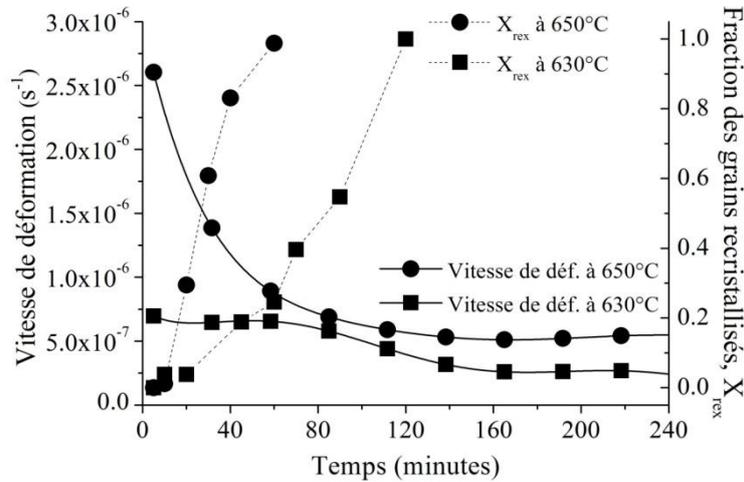


Figure IV.11 : Évolution de la vitesse de déformation des éprouvettes écrouies de 30%, à 630°C et 650°C sous 50 MPa pendant le premier plateau et superposition de la cinétique de recristallisation correspondante

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

IV.1.3.3. Effet du niveau d'écrouissage initial

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

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

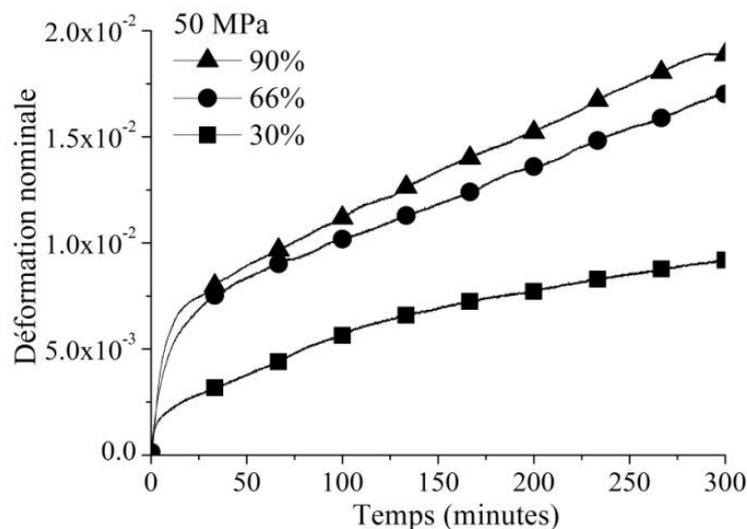


Figure IV.12 : Déformation viscoplastique des matériaux écrouis de 30%, 66% et 90% puis testés en fluage à 630°C sous 50 MPa, pendant le premier plateau

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

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

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

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

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

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

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

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

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

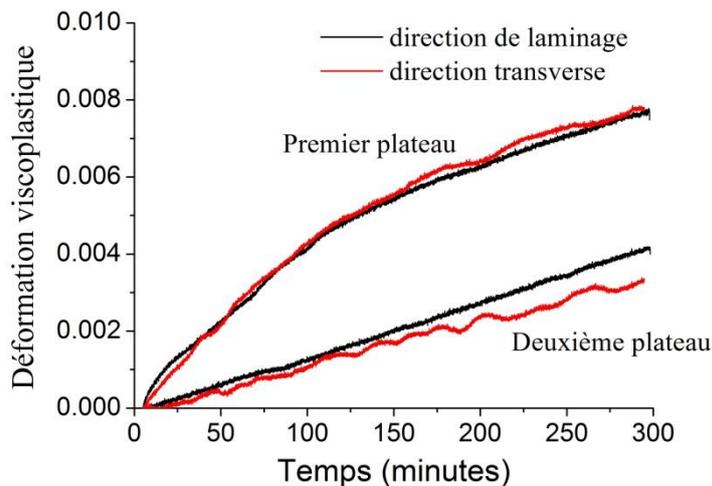


Figure IV.13 : Déformation viscoplastique des éprouvettes écrouies de 30% puis testées en fluage à 630°C sous 50 MPa, appliqués dans la direction de laminage ou la direction transverse

IV.1.4. Conclusions

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

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

- A 630°C, l'adoucissement du matériau est dû à la fois à la restauration et à la recristallisation. Pour le matériau écroui de 30%, la recristallisation joue un rôle essentiel lors du recuit et entraîne 70% de la réduction de la dureté ;
- Les microstructures présentent d'une part, une coexistence des grains écrouis et de grains recristallisés (recristallisation discontinue), et d'autre part une croissance de grains rapide ;
- La cinétique de recristallisation dépend fortement des conditions d'écrouissage et de la température de recristallisation. A l'opposé, l'influence de la contrainte inférieure à 50 MPa sur la cinétique de recristallisation est négligeable.

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

- Le matériau pendant la recristallisation à 630°C présente une vitesse de déformation constante, qui est supérieure de plusieurs fois à celle en régime stationnaire du matériau recristallisé sous la même sollicitation ;
- La vitesse de déformation pendant la recristallisation est proportionnelle à la contrainte appliquée, moins sensible à la contrainte par rapport à l'état stationnaire du matériau recristallisé (loi en puissance 4) ;
- L'influence des conditions d'écroutissage sur le phénomène RIP a été étudiée sous les conditions explorées : l'écroutissage favorise le phénomène RIP et aucun effet d'anisotropie induite par l'écroutissage n'a été détecté ;
- Pour le matériau recristallisé, l'énergie d'activation obtenue et la dépendance de vitesse de déformation vis-à-vis de la contrainte montrent conjointement un régime stationnaire de fluage dislocations « haute température ». Aucun comportement en régime transitoire n'a été détecté dans les conditions explorées.

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

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

IV.2.1. Protocoles des essais expérimentaux

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

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

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

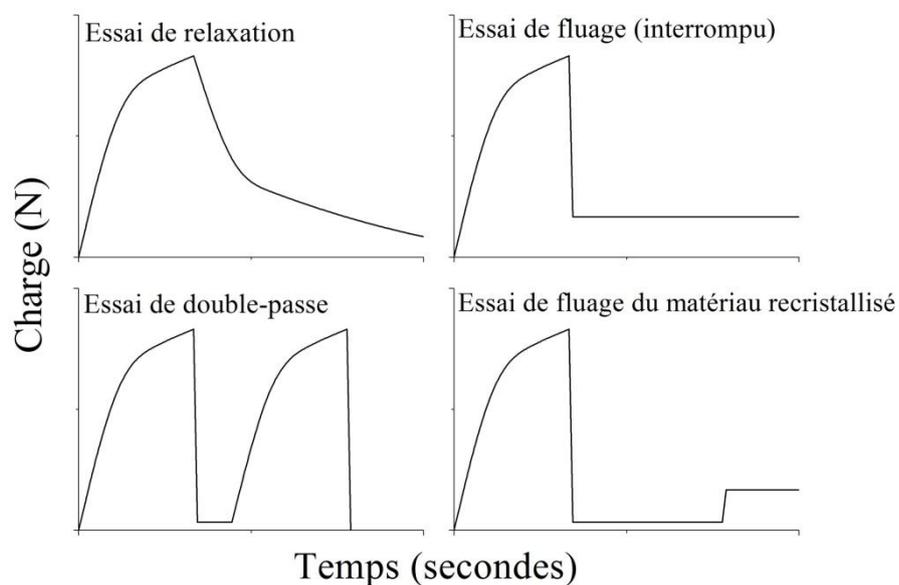


Figure IV.14 : Schéma de l'ensemble des histoires thermomécaniques effectuées visant à comprendre le phénomène RIP après la pré-déformation à chaud

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

IV.2.2. Mécanisme et cinétique de recristallisation

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

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

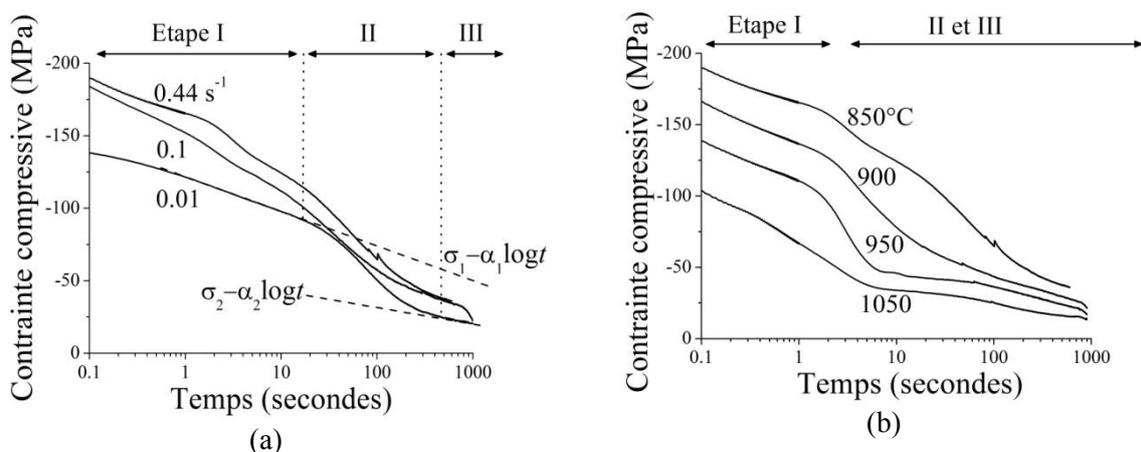


Figure IV.15 : Relaxation de contrainte après pré-déformations à chaud (a) à 850°C sous différentes vitesses de pré-déformation et (b) à 0,44 s⁻¹ à différentes températures

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

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

$$\sigma_{mesure} = (1 - X_{rex})(\sigma_1 - \alpha_1 \log t) + X_{rex}(\sigma_2 - \alpha_2 \log t) \quad (IV.2)$$

avec :

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

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

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

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

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

- une pré-déformation de 30% à 850°C et à $0,01 \text{ s}^{-1}$ (on l'appelle la **condition A** dans la suite), qui permet les observations microstructurales *ex situ* grâce à la cinétique de recristallisation relativement lente. De plus, on devrait pouvoir étudier le comportement viscoplastique du matériau écroui à chaud, pendant le temps d'incubation. A l'opposé, le fait que la recristallisation dure relativement longtemps peut empêcher la détermination du comportement viscoplastique du matériau complètement recristallisé, du fait que le temps d'essai est limité par l'oxydation.
- Une pré-déformation de 30% à 950°C et à $0,44 \text{ s}^{-1}$ (**condition B**), qui est assez proche de celle de l'emprise du laminoir. On pourra évaluer la déformation viscoplastique pendant la recristallisation (en dix secondes après la pré-déformation) ainsi que le comportement viscoplastique du matériau recristallisé. Néanmoins, on n'a pas accès au début du phénomène RIP à cause de la durée de l'étape de déchargement.
- Une pré-déformation de 30% à 1050°C et à $0,44 \text{ s}^{-1}$ (**condition C**), qui est aussi proche de celles de laminage. De plus, le matériau recristallise complètement en cinq secondes, temps similaire à celui passé par la tôle dans l'intercage F1-F2. Ceci nous permet de bien quantifier la contribution de RIP à la variation géométrique du produit. Cependant, on n'a pas accès aux deux premières secondes à cause du déchargement, où une fraction de recristallisation importante de 80% est atteinte.

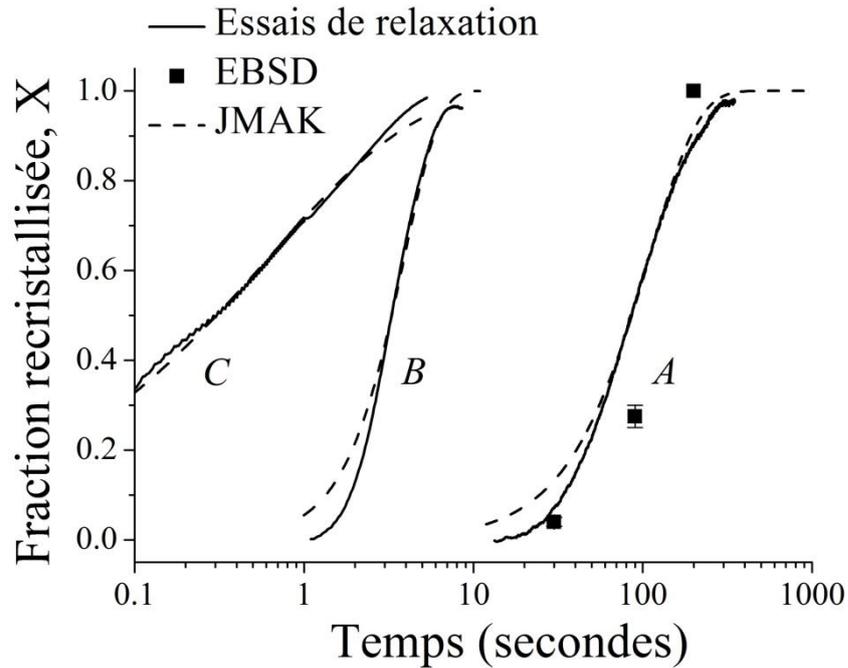


Figure IV.16 : Fraction volumique des grains recrystallisés en fonction du temps obtenue par les essais de relaxation (courbes) après la pré-déformation sous les conditions A, B et C. Les symboles carrés et les lignes pointillées correspondent aux fractions respectivement mesurée par EBSD et calculée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

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

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

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

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

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

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

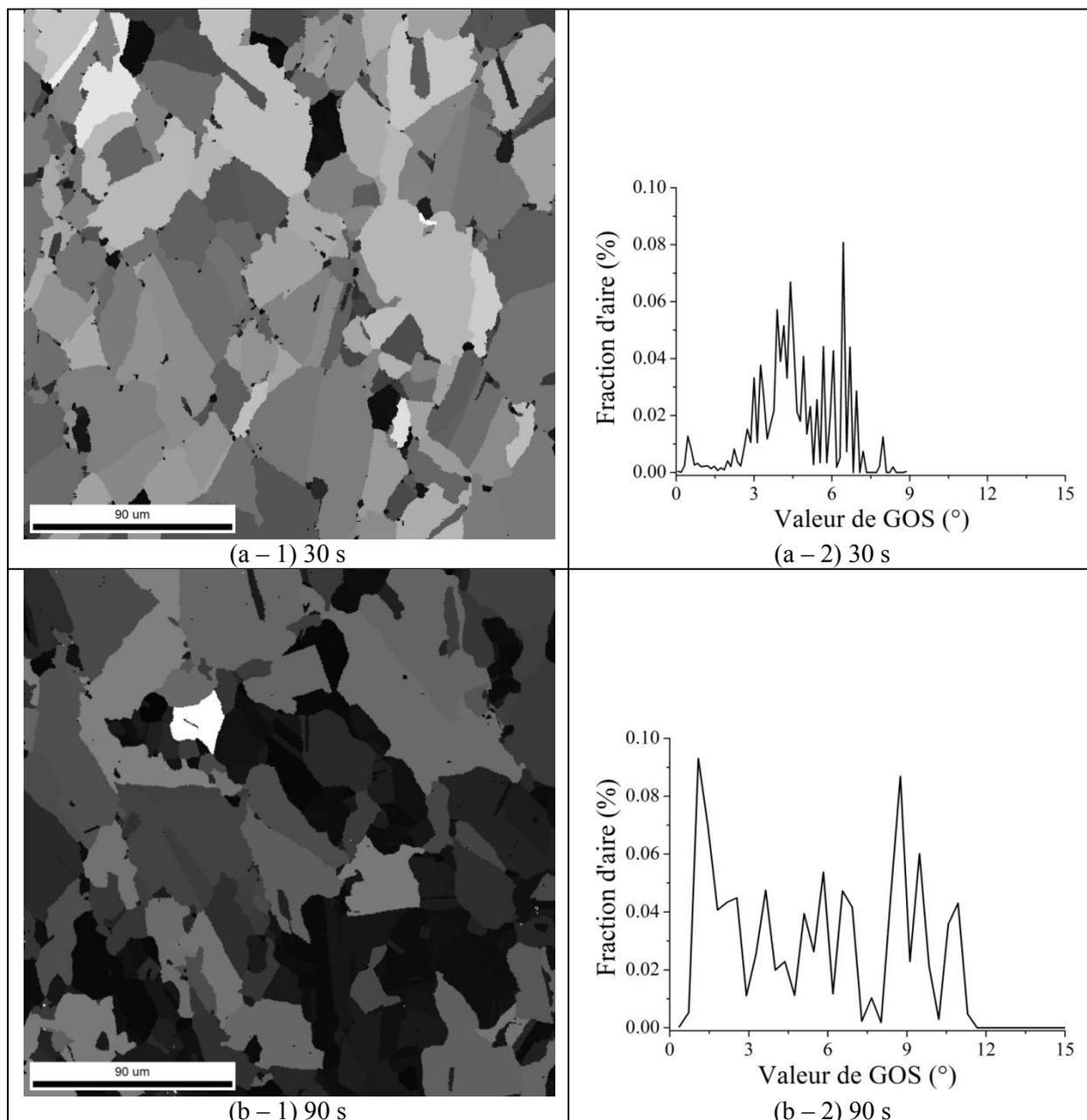


Figure IV.17 : Images en GOS des éprouvettes après un essai de pré-déformation, puis fluage à 850°C interrompu après (a - 1) 30 s et (b - 1) 90 s, et répartitions de la valeur GOS correspondantes (a - 2) et (b - 2)

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

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

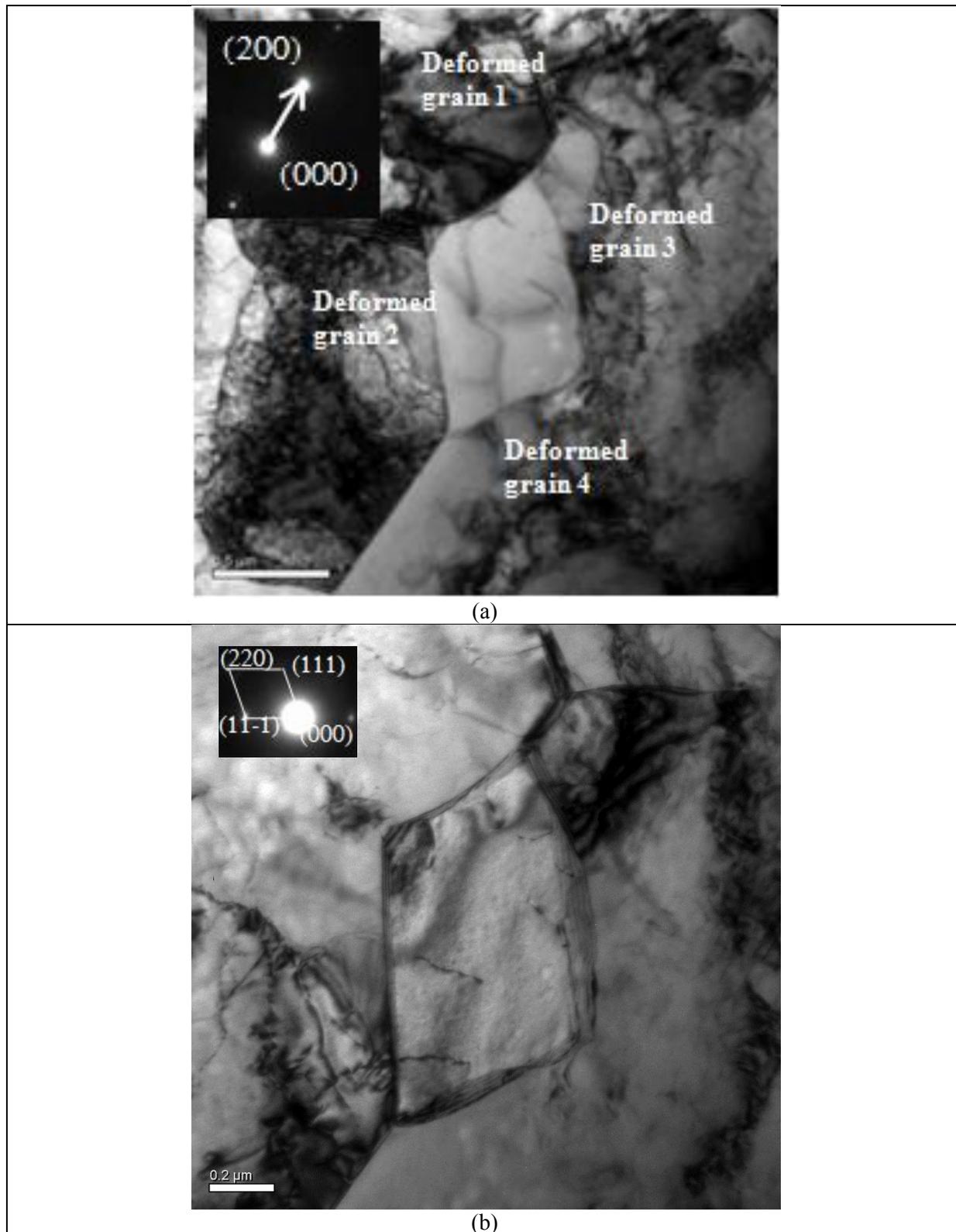


Figure IV.18 : Images de MET en champ clair sur une même zone de l'éprouvette après un essai de fluage pendant 30 s

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

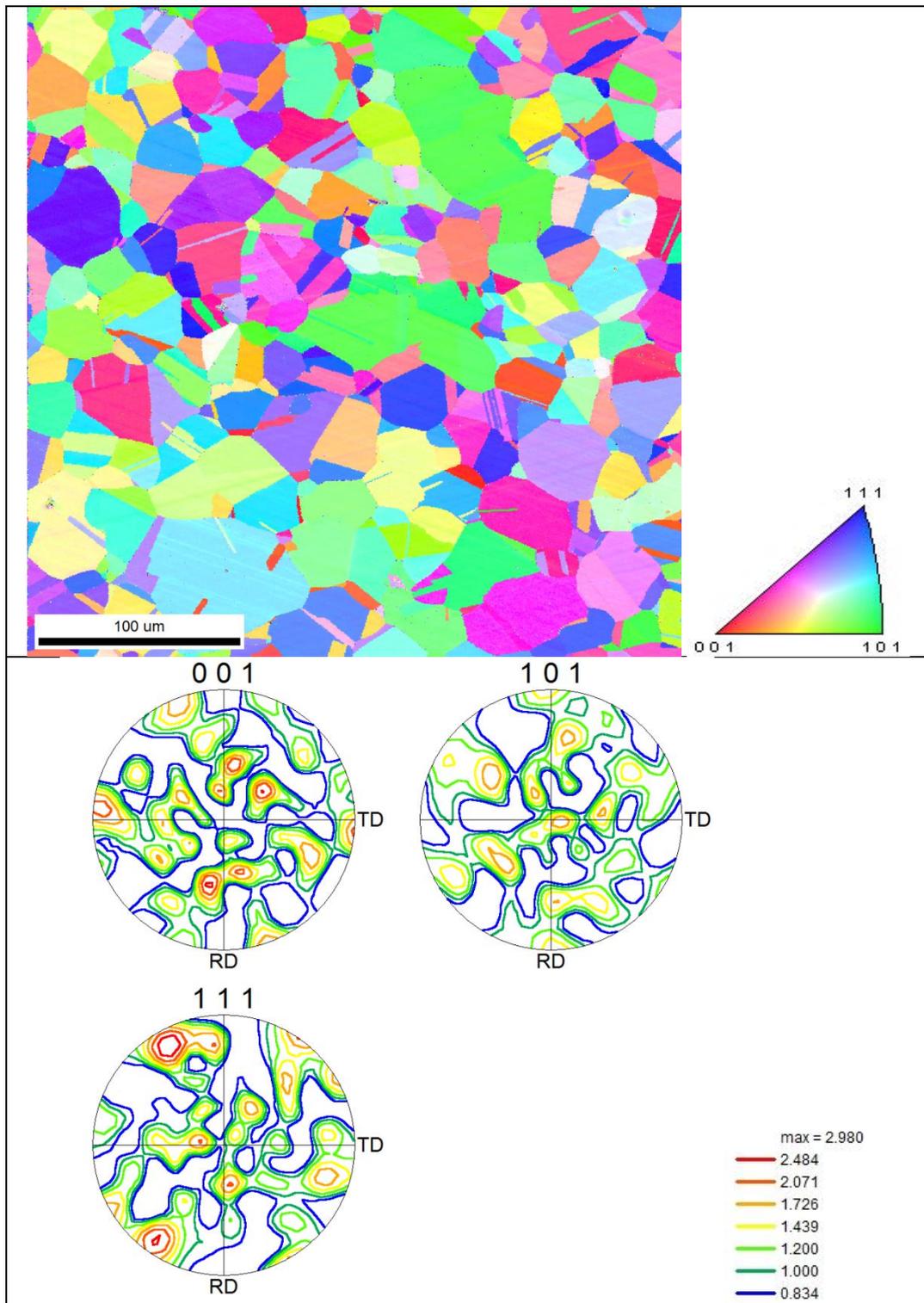


Figure IV.19 : Cartographie d'orientation d'une éprouvette après recristallisation à 850°C sous 20 MPa pendant 20 minutes, trois projections stéréographiques usuelles sont fournies en bas de la figure, la direction de compression à chaud (idnetique à la direction de laminage) est perpendiculaire au plan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

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

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

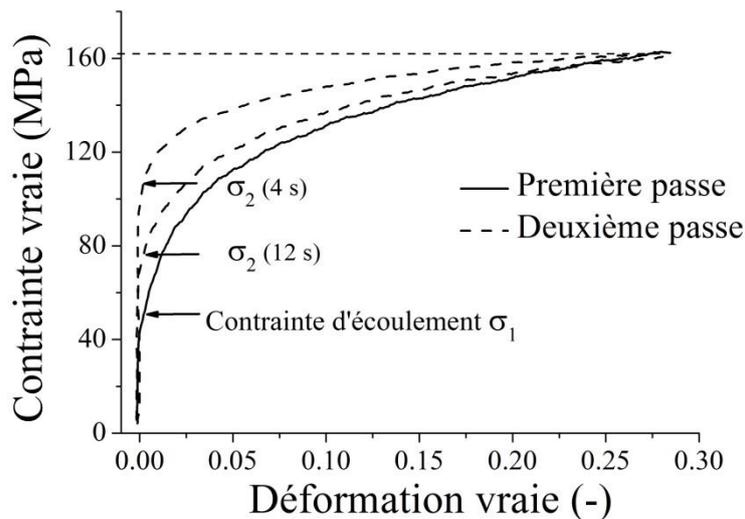


Figure IV.20 : Courbes de chargement des essais de double-passe avec des temps d'interpasse de 4 et de 12 secondes

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

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

Dans l'équation ci-dessus :

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

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

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

IV.2.3. Comportement viscoplastique

IV.2.3.1. Comportement viscoplastique au cours de la recristallisation

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

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

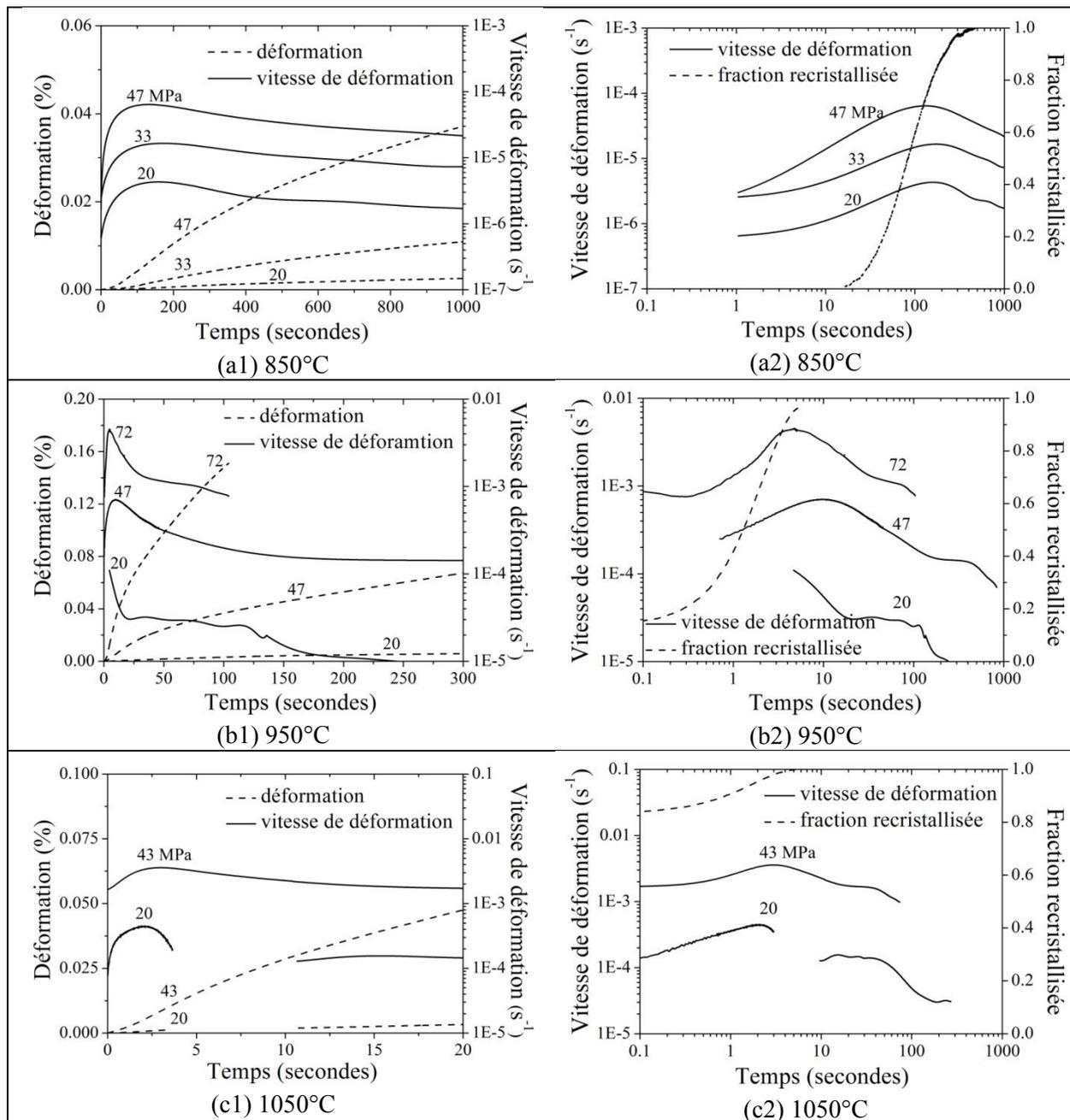


Figure IV.21 : Déformation et vitesses de déformation pendant et après la recrystallisation ((a1) et (a2)) à 850°C après la pré-déformation sous la condition A, ((b1) et (b2)) à 950°C après la pré-déformation sous la condition B et ((c1) et (c2)) à 1050°C après la pré-déformation sous la condition C

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

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

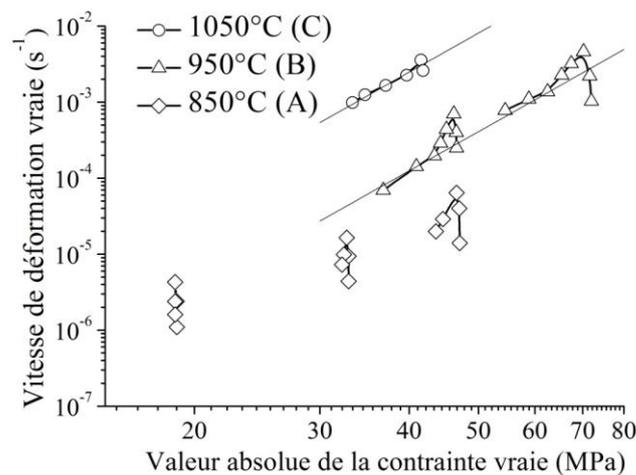
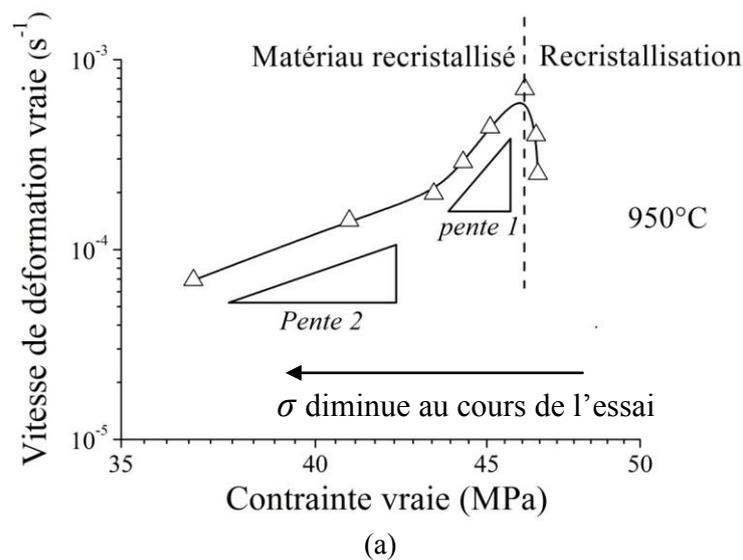


Figure IV.22 : Comportement viscoplastique du matériau pendant et après la recristallisation (a) à 950°C (condition B) sous une contrainte nominale de 47 MPa et (b) sur l'ensemble des essais

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

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

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

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

IV.2.3.2. Comportement viscoplastique du matériau recristallisé

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

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

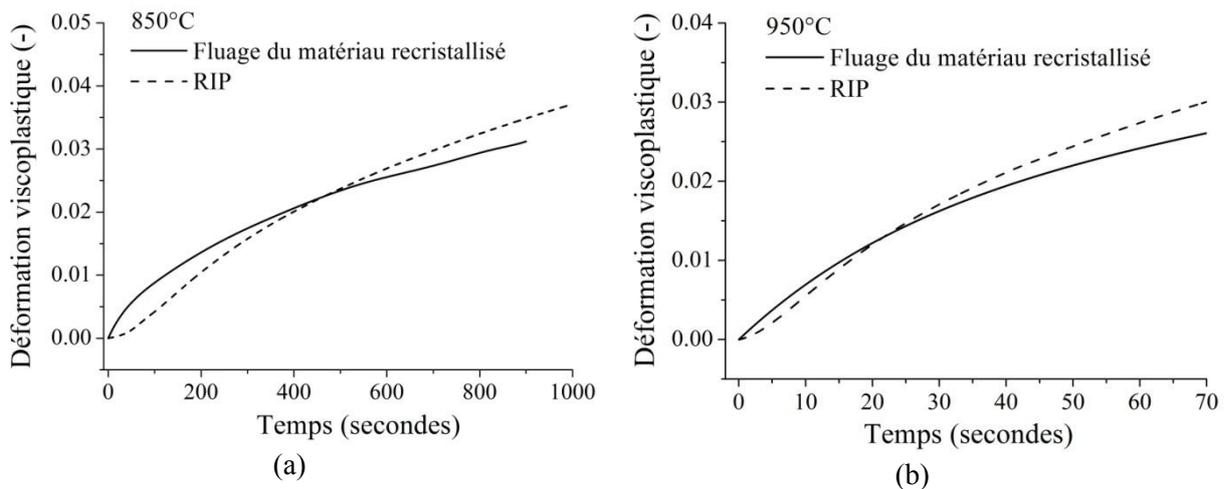


Figure IV.23 : Fluage en régimes transitoire et stationnaire du matériau complètement recristallisé et fluage assisté par la recristallisation (RIP) à (a) 850 et (b) 950°C

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

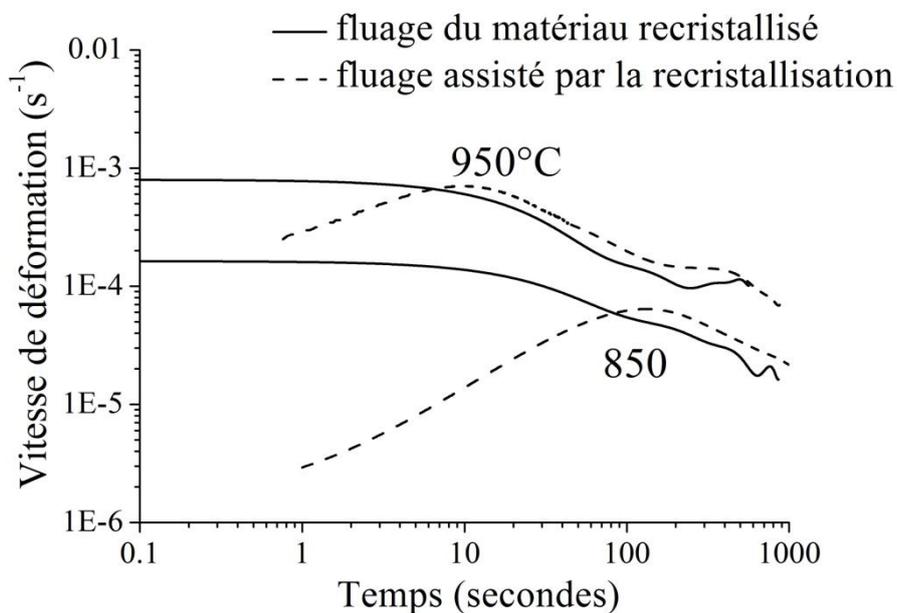


Figure IV.24 : Vitesses de déformation du matériau recristallisé et du matériau en cours de recristallisation à 850 et 950°C sous une contrainte nominale de 47 MPa

IV.2.4. Contribution du phénomène RIP en intercage

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

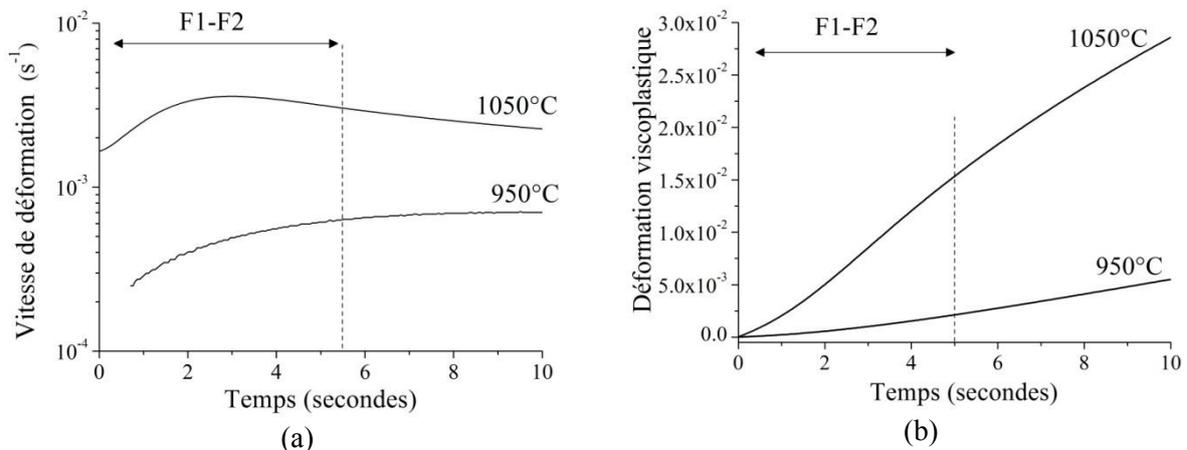


Figure IV.25 : (a) Évolution de vitesse de déformation assistée par la recristallisation sous 47 MPa à 950 et 1050°C après une pré-déformation dans la condition B et C, et (b) déformation viscoplastique correspondante

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

IV.2.5. Conclusions

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

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

- La recristallisation est la cause principale de l'adoucissement du matériau aux hautes températures après la pré-déformation. De ce fait, l'essai de relaxation peut être considéré comme l'approche expérimentale la plus efficace pour une mesure rapide de la cinétique de recristallisation des alliages considérés sous certaines conditions de sollicitation
- Les caractéristiques microstructurales de l'alliage Fe36%Ni pendant la recristallisation sont similaires à celles observées sur l'alliage Fe41%Ni à 630°C : une coexistence de grains écrouis et de grains recristallisés et une croissance de grains rapide. Le matériau recristallisé est non texturé
- La cinétique de recristallisation dépend fortement des conditions de pré-déformation et de la température. L'influence de la contrainte sur la cinétique de recristallisation est négligeable pour l'alliage Fe36%Ni dans les conditions étudiées. De ce fait, la cinétique de recristallisation peut être correctement décrite par la relation de JMAK

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

- Le comportement viscoplastique au cours de la recristallisation peut s'exprimer par une augmentation de la vitesse de déformation pendant la recristallisation, suivie par une décroissance de la vitesse de déformation jusqu'à l'état stationnaire
- La vitesse de déformation maximum liée au RIP est supérieure de plusieurs fois par rapport à celle du matériau complètement recristallisé en régime stationnaire
- Le matériau recristallisé possède un comportement en fluage transitoire susceptible de jouer un rôle important dans le phénomène de RIP

IV.3. Discussion des résultats expérimentaux

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

IV.3.1. Recristallisation

IV.3.1.1. Microstructure

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

IV.3.1.2. Cinétique de recristallisation

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

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

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

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

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

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

IV.3.2. Comportement viscoplastique associé au phénomène RIP

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

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

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

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

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

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

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

IV.3.2.3. Influence des conditions de pré-déformation

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

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

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

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

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

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

IV.3.2.5. Régime de fluage du matériau recristallisé

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

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

IV.3.2.6. Fluage en régime transitoire

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

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

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

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

IV.3.2.7. Diffusion aux joints de grains

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

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

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

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

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

IV.4. Conclusions de l'étude expérimentale

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

- La recristallisation sous charge non seulement entraîne l'adoucissement des matériaux, mais aussi modifie leur comportement viscoplastique. Il en résulte une déformation supplémentaire, dans un grand domaine de température entre 630°C et 1050°C, sous une contrainte faible entre 20 et 70 MPa. Ceci a confirmé que la réduction de largeur des tôles en intercage du laminoir à chaud est essentiellement due au phénomène RIP
- Ce comportement viscoplastique assisté par la recristallisation dépend des conditions de pré-déformation (via la cinétique de recristallisation) et aussi de la sollicitation appliquée pendant la recristallisation. Le phénomène RIP a été observé en régime stationnaire pour les basses températures et en régime transitoire pour les hautes températures. Pour les deux domaines de température, la vitesse de déformation liée au RIP est supérieure de 3 à 10 fois à celle du matériau recristallisé en régime de fluage stationnaire
- Les microstructures liées au RIP montrent une coexistence des grains écrouis et de grains recristallisés. Ces derniers sont formés aux joints des grains écrouis et grossissent rapidement aux dépens de la matrice. Aucune texture significative n'est détectée sur le matériau recristallisé après un écrouissage de 30%
- Les interprétations du phénomène RIP issues de la littérature ont été testées en utilisant les résultats de cette étude : la diffusion le long des joints de grains n'est pas la cause principale du phénomène RIP. Pourtant, la contribution du comportement viscoplastique des grains recristallisés au phénomène RIP pourrait être considérable