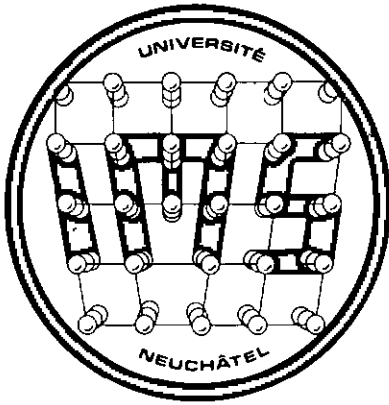


917



ETUDE MORPHOLOGIQUE
DU DEVELOPPEMENT DE LA
STRUCTURE RECRISTALLISEE
- EXEMPLE DU CUIVRE -

J.-M. Boéchat

**Institut de métallurgie structurale
de l'Université de Neuchâtel**

UNIVERSITE DE NEUCHÂTEL
Institut de Métallurgie structurale

ETUDE MORPHOLOGIQUE
DU DEVELOPPEMENT
DE LA STRUCTURE RECRISTALLISEE
- EXEMPLE DU CUIVRE -

Thèse présentée à la Faculté des Sciences

par

Jean-Marc Boéchat

Ingénieur en microtechnique

Diplômé de l'Université de Neuchâtel

Pour l'obtention du titre de

Docteur ès sciences

A toutes celles et à tous ceux qui ont su m'accorder
leur confiance.

IMPRIMATUR POUR LA THÈSE

*Etude morphologique du développement de la
structure recristallisée: exemple du cuivre*

de Monsieur *Jean-Marc Boéchat*

UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL

FACULTÉ DES SCIENCES

La Faculté des sciences de l'Université de Neuchâtel,
sur le rapport des membres du jury,

Messieurs W. Form, F. Stoeckli et

P.-J. Wilbrandt (Göttingen)

autorise l'impression de la présente thèse.

Neuchâtel, le *15 novembre 1983*

Le doyen :



H. Beck

" Nous vivons en ce monde pour nous efforcer d'apprendre toujours, pour nous éclairer les uns les autres au moyen d'échange d'idées et pour nous appliquer à aller toujours plus loin en avant dans la science et les arts."

Mozart, 1777

PARTIE I

1. <u>INTRODUCTION</u>	p. 2
2. <u>CONSIDERATIONS FONDAMENTALES</u>	p. 4
2.1. La recristallisation considérée comme une transformation	p. 4
2.1.1. Recristallisation et transformations de phases, différences et analogies	p. 7
2.2. Théories de la recristallisation	p. 10
2.2.1. Les théories de la germination	p. 11
2.2.2. Les théories de la croissance	p. 18
2.3. Synthèse des théories de la recristallisation	p. 22
2.4. Remarques à propos d'une théorie oubliée de la recristallisation	p. 23
2.5. Conception d'un test critique	p. 24
3. <u>PARTIE EXPERIMENTALE</u>	p. 27
3.1. Choix expérimentaux	p. 27

3.1.1. Principe expérimental des T.T.I.	p. 27
3.1.2. Types d'analyses à effectuer	p. 29
3.1.3. Caractéristiques structurales du matériau d'essai	p. 30
3.2. Conditions expérimentales	p. 31
3.2.1. Matériau d'essai	p. 31
3.2.2. Etat initial	p. 32
3.2.3. Type et valeur de la déformation	p. 34
3.2.4. Conditions des traitements thermiques	p. 35
3.2.5. Méthodes d'analyse	p. 36
3.2.5.1. Analyse des cinétiques	p. 37
3.2.5.2. Analyse des structures finales	p. 38
3.2.5.3. Analyse des structures intermédiaires	p. 42
3.3. Résultats	p. 45
3.3.1. Description comparative des cinétiques de la recristallisation	p. 45
3.3.2. Description comparative des structures finales	p. 50
3.3.3. Description comparative des structures intermédiaires	p. 57
3.3.4. Synthèse des résultats	p. 61

4. <u>INTERPRETATION DES RESULTATS</u>	p. 62
4.1. Synthèse de la vision expérimentale de la recristallisation	p. 68

5. <u>CONCLUSIONS</u>	p. 69
-----------------------	-------

P A R T I E I I

1. <u>BUTS</u>	p. 72
2. <u>CONSIDERATIONS GENERALES</u>	p. 73
3. <u>CONDITIONS EXPERIMENTALES</u>	p. 75
3.1. Variation de l'énergie stockée	p. 75
3.2. Mesure de l'énergie stockée	p. 75
3.3. Analyse des tailles des grains recristallisés	p. 78
3.4. Conditions expérimentales	p. 79
3.4.1. Calorimétrie	p. 79
3.4.2. Restauration	p. 80
3.4.3. Traitement de comparaison	p. 81

3.5. Résultats	p. 81
3.5.1. Mesures calorimétriques	p. 81
3.5.2. Echantillons restaurés	p. 85

4. <u>DISCUSSION</u>	p. 87
----------------------	-------

5. <u>CONCLUSIONS</u>	p. 90
-----------------------	-------

P A R T I E I I I

1. <u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	p. 92
---------------------------------	-------

2. <u>PROPOSITIONS DE RECHERCHES</u>	p. 95
--------------------------------------	-------

3. <u>REMERCIEMENTS</u>	p. 98
-------------------------	-------

4. <u>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</u>	p. 100
---------------------------------------	--------

A N N E X E S

1. TECHNIQUES METALLOGRAPHIQUES p. 107
- 1.1. Analyse des cinétiques et
des structures intermédiaires p. 107
- 1.2. Analyse des structures recristallisées p. 108

2. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES
OU CALORIMETRE UTILISE p. 110

3. CONDITIONS DES DEFORMATIONS
DES BARRES UTILISEES p. 111

PARTIE I

1. INTRODUCTION

Ce travail a pour but d'augmenter notre connaissance des stades du développement de la microstructure recristallisée et particulièrement de leur influence sur la morphologie de celle-ci. Cela fait, nous tenterons d'établir la causalité des faits observés.

Dans une première partie, nous construirons, sur la base de la littérature, un modèle de la recristallisation telle qu'elle y est généralement décrite. Nous soumettrons ensuite ce modèle à un test expérimental critique, défini de façon à nous permettre de juger de la concordance entre le modèle théorique utilisé et la réalité expérimentale. L'utilisation de traitements thermiques non conventionnels devrait notamment nous permettre de jeter une lumière nouvelle sur le rôle respectif de la germination et de la croissance dans le développement de la microstructure recristallisée. La morphologie de celle-ci devra être analysée en détail tant aux stades intermédiaires que dans l'état final, car elle fournit vraisemblablement une des clés de la compréhension de la recristallisation. Nous tenterons de la caractériser par des paramètres établis sur des bases statistiques à l'aide de la métallographie quantitative appliquée à des observations faites en microscopie optique.

Dans une deuxième partie, nous considérerons les liens qui existent entre les paramètres de la structure déformée et la morphologie de la microstructure issue de la recristallisation. Nous nous intéresserons plus spécialement au rôle que joue l'énergie stockée par la déformation plastique dans le métal. Nous la déterminerons par calorimétrie pour différents états déformés et nous pourrons ainsi mesurer son influence sur les processus de recristallisation.

Nous terminerons enfin ce travail par une troisième partie, de synthèse, où nous ferons le bilan des résultats obtenus et examinerons les modifications qu'il faut éventuellement apporter aux idées généralement admises en matière de recristallisation.

2. CONSIDÉRATIONS FONDAMENTALES

Dans ce chapitre, nous allons essayer de cerner à partir de la littérature les idées maîtresses des nombreuses recherches menées sur le sujet par des générations de chercheurs. Nous tenterons également d'en tirer une vue synthétique du développement de la structure de recristallisation. Nous pourrions alors déterminer les expériences capables de nous fournir des résultats susceptibles de compléter la vision actuelle en la matière.

Notons encore que, dans ces considérations fondamentales, les métaux seront supposés purs et que les atomes étrangers ne joueront un rôle que lorsque leur présence sera spécifiquement mentionnée.

2.1. La recristallisation considérée comme une transformation

Il y a une quarantaine d'années, les bases quantitatives de la vision actuelle de la recristallisation furent établies par Johnson et Mehl [1] et par Avrami [2] en étendant les théories des transformations de phases. Les modèles développés par ces auteurs sont bâtis sur les phénomènes de germination et de croissance tels qu'ils étaient alors connus pour différents cas de transformations activées thermiquement.

L'équation de la forme :

$$x = 1 - \exp(-Bt^k)$$

(où x est la fraction du volume transformé, t le temps, B et k des constantes du système) proposée par Avrami, décrit assez bien l'allure générale de la courbe sigmoïdale obtenue expérimentalement. Ce n'est d'ailleurs pas là que résidait le problème. En effet, la fonction mathématique représentant une courbe sigmoï-

dale étant connue bien avant lui, les modèles ne débouchant pas sur des équations de ce type pouvaient être éliminés d'emblée.

En revanche, les caractéristiques propres aux modèles adoptés pour la germination et la croissance influent sur les valeurs des coefficients B et k , qui règlent la forme particulière des courbes théoriques. L'exposant k , par exemple, dépend de la dimensionnalité du processus de recristallisation. Avrami propose $3 < k < 4$ pour un développement tridimensionnel des nouveaux grains tel qu'il est généralement observé dans les matériaux massifs.

L'hypothèse faite par Avrami pour adapter les modèles de transformations à la description de la recristallisation est :

- Le taux de germination dépend du degré de déformation.

Deux hypothèses supplémentaires importantes proviennent du cadre général du modèle des transformations de phases :

- Le taux de germination diminue au fur et à mesure du déroulement du processus.

- La croissance des germes se fait à une vitesse constante et isotrope.

De plus, l'hypothèse implicite supplémentaire suivante découle aussi du traitement mathématique utilisé par Avrami :

- Chaque volume considéré, aussi petit soit-il, est supposé subir la transformation d'une façon représentative de ce qui se passe dans l'ensemble du volume étudié.

De ces quatre hypothèses, les deux dernières sont certainement attaquables, car toutes les observations faites montrent que :

- La croissance des nouveaux grains se fait par des mouvements spasmodiques plutôt que réguliers et qu'elle est loin d'être isotrope.
- La recristallisation se produit dans le volume déformé de façon très hétérogène.

L'objection principale à la théorie d'Avrami vient toutefois du fait que l'immense majorité des expériences menées dans le cadre de la recristallisation donnent pour k des valeurs comprises entre 0,5 et 1,5 [3]. Selon le modèle d'Avrami, ces valeurs dénotent une croissance unidimensionnelle des nouveaux grains. Ses conclusions sont donc en contradiction flagrante avec la réalité des phénomènes observés.

La théorie d'Avrami présente nonobstant le grand avantage d'essayer de décrire la recristallisation dans sa globalité, de ses débuts à son aboutissement. Ses faiblesses proviennent vraisemblablement du fait que la germination aussi bien que la croissance des nouveaux grains procèdent de nombreux mécanismes concurrents, se développant simultanément à différents endroits de la matrice écrouie. Il paraît ainsi difficile de prendre théoriquement en compte les contributions particulières à chacun de ces phénomènes et l'hétérogénéité de leurs apparitions pour les intégrer dans une description d'ensemble satisfaisante.

D'autre part, le principe même de la transposition de considérations thermodynamiques des transformations de phases dans la recristallisation semble pour le moins sujet à caution. Le chapitre suivant mettra en évidence quelques-unes des différences fondamentales qui existent entre ces deux modifications structurales.

2.1.1. Recristallisation et transformations de phases,
différences et analogies

Si la recristallisation peut être considérée comme une transformation, puisqu'elle change l'arrangement atomique, elle présente néanmoins des différences fondamentales par rapport aux transformations de phases.

En effet, bien que la structure issue de la recristallisation représente une transformation de la structure initiale, au sens premier du terme, les forces motrices et les conditions thermodynamiques qui y président sont d'une nature totalement différente de celle qui est la leur lors des modifications structurales apportées par les véritables transformations de phases.

En effet, lors des transformations de phases, la force motrice est donnée par la différence d'énergie libre qui existe entre les deux phases en concurrence.

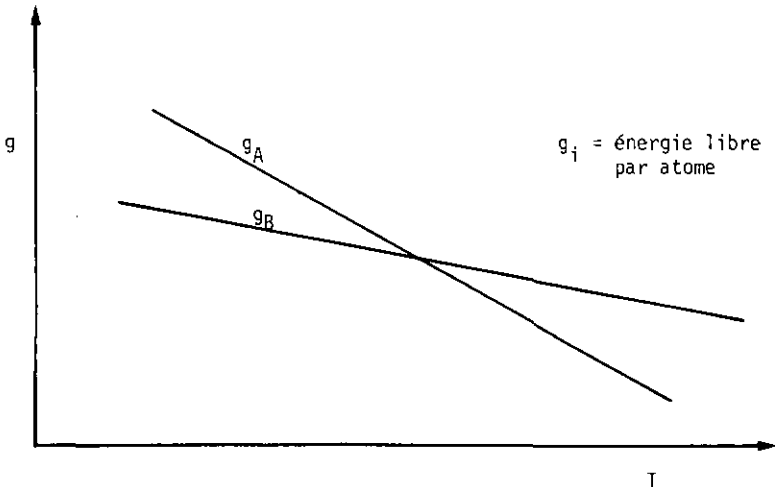


Fig. 1.2.1. Représentation schématique de la variation de l'énergie libre de deux phases en fonction de la température.

La situation énergétique des deux phases est symbolisée dans la figure 1.2.1. Selon les conditions thermodynamiques fixées par les variables d'état (ici la température et la pression, cette dernière étant maintenue constante), la différence entre g_A et g_B peut varier de sorte que la situation $g_A < g_B$ est possible aussi bien que $g_A > g_B$. Dans ce dernier cas, la phase en équilibre thermodynamique est la phase B. Pour autant qu'elle dispose de l'énergie d'activation nécessaire $\Delta_a g^{A \rightarrow B}$, la phase A va se transformer en phase B, libérant alors au passage l'énergie excédentaire $\Delta g^{A \rightarrow B}$.

Si maintenant on modifie la température et que g_A devient plus petit que g_B , la transformation inverse se produira, moyennant une certaine énergie d'activation $\Delta_a g^{B \rightarrow A}$. Le processus est donc totalement réversible. Sa force motrice ($\Delta g^{A \rightarrow B}$ ou $\Delta g^{B \rightarrow A}$) dépend des variables d'état qui fixent les conditions de l'équilibre thermodynamique.

Pour la recristallisation, la situation peut, en revanche, être schématisée ainsi :

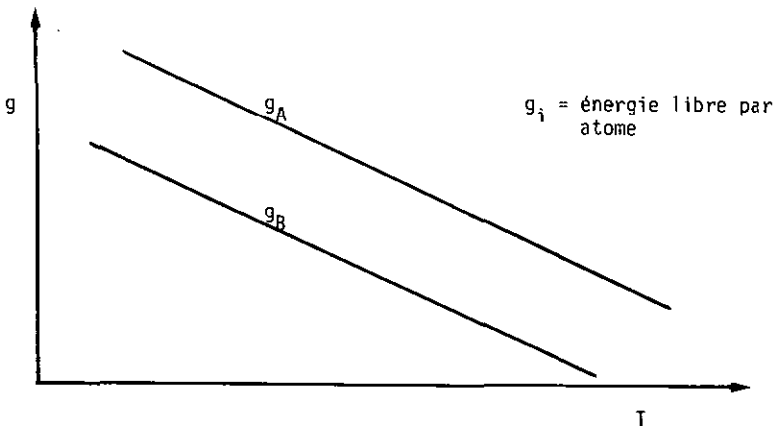


Fig. 1.2.2. Représentation schématique des situations énergétiques en concurrence lors de la recristallisation.

L'état A correspond à l'état déformé de la matière et l'état B à son état recristallisé sans confusion possible puisque la recristallisation est irréversible. En effet, g_B est toujours plus petite que g_A , ce qui crée l'irréversibilité réactionnelle. La force motrice $\Delta g^{A \rightarrow B}$ n'est pas ou peu fonction de la température. Elle est fonction de la déformation plastique que le matériau a subie [4].

L'atome qui se trouve dans la structure déformée est soumis à l'influence des tensions associées aux multiples défauts structuraux créés par la déformation plastique, ce qui le place dans une position énergétique élevée. La recristallisation éliminant la quasi-totalité de ces défauts, l'atome qui se trouve dans la structure recristallisée ne peut être que dans une position énergétique plus favorable.

Il n'est pas question ici de situations considérées comme des états d'équilibre thermodynamique, fait courant dans les transformations de phases. Quelles que soient les variables d'état, la structure déformée n'est jamais en état d'équilibre.

La recristallisation est donc une "transformation" structurale qui permet au matériau d'approcher de l'état d'équilibre en perdant une partie de son énergie excédentaire. A la différence des transformations de phases, elle est totalement irréversible.

Une autre différence fondamentale entre une transformation de phase contrôlée par la diffusion telle qu'elle est envisagée par Avrami et la recristallisation est précisément le rôle de la diffusion dans ces deux phénomènes.

Dans des transformations du type de la précipitation ou de la démixtion, la diffusion joue un rôle fondamental dans la croissance de la nouvelle structure. Par conséquent, elle influence directement la cinétique de la transformation, puisqu'elle permet le changement de la composition chimique locale nécessaire à celle-ci.

Pour la recristallisation, en revanche, la diffusion ne participe pas au changement structural. Pour prendre place dans la nouvelle structure, les atomes ne font que des déplacements de l'ordre de la distance interatomique. Ce sont donc les problèmes de saut à l'interface, et non la diffusion, qui contrôlent la cinétique de la croissance des nouveaux grains.

Les analogies qui existent entre la recristallisation et les transformations de phases sont essentiellement phénoménologiques. Ce sont des processus activés thermiquement dont les cinétiques présentent, dans certains cas, des aspects similaires. Leur avance se fait par mouvements d'interfaces. Le changement structural est accompagné naturellement d'une modification des propriétés du matériau.

Pourtant, comme nous l'avons montré précédemment, ces analogies au niveau des observations et de certains mécanismes ne résistent pas à une analyse de leurs causes, fortement différenciées.

2.2. Théories de la recristallisation

Toute une série de modèles propres à la recristallisation ont été développés pour remédier aux lacunes de la théorie d'Avrami. Ces travaux furent alors prétextes à nombre de vérifications pratiques visant à leur apporter la caution de l'expérimentation. Les théories formulées à propos de la recristallisation se séparent en deux groupes :

- Celles propres à la germination de la recristallisation,
- Celles décrivant la croissance des nouveaux grains.

Dans les deux chapitres qui suivent, nous exposerons rapidement quelques-unes des théories "classiques" relevant de l'une ou l'autre de ces catégories.

2.2.1. Les théories de la germination

La germination de la recristallisation est la phase pendant laquelle les embryons des grains de la nouvelle structure sont formés et développés jusqu'au seuil de la stabilité. Elle est suivie par un processus de croissance de ces nouveaux cristallites menant à l'accomplissement de la recristallisation. La séparation entre ces deux phases est définie en fonction du modèle de germination adopté. La littérature [5, 6, 7, 8] mentionne au moins cinq modèles relativement plausibles.

Nous nous bornerons ici à une énumération sommaire de ces différentes théories pour n'en retenir que les points les plus vraisemblables.

- i) La théorie classique de germination par fluctuations locales d'énergie thermique. Elle fut dérivée par Burke et Turnbull [9] d'une théorie propre à la germination d'une phase solide dans un liquide surrefroidi. Elle postule une germination homogène causée par une fluctuation constante de l'énergie thermique locale. Cela conduit à l'apparition, puis à la disparition de germes jusqu'à ce qu'une partie d'entre eux deviennent surcritiques, donc que leur croissance puisse se faire avec une réduction de l'énergie libre du système. On peut représenter cette situation par le schéma figurant sur la page suivante.

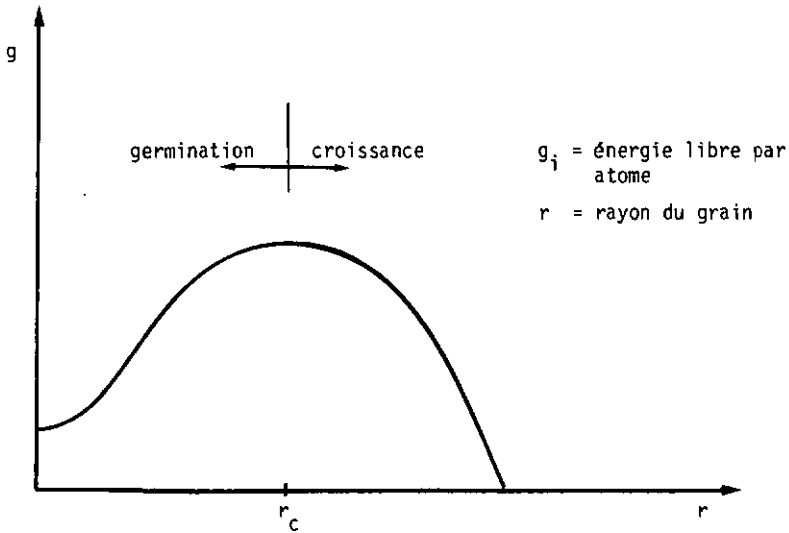


Fig. 1.2.3. Représentation schématique de l'évolution de l'énergie libre en fonction du développement d'un grain recristallisé.

Dans la zone 1, c'est-à-dire lorsque le rayon r des germes est inférieur à un rayon critique r_c , les embryons sont susceptibles d'être éliminés, car ils sont instables. En revanche, dès que $r > r_c$, dans la zone 2, les germes peuvent croître en provoquant une réduction de l'énergie libre du système. Ils sont alors considérés comme stables. Selon les utilisateurs de cette théorie classique, une région de la structure déformée peut être considérée comme un germe potentiel si elle remplit les trois conditions suivantes :

- 1° Elle doit, pour assurer la présence d'une force motrice, avoir une densité de dislocations plus faible que son entourage.
- 2° Elle doit dépasser une taille critique.
- 3° Il doit exister une mésorientation appropriée entre elle et son entourage, pour que l'interface ait une mobilité suffisante.

Il est clair que, comme le soulignent justement Wilbrandt et Haasen [10], des conditions d'une telle nature permettent de considérer toute région, tel un sous-grain ou une cellule du cristal déformé, comme un germe potentiel. Toutefois, ces germes potentiels, vu leur taille (de l'ordre de $1 \mu\text{m}$), représentent un volume tel qu'il exclut toute possibilité d'activation thermique.

Les estimations faites par Byrne [11] de la taille critique des germes dans des conditions optimales donnent un rayon critique $r_c = 0,6 \text{ nm}$. Ainsi, même si le processus est envisageable, il paraît impossible de le mettre en évidence expérimentalement.

De toute manière, même si ce modèle permet une approche des phénomènes de germination, il demande des conditions énergétiques si strictes qu'une contribution de ce type à la germination de la recristallisation peut être considérée comme hautement improbable [12].

- ii) La germination par grossissement de sous-grains. Proposée indépendamment par Beck [13] et Cahn [14], elle fut développée ultérieurement par Cottrell [15]. Aussi porte-t-elle parfois le nom de Modèle de Cahn-Cottrell. Elle postule l'existence d'une sous-structure bien définie dans la matrice déformée. Les conditions nécessaires au développement d'un sous-grain en tant que germe de recristallisation ne relèvent pas de considérations énergétiques, comme dans le modèle précédent, mais de sa mésorientation par rapport à ses voisins.

Pourtant, comme le souligne Cahn lui-même [12 p. 56], ce processus, à l'instar de celui du modèle i), implique une augmentation de l'énergie libre locale, et nécessite donc vraisemblablement une activation importante. Cet aspect n'est

toutefois pas pris en compte dans le présent modèle, qui se base avant tout sur des considérations relatives à la mésorientation.

Cette différence est essentielle puisque l'on sait que la recristallisation est intimement liée à la mobilité des interfaces, laquelle dépend fortement de la mésorientation des parties en présence. Ce modèle nous semble donc mieux à même de refléter les phénomènes propres à la recristallisation.

Schématiquement, le développement d'un germe se déroule comme suit :

- Un sous-grain entouré de son sous-joint présente, par rapport à ses voisins, une mésorientation relativement importante. Les mésorientations existant entre les sous-grains voisins sont supposées faibles. Si le sous-grain considéré grossit, il le fera au détriment de ses voisins directs, en déplaçant son sous-joint. Sa mésorientation augmente alors par incorporation des dislocations rencontrées. Lorsque son interface se transforme en joint grand-angulaire, la phase de germination est considérée comme terminée.

iii) La germination par coalescence de sous-grains. Il s'agit d'une variante du modèle précédent due aux travaux de Fujita [16], Li [17] et Hu [18]. Ce modèle propose la formation de joints grand-angulaires non pas par le mouvement de sous-joints, mais par la réorientation de sous-grains les uns par rapport aux autres, ce qui provoque la dissolution des sous-joints qui les séparent. Par contrecoup, la mésorientation entre cet ensemble et son environnement est augmentée. Ce type de germination est supposé prendre fin lorsque, comme dans le modèle ii), un joint grand-angulaire est formé autour de l'embryon. Les conditions qui favorisent le mécanisme ii) ou iii) par rapport à l'autre ne sont pas connues, mais il semble probable qu'ils coexistent à divers endroits de la matrice déformée.

- iv) La germination par transformation de Rowland inversée, aussi appelée modèle de germination martensitique. Cette théorie fut développée par Burgers et Verbraak [19] pour expliquer la présence de germes d'"orientation cubique" dans la recristallisation du cuivre laminé, ainsi que la texture de recristallisation qui en découle. Ce type de transformation (voir à ce sujet Dubertret et Le Lann [20]) impose des relations d'orientation strictes entre la matrice et les germes formés.

Bien que facilitant la description de l'apparition de la texture cubique de recristallisation dans le cas du cuivre laminé, ce modèle ne saurait être généralisé sans difficulté. De plus, des considérations d'ordre énergétique faites par Beck et Hu [21] le font apparaître comme peu probable.

- v) La germination par le mouvement d'interfaces induit par une tension, plus connue sous son abréviation anglaise SIBM (strain induced boundary migration). Elle fut proposée par Beck et Sperry [22], puis développée par Bailey et Hirsch [23]. Comme dans le modèle ii), le germe est formé par le mouvement d'une interface, mais d'une interface constituée dès le début par un joint grand-angulaire. Les conditions qui déterminent le passage de l'embryon du stade germinatif à celui de la croissance sont dictées, comme dans le modèle i), par la balance énergétique du processus. On peut décrire le phénomène ainsi :

- Une partie d'un joint grand-angulaire existant dans la matrice déformée sépare deux régions de densités de dislocations très différentes. Si cette partie est mobile, elle va se déplacer sous l'effet du gradient des champs de tensions et formera alors une protubérance libre de dislocations, c'est-à-dire un germe de recristallisation. Lorsque l'augmentation d'énergie de surface, due à l'allongement

du joint, est contrebalancée par la relaxation de l'énergie stockée dans le volume balayé par celui-ci, la germination est considérée comme achevée.

L'extension de ce processus à l'accomplissement de la recristallisation pose deux problèmes de principe :

- 1° Par quel mécanisme une tension induit-elle le mouvement d'une interface dans la direction où les champs de tensions augmentent fortement ?
- 2° Comment expliquer à l'aide d'un tel modèle l'affinement des grains qui résulte presque toujours de la recristallisation ?

Ces deux questions nous poussent à croire que, bien que son existence soit incontestable, ce modèle demande des conditions particulières pour être vérifié et que, dès lors, il ne peut expliquer au mieux qu'une infime partie de la formation de la nouvelle structure. Nous le considérons davantage comme un processus d'accommodement local des champs de tensions que comme un véritable processus germinatif.

Bref, seuls les modèles ii), iii) et v) bénéficient de la caution nécessaire de maintes observations expérimentales faites dans diverses conditions. Toutefois, le modèle v) apparaissant, pour les raisons exprimées ci-dessus, comme relativement peu important, il nous semble préférable, pour une généralisation, de ne retenir que les deux premiers. Nous considérons, en effet :

- Qu'ils peuvent, à eux deux, apporter les éléments nécessaires à l'établissement d'une image générale du processus de germination de la recristallisation.

Notons toutefois que, par leur nature même, ces phénomènes de germination ne sont observables expérimentalement qu'en microscopie électronique à transmission, ce qui pose de gros problèmes pour appuyer toute théorie par des résultats significatifs du point de vue statistique.

Remarquons aussi que, dans les théories considérées, il est admis implicitement ou explicitement qu'un germe n'est stable que lorsqu'il a atteint le stade de croissance. Cela signifie qu'il peut disparaître à n'importe quel moment de son développement [2, 5, 24], soit au profit d'un germe voisin (coalescence de germes), soit en étant éliminé par la croissance d'un nouveau grain.

Outre définir les mécanismes de la germination, il nous paraît nécessaire aussi de considérer sa répartition dans le volume de la matrice écrouie. Une germination statistiquement répartie au hasard ou, au contraire, se produisant à des endroits bien déterminés de la structure déformée, ne contribue, en effet, pas de la même façon à la recristallisation. Donc, pour autant que le modèle le permette, il faudra, pour obtenir une image conforme à la réalité du phénomène, lui adjoindre une description de sa probabilité d'apparition au sein du volume déformé.

A la lecture de la littérature (par ex. [25, 26, 27]), l'on relève d'emblée que la germination est distribuée de façon très inhomogène et qu'elle se produit d'abord aux endroits où la densité de l'énergie stockée par la déformation est la plus importante. Ainsi, toutes les inhomogénéités de la déformation, telles que les bandes de glissements, les bandes de déformations, de même que les joints de grains appartenant à la structure déformée et les environs de précipités, représentent des endroits favorables à la germination. Dans toutes ces zones, on trouve des densités de dislocations élevées dues aux fortes distorsions que le réseau cristallin y subit.

En résumé, l'image que nous tirons de la germination de la recristallisation est la suivante :

- La germination présuppose l'existence d'une sous-structure disloquée au sein de la matrice déformée. Elle met en jeu la croissance de sous-grains soit par mouvement, soit par dissolution des sous-joints qui les entourent. Elle est donc, par sa nature même, indiscernable en microscopie optique. Elle nécessite une

énergie d'activation probablement importante. Tout germe n'ayant pas dépassé ce stade est susceptible d'être éliminé. La germination se produit de façon hétérogène. Elle commence aux endroits où la densité de l'énergie stockée est la plus élevée. Elle conduit à la formation de joints grand-angulaires mobiles. Elle est terminée dès que ceux-ci sont établis.

2.2.2. Les théories de la croissance

Les différentes théories avancées à propos de la croissance des nouveaux grains recristallisés n'ont pas été formulées en modèles complets, comme c'est le cas pour la germination. Il n'existe pas, à notre connaissance, de description d'ensemble du phénomène qui permette de prendre en compte tout à la fois la dépendance de la vitesse de migration des joints de grains par rapport à l'orientation, le mécanisme par lequel ils absorbent les dislocations, l'action de la force motrice sur leur déplacement, la formation des macles, etc. Pourtant, chacun des aspects de la migration des joints grand-angulaires a fait l'objet d'une ou de plusieurs théories contradictoires ou complémentaires visant à expliquer les observations expérimentales. Leur énumération serait toutefois fastidieuse et sans objet puisque notre but est de définir une vision opérationnelle satisfaisante de la croissance. Nous nous bornerons donc à une description globale du phénomène en rassemblant les idées généralement acceptées.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la croissance commence dès que l'interface qui sépare une région en voie de recristallisation de la matrice écrouie devient un joint grand-angulaire mobile. A ce stade, les nouveaux grains deviennent visibles en microscopie optique. La vitesse et la direction de la croissance dépendent 1° de la force motrice qui s'exerce sur le joint et 2° de la mobilité de celui-ci.

1° La force motrice, définie dans le chapitre 2.1.1., est donnée, comme pour la germination, par la différence d'énergie libre qui existe entre un atome de la structure déformée et un atome de la

partie recristallisée. Remarquons que la force motrice n'est pas uniformément répartie le long du joint grand-angulaire. Considérons, en effet, un joint qui se déplace dans une matrice déformée présentant des inhomogénéités, ou simplement une structure cellulaire, ce qui est courant. Les endroits où il existe une réelle différence de densités de dislocations ne représentent qu'une faible proportion de sa longueur. On postule, en principe, que le joint progresse entre ces endroits par l'effet de la tension de surface et non par celui de la force motrice due aux dislocations, celles-ci étant très rares. On observe pourtant [10] que des configurations très défavorables du point de vue de l'énergie de surface peuvent apparaître lorsque la structure déformée présente de fortes anisotropies de densités de dislocations. Ces états doivent, à notre sens, être considérés comme dynamiques et disparaissent probablement au cours de l'accomplissement de la recristallisation. Ils permettent toutefois de mettre en évidence l'importance de l'énergie des dislocations par rapport à celle de surface.

2° La mobilité d'un joint de grain dépend fortement de la mésorientation existant entre les deux parties qu'il sépare, de la température, de la pureté et de la nature du métal. Elle est définie comme :

$$v = m.p^n$$

(où m est la mobilité, v la vitesse de migration du joint et p la force motrice). Le coefficient n est compris entre 1 et 7 [25 p. 99].

La relation existant entre la mobilité et la mésorientation est différente d'une structure cristalline à l'autre. Dans les métaux CFC par exemple, il semble que les joints les plus mobiles, toutes choses étant par ailleurs égales, sont ceux de flexion descriptibles par une rotation de 30° à 40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ d'une de leurs parties par rapport à l'autre [28 p. 99].

La mobilité du joint dépend de la température puisque son déplacement est activé thermiquement. La vitesse de migration en fonction de la température s'écrit simplement :

$$v = v_0 \exp (-Q_m/kT)$$

(où l'énergie d'activation Q_m peut être considérée comme constante sur de grandes plages de températures [25 p. 98]). Elle est en principe inférieure à l'énergie d'activation de la germination.

Les impuretés accroissent leur influence sur la mobilité par le fait qu'elles se concentrent souvent dans et au voisinage des joints de grains. Ces impuretés peuvent donc constituer des ancrages efficaces de ceux-ci. Il suffit parfois de quelques ppm d'une impureté pour changer radicalement la mobilité d'un joint grand-angulaire [25 p. 68].

En principe, la croissance prend fin lorsqu'un joint grand-angulaire en mouvement rencontre une partie déjà recristallisée ayant atteint le stade de croissance. A cet instant, la force motrice devient nulle. Mais, comme nous l'avons déjà remarqué dans le chapitre précédent, il peut arriver que des germes de recristallisation soient éliminés lors de la croissance de nouveaux grains.

Dans les structures CFC, on observe fréquemment pendant la croissance la formation de macles. Ce phénomène a fait l'objet d'une multitude de théories. Cela s'explique par le rôle important que joue le maclage dans l'établissement d'une texture de recristallisation [10]. D'autre part, l'étude du maclage permet de progresser dans la compréhension des phénomènes de croissance. Ainsi, il n'est pas possible de le considérer comme un accident de croissance se produisant d'une manière stochastique, car l'obtention d'une texture de recristallisation serait impossible [10]. Il est reconnu que la fréquence du maclage dépend de l'énergie du défaut d'empilement (SFE) du métal dans lequel il se produit.

La théorie de Fullman et Fisher [29] est souvent utilisée pour définir les conditions dans lesquelles le maclage se produit. Elle fut pourtant développée pour la phase de grossissement de grains, où la force motrice (énergie de surface) est très différente de celle de la recristallisation (énergie des dislocations) [30], et très inférieure à elle. Il nous paraît problématique de l'intégrer telle quelle dans un cadre pour lequel elle n'a pas été conçue; et cela d'autant plus que de récents travaux [31] qui ont été accomplis dans notre institut, en collaboration avec le Dr. P.-J. Wilbrandt, de l'Institut für Metallphysik de l'Université de Göttingen, prouvent d'une façon claire que la fréquence du maclage dépend de la densité des dislocations rencontrées par le joint en mouvement lors de la recristallisation. Nous voyons mal dès lors comment une telle influence pourrait être introduite dans une théorie d'où elle est évidemment exclue par la nature même du phénomène dont elle traite.

En résumé, nous pouvons décrire la croissance ainsi :

- Elle commence lorsqu'une région recristallisée est entourée d'un joint grand-angulaire mobile. Sa vitesse et sa direction sont anisotropes et influencées principalement par la grandeur de la force motrice, la température, la mésorientation entre les parties en présence, la pureté et la structure cristalline du métal dans lequel on la considère. Son énergie d'activation est supposée inférieure à celle de la germination. C'est pendant cette phase que se produit, le cas échéant, le maclage de recristallisation. Ce phénomène ne se fait pas au hasard. Sa fréquence dépend, entre autres, de l'énergie du défaut d'empilement du métal considéré ainsi que de la densité des dislocations rencontrées par le joint en mouvement. Le maclage peut jouer un rôle important dans l'établissement d'une texture de recristallisation.
- Dans leur phase de croissance, les nouveaux grains sont visibles en microscopie optique.

La croissance s'arrête lorsque deux grains en voie de recristallisation entrent en contact.

2.3. Synthèse des théories de la recristallisation

Les théories résumées dans les chapitres précédents à partir de la littérature permettent de construire une image globalement cohérente de la recristallisation. Nous la décrirons de la manière suivante :

- La recristallisation est une transformation structurale au sens large du terme. Elle ne peut être décrite d'une manière satisfaisante par les théories des transformations de phases, car elle en est thermodynamiquement différente. La recristallisation est un phénomène irréversible. Elle permet de réduire l'énergie libre d'un cristal déformé par l'établissement d'une nouvelle structure granulaire.
- La recristallisation se déroule en deux phases: la germination et la croissance. La germination implique des modifications visibles uniquement en microscopie électronique à transmission; la croissance, elle, peut être indirectement suivie en microscopie optique. Ces deux étapes peuvent exister simultanément à différents endroits d'une même structure, mais la croissance à un endroit donné est toujours précédée de la germination. Elles possèdent des énergies d'activation différentes [6], le stade germinatif demandant, en principe, une activation plus importante que la croissance. La force motrice de la recristallisation provient de l'énergie stockée dans les dislocations par la déformation plastique. La cinétique présente un aspect sigmoïdal. La recristallisation est réputée achevée lorsque toute la structure déformée a été consommée.

2.4. Remarques à propos d'une théorie oubliée de la recristallisation

Nous voudrions ici nous faire l'écho d'une théorie séduisante à plus d'un titre. Elle est l'oeuvre de Cahn [32]. Sa publication est contemporaine de celle de la germination par croissance de sous-grains déjà citée [14]. Christian, dans ce qui est devenu une des bibles de la métallurgie [33], la résume ainsi :

- De petites régions libres de dislocations sont formées, par exemple au début de la recristallisation, par des mouvements de dislocations activés thermiquement. Ce processus n'est pas considéré comme une germination au sens propre du terme. Le temps d'incubation, qui s'observe dans certaines conditions expérimentales, ne doit pas être interprété comme le temps de formation des germes, mais comme une période de croissance lente. Ce concept est bien sûr applicable, lorsqu'elles existent, aux cellules formées directement pendant la déformation. L'on ne peut donc pas déduire sur la seule base des courbes cinétiques que la recristallisation se développe par les processus de germination et de croissance. En fait, ces arguments permettent de considérer la recristallisation uniquement comme un processus de croissance. La vitesse de cette dernière est déterminée par des relations d'orientation qui, lorsqu'elles deviennent favorables, lui permettent de s'accroître de façon sensible [34].

Cette théorie nous semble intéressante parce qu'elle fournit une vision unifiée des processus qui concourent au développement de la recristallisation. D'autre part, il nous paraît clair qu'une germination au sens propre du terme ne peut être raisonnablement envisagée puisqu'il existe déjà, dans la matrice déformée, une multitude d'endroits dépourvus de dislocations, donc "recristallisés". Il n'est, par conséquent, pas nécessaire de former de toutes pièces des régions ayant la configuration de la nouvelle structure, donc des germes au sens premier. Il suffit de faire croître celles qui existent déjà. Cette notion est d'ailleurs implicite dans le modèle de germination que nous avons retenu (cf.

pp. 17-18). Dans celui qui nous intéresse ici, la définition de la germination devient opérationnelle et ne reflète dès lors plus une véritable différence de processus.

Bien qu'à notre avis assez réaliste, cette théorie n'a toutefois pas reçu l'aval d'une majorité de chercheurs. Nous continuerons donc de baser notre raisonnement sur la synthèse dégagée dans le chapitre précédent.

2.5. Conception d'un test critique

Nous allons définir ici les principes expérimentaux d'un test auquel nous soumettrons la vision de la recristallisation établie sous 2.3.

Pour être conforme aux buts fixés sous 1.1. et 1.2. (p. 2), ce test devrait nous fournir des résultats permettant de distinguer les contributions de la germination et de la croissance à la cinétique de la recristallisation ainsi que leurs influences respectives dans l'établissement de la nouvelle structure. Il devrait également mettre en relief les forces et les faiblesses de l'image de la recristallisation que nous avons extraite de la littérature.

Pour construire ces bases expérimentales, il nous faut commencer par mettre en évidence ce qui distingue la germination de la croissance. Nous pourrions alors envisager de favoriser l'une des étapes et d'en mesurer les effets.

Nous avons vu que :

- La germination précède, évidemment, toujours la croissance. Elle est donc surtout active au début de la recristallisation [35, p. 20].

- La germination demande, en principe, une énergie d'activation, plus importante que la croissance.
- La croissance cessant lors de la rencontre de deux grains recristallisés, le nombre des grains de la structure finale est égal au nombre des germes ayant eu la possibilité de se développer jusqu'au stade de la croissance.
- La croissance élimine les endroits n'ayant pas atteint ou dépassé le stade germinatif.

Comme la recristallisation résulte d'un tel procédé, les paramètres expérimentaux dont nous disposons pour atteindre nos objectifs sont ceux du traitement thermique. Nous pourrions donc jouer aussi bien sur le temps pendant lequel et la température à laquelle nous accomplirons le traitement que sur les conditions de mise en température et de refroidissement.

Il faut relever ici que la recristallisation est habituellement étudiée de façon isotherme. Cela implique que la germination et la croissance se font, en principe, dans les mêmes conditions d'activation thermique, ce qui permet une concurrence normale entre les deux processus. Le but visé étant précisément de modifier ces "règles de concurrence", il apparaît clairement que nous ne pourrions l'atteindre qu'en sortant du cadre de la recristallisation isotherme.

Comme nous l'avons vu ci-dessus, la germination et la croissance coexistent toujours au cours de la recristallisation, mais leur importance relative varie. En modifiant les conditions de l'activation thermique entre le début et la fin de la recristallisation, nous pourrions mettre l'accent tantôt sur la germination, tantôt sur la croissance. En commençant à haute température, par exemple, nous favoriserons la germination par une pléthore d'énergie thermique. Si, au contraire, nous commençons à basse température, nous renforcerons l'effet de la croissance, l'énergie ther-

mique étant alors comptée. Une fois passé le moment où la germination joue un rôle important, nous pourrions terminer la recristallisation à une température choisie de façon à laisser intactes les influences introduites par le début du traitement thermique.

Les effets de ces traitements non isothermes devront se faire sentir à la fois sur la cinétique de la recristallisation et sur la morphologie de la structure finale.

Par exemple, la cinétique devrait, en principe, être accélérée par une germination profuse, les nouveaux grains se rejoignant plus vite que dans le cas d'une germination diffuse.

La structure finale, elle, devrait subir, dit-on, les modifications suivantes :

- Si la germination est favorisée, de nombreux germes atteindront le stade de la croissance avant d'être consommés par celle des germes voisins et devraient donc donner naissance à de nombreux grains recristallisés, construisant ainsi une structure recristallisée à grains fins; si, en revanche, la croissance joue le rôle prépondérant dans le développement de la nouvelle structure, elle éliminera nombre de germes potentiels qui, faute d'activation, n'auront pu atteindre un stade assez avancé, la structure résultante devant dès lors présenter un aspect plus grossier que dans le cas précédent.

En résumé, nous définissons le cadre expérimental suivant :

- Nous procéderons à des traitements de recristallisation non isothermes. Ils seront désignés sous l'appellation de "traitements thermiques interrompus" (T.T.I.), car ils seront effectués par paliers isothermes interrompus au moment propice à la mise en évidence des effets recherchés. Les paliers seront isothermes pour des raisons évidentes d'interprétation des résultats. Les effets des T.T.I. sur la germination et la croissance devraient apparaître tant au niveau de la cinétique de la recristallisation que dans la morphologie de la structure finale.

3. PARTIE EXPERIMENTALE

Dans cette partie, nous nous attacherons d'abord à définir avec précision les modalités d'exécution des T.T.I., dont le principe vient d'être exposé, ainsi que les analyses à effectuer. Nous décrirons ensuite la façon dont nous les avons accomplis et les résultats obtenus.

3.1. Choix expérimentaux

Parmi les différentes possibilités offertes pour réaliser une expérience, il faut faire un certain nombre de choix concernant les méthodes à mettre en oeuvre, leur utilisation pratique et la façon d'en tirer des résultats intéressants. Ces choix sont dictés par les buts à atteindre, les moyens techniques disponibles, la confiance que l'on peut avoir dans les résultats obtenus... La prise en compte de toutes ces influences, souvent contradictoires, permet à l'expérimentateur de fixer le déroulement des essais.

3.1.1. Principe expérimental des T.T.I.

Les T.T.I. imposent, par définition, un changement de température au cours de la recristallisation. Celui-ci doit être le plus rapide possible, afin de permettre la modification des conditions d'activation au moment précis où on escompte les répercussions les plus intéressantes. Cela implique que :

- 1° Les échantillons utilisés doivent avoir une inertie thermique peu importante.
- 2° Les écarts de température ne peuvent être très grands.
- 3° Les échanges thermiques entre les échantillons et l'environnement doivent être intenses.

Nous avons à choisir, d'autre part, trois températures par T.T.I. (voir page 24 pour l'exposé de son principe): les deux températures initiales et celle à laquelle nous terminerons la recristallisation. Ces choix s'appuient sur les critères suivants :

- i) La haute température initiale doit assurer une germination abondante. Toutefois, il est nécessaire de conserver le contrôle du processus, de façon à pouvoir l'interrompre au moment opportun et assurer la reproductibilité des résultats. Cette température sera donc fixée en fonction du temps pendant lequel les échantillons doivent y être soumis pour obtenir les effets désirés.
- ii) Lorsque l'on commence à basse température, il faut être sûr que la germination est considérablement moins rapide que dans le cas précédent. La recristallisation doit donc s'amorcer nettement plus lentement, l'idéal étant qu'elle ne débute pas avant un laps de temps mesurable.
- iii) La température intermédiaire de fin de recristallisation doit être utilisée comme température de référence pour un traitement isotherme, destiné à servir d'étalon dans l'évaluation des répercussions des T.T.I.

Il nous reste à énumérer les arguments propres à fixer le moment opportun pour le changement de température. C'est certainement le paramètre le plus important des T.T.I. Il doit être situé dans le temps de façon à éviter que l'effet "catalytique" ou "inhibiteur" que nous obtiendrons sur la germination par la température du début du traitement ne soit occulté.

En effet, si nous changeons de température trop tard, c'est-à-dire lorsque les germes les plus avancés ont atteint leur stade de croissance depuis longtemps, ils ont déjà détruit beaucoup de germes moins développés qui se trouvaient sur leur chemin de croissance. La structure finale comportera donc alors bien moins de grains qu'elle n'avait de germes effectivement activés par le début du traitement.

Si nous changeons de température trop tôt, nous formons une bonne partie des germes à la température de fin de recristallisation et la structure est la même que celle qui aurait été obtenue par un traitement isotherme à cette même température.

L'instant idéal est donc définissable comme suit :

- Il faut qu'au moment où la température change, tous les germes formés soient près du stade de croissance. Ainsi, lorsque les conditions d'activation thermique sont bouleversées, ils peuvent presque tous l'atteindre dynamiquement, sans que leur nombre soit trop diminué par une croissance rapide des germes les plus avancés ni trop augmenté par une germination postérieure dans la matrice déformée.

Pour fixer ce moment, nous nous basons sur les observations faites par Comte [35], qui donne l'indication suivante: "Après 30 % de recristallisation, 80 % des grains de la structure finale sont présents." Il est donc trop tard de changer de température à ce moment-là, puisque ces grains sont déjà en mesure d'éliminer la presque totalité des germes potentiels présents dans les 70 % du volume encore déformés. Il nous semble judicieux, par conséquent, de fixer le point d'interruption entre 10 % et 20 % de recristallisation. A ce stade, toujours d'après la même référence, environ 50 % des grains de la structure finale sont établis et l'on peut raisonnablement penser que les germes sont déjà bien développés dans le reste du volume écroui.

Ainsi, il devrait être possible de stabiliser la majorité de ces germes, puis de mener la recristallisation à terme par leur croissance. Possible donc d'obtenir schématiquement une microstructure dont la germination et la croissance n'ont pas été réalisées à la même température.

3.1.2. Types d'analyses à effectuer

Pour déterminer l'importance des répercussions des T.T.I. sur le développement de la structure recristallisée, il sera nécessaire

de connaître la cinétique de celui-ci à la haute température, à la basse température, de même qu'à celle à laquelle nous terminerons le traitement. Ces cinétiques seront établies de manière isotherme afin qu'elles puissent servir de références dans l'évaluation de celle des T.T.I.

Il faudra également pouvoir apprécier les différences de morphologie au niveau des structures finales et intermédiaires obtenues soit par traitement isotherme ou par T.T.I.

Toutes ces analyses seront effectuées en microscopie optique par les techniques de la métallographie quantitative, afin que leurs résultats aient un caractère global et statistiquement représentatif des phénomènes observés. Seule la microscopie optique est, en effet, capable de leur conférer ces qualités, parce que permettant d'examiner avec un effort raisonnable des portions suffisamment grandes des structures étudiées.

Nous serons alors à même de construire une image expérimentale de la recristallisation comparable à celle que nous avons tirée de la littérature, parce que relevant du même niveau de généralisation.

3.1.3. Caractéristiques structurales du matériau d'essai

Le matériau d'essai doit présenter certaines caractéristiques structurales permettant de réaliser les expériences prévues d'une manière satisfaisante. Il doit notamment présenter une structure CFC. Cette structure compacte a l'avantage d'avoir été largement étudiée et l'on trouve dans la littérature toutes les références nécessaires à son sujet. Elle est caractéristique d'un certain nombre de métaux très courants (par exemple Cu, Ni, Al). En choisissant un métal CFC ayant une SFE pas trop élevée, nous nous assurerons la présence de macles dans la microstructure, ce qui permettra de différencier beaucoup plus facilement la nouvelle structure de l'ancienne.

Nous choisirons un métal polycristallin, ce qui est de règle dans la pratique. Il sera également relativement pur, car les effets - ainsi limités - des atomes étrangers sur la recristallisation doivent faire l'objet d'études particulières, et non pas générales, du fait qu'ils changent de cas en cas.

La recristallisation produisant presque toujours un affinement des grains par rapport à la structure antérieure à la déformation, nous aurons avantage à fixer une structure initiale du matériau assez grossière. Nous pourrons ainsi plus facilement, vu leur différence de taille, distinguer les nouveaux grains des anciens.

En résumé, notre matériau d'essai devra être :

- Un métal CFC à SFE moyenne, assez pur et polycristallin qui présente une microstructure à grains grossiers.

3.2. Conditions expérimentales

Nous allons exposer ici le détail des modalités selon lesquelles les travaux expérimentaux ont été menés.

3.2.1. Matériau d'essai

Nos travaux ont porté sur le cuivre. Ce métal entre bien dans le cadre fixé. En effet, son énergie de défaut d'empilement est considérée comme moyenne. Une référence des plus récentes [36] donne pour $\gamma_{Cu} = 7,2 \cdot 10^{-2} \text{ J/m}^2$, à température ambiante. Cette énergie est donc à mi-chemin entre celles de l'aluminium ($\sim 20 \cdot 10^{-2} \text{ J/m}^2$) et du laiton α ($\sim 0,5 \rightarrow 1 \cdot 10^{-2} \text{ J/m}^2$), généralement admis comme étant situés aux extrémités des valeurs possibles des structures CFC.

Il est relativement aisé d'obtenir du cuivre d'une grande pureté. Nous avons opté pour une qualité dénommée commercialement Cu-OF (oxygen free), dont la teneur en cuivre est garantie $\geq 99,95\%$ (VSM 10826). Elle nous assure, dans un matériau pourtant industriel, un taux minimal d'impuretés, si bien que nous l'avons considérée comme suffisante pour nos expériences.

Les analyses faites sur les barres de cuivre utilisées montrèrent deux taux de pureté différents: 99,96 % pour la première série de T.T.I. réalisée et 99,99 % pour la seconde. Le fait que nous ayons employé deux matériaux n'ayant pas la même teneur en cuivre fut accidentel. A posteriori, le comportement de ces deux matériaux à l'égard de la recristallisation apparaît comme similaire, avec toutefois quelque décalage des températures et des tailles de grains finales.

Pour terminer, relevons que l'excellente conductibilité thermique du cuivre permet d'envisager des changements de température rapides, même pour des échantillons de taille normale.

3.2.2. Etat initial

Le cuivre que nous avons utilisé se présentait sous forme de barres de 3 m de long et de 15 mm de diamètre. Il était recristallisé et la taille moyenne des grains de sa structure était de 60 μm . Il n'avait donc pas un état de livraison conforme aux options prises sous 3.1.3., si bien que nous avons commencé par lui faire subir un traitement thermique.

Choisie d'après nos critères, la structure initiale doit être non déformée et avoir des grains d'une taille moyenne de 200 μm . Cette valeur représente, à notre avis, un bon compromis entre un grain suffisamment grossier pour permettre de différencier nettement les anciens grains des nouveaux, mais cependant suffisamment fin pour que le métal puisse encore être considéré comme ayant une structure polycristalline usuelle.

La figure 1.3.1. montre la structure initiale retenue pour nos expériences.

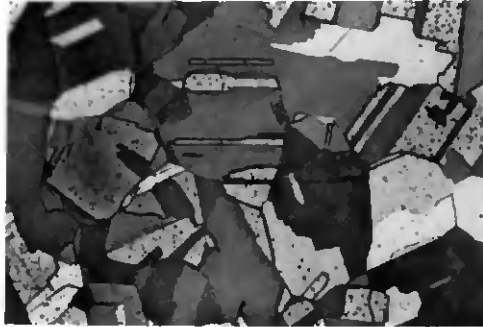


Fig. 1.3.1. Micrographie de la structure initiale en coupe transversale du Cu utilisé pour nos expériences. Cette structure a été obtenue par un traitement de l'état de livraison de 2 h à 750 °C. ($HV_{500} = 45$) 50 X

Cette structure a été obtenue par un traitement thermique de l'état de livraison en bain de sels de 2 h, à 750 °C. Le refroidissement fut accompli à l'air. Nous avons traité des barres de 30 cm de long, qui permettent, après déformation, d'obtenir quelques dizaines d'échantillons. Sur les 12 barres traitées de cette manière, 11 se situaient dans la limite de confiance de la mesure de la taille des grains ($\pm 10\%$. Cf. 3.2.5.2.). Pour des raisons qui n'ont pu être éclaircies, la 12^e présentait des grains d'un diamètre d'environ 400 μm . Aussi fut-elle éliminée.

Ces barres portant les références C1 à C7, C9 et C13 à C15, cette numérotation a été conservée au niveau des échantillons, afin de pouvoir reconnaître facilement ceux qui proviennent d'une même barre.

3.2.3. Type et valeur de la déformation

Après établissement de la structure adéquate, toutes les barres furent déformées par étirage. Le taux de déformation ϵ de la barre se calcule souvent, avec ce procédé, en fonction de la réduction de section :

$$\epsilon = \frac{\phi_0^2 - \phi_1^2}{\phi_0^2} \cdot 100$$

(où ϕ_0 = diamètre initial de la barre et ϕ_1 = diamètre de la barre après étirage).

Exprimé en termes de déformation vraie ou déformation logarithmique, il devient :

$$\psi = \left| \ln (1 + \epsilon') \right| \quad \text{où : } \epsilon' = - |\epsilon|$$

Nous avons opté pour une déformation $\epsilon = 52\%$ ($\psi = 0,73$), que l'on réalise en deux passes:

$$1^\circ \quad \phi_0 = 15 \text{ mm} \quad \longrightarrow \quad \phi_1 = 12,4 \text{ mm}$$

$$2^\circ \quad \phi_0 = 12,4 \text{ mm} \quad \longrightarrow \quad \phi_1 = 10,4 \text{ mm}$$

La barre est maintenue, à la sortie de la filière, à une vitesse de 1 cm/s afin de lui éviter un échauffement trop important lors de la déformation. Cette élévation de température fut estimée en l'occurrence à environ 40 °C, les barres pouvant encore tout juste être saisies à la main.

Nous avons aussi rapidement examiné la sous-structure disloquée au TEM. Elle se présentait sous la forme de cellules bien définies, mais de tailles disparates.

3.2.4. Conditions des traitements thermiques

Dans cette partie du travail, tous les traitements thermiques ont été accomplis en bain de sels. L'utilisation de ce type de four nous permet d'obtenir des variations de température extrêmement rapides ainsi qu'une grande stabilité de celle-ci. Nous avons mesuré, sur des échantillons de cuivre cylindriques ($\emptyset = 10,4$ mm, $L = 10$ mm), des vitesses de chauffage entre la température ambiante et 380 °C de l'ordre de 12 °C.s⁻¹. Les écarts de température en paliers isothermes n'ont jamais dépassé ± 5 °C et se situaient couramment à ± 2 °C.

Nous avons choisi de réaliser les T.T.I. d'une manière "unidirectionnelle" sans température intermédiaire et de toujours commencer la recristallisation à une température haute pour la finir à une température inférieure. Cela nous a permis d'obtenir un écart relativement important entre les deux températures (± 50 °C), tout en conservant des temps de traitement thermique raisonnables (de 1 à 4 h). Nous aurions, bien entendu, pu réaliser aussi des T.T.I. en sens inverse, en permutant l'ordre des températures. Nous y avons renoncé, préférant concentrer toute notre attention sur un seul type d'entre eux. Les températures élevées ont été choisies conformément aux conditions déjà décrites, afin d'obtenir de 10 % à 20 % de recristallisation dans un temps de 2 à 5 fois plus long que celui de la mise en température des échantillons.

Nous avons réalisé les traitements thermiques suivants :

Tableau I

Numéro du traitement	Pureté du cuivre [%]	Type de traitement	Températures et temps de traitement maximaux
1	99,96	Isotherme	380 °C, 1 h
2	99,96	Isotherme	330 °C, 2 h
3	99,96	T.T.I.	380 °C, 1 min + 330 °C, 2 h
4	99,96	T.T.I.	380 °C, 5 min + 330 °C, 2 h
5	99,99	Isotherme	380 °C, 1 h
6	99,99	Isotherme	340 °C, 1 h
7	99,99	Isotherme	310 °C, 4 h
8	99,99	Isotherme	290 °C, 4 h
9	99,99	T.T.I.	380 °C, 1 min + 310 °C, 4 h
10	99,99	T.T.I.	340 °C, 3 min + 290 °C, 4 h

Il faut préciser que, comme nous pourrions le constater plus loin, les traitements 4 et 9 s'écartent sensiblement des conditions fixées puisque nous avons changé de température après environ 60 % de recristallisation. Ils nous permettront d'estimer les répercussions de ce paramètre sur les T.T.I.

3.2.5. Méthodes d'analyse

Conformément aux options prises, nous avons utilisé les méthodes de la métallographie quantitative pour connaître les cinétiques de recristallisation et les caractéristiques des structures obtenues.

nues. Elles furent appliquées à des échantillons prélevés en cours de traitement thermique et trempés à l'eau dès leur sortie du four, afin de "geler" l'évolution de leur structure. Chaque stade de recristallisation a donc été analysé sur un échantillon différent, mais les échantillons relatifs à un même traitement thermique ont tous été mis au four en même temps.

3.2.5.1. Analyse des cinétiques

Les analyses des cinétiques ont été conduites par la méthode du comptage de points sur des micrographies des échantillons. La différenciation entre les parties recristallisées et écrouies fut faite sur la base des facteurs morphologiques déjà décrits (cf. 3.1.3.), alliés à une attaque métallographique idoine. (La description des méthodes métallographiques employées se trouve dans l'annexe 1.)

Cette analyse se pratique de la manière suivante :

- Une grille à mailles carrées est dessinée sur une feuille de plastique transparent. On superpose cette grille aux micrographies des échantillons. On compte ensuite le nombre des points d'intersection de la grille P_r , qui se trouve sur une partie recristallisée. La fraction volumique recristallisée est donnée par :

$$\frac{V_r}{V_{tot}} = \frac{S_r}{S_{tot}} = \frac{P_r}{P_{tot}}$$

(où S_r est la surface recristallisée, V_r est le volume recristallisé et P_{tot} , S_{tot} et V_{tot} sont respectivement le nombre total des points d'intersection de la grille, la surface totale analysée et le volume total de l'échantillon [37]).

Nous avons utilisé une grille dont les mailles ont 1 cm de côté et 204 points au total. Cette méthode a une précision relative calculée de $\pm 10,5\%$ [38]. Nous l'avons testée expérimentalement en faisant analyser la même micrographie à plusieurs personnes et en l'étudiant nous-même plusieurs fois à quelques jours d'intervalle. Nous avons obtenu une dispersion de $\pm 8\%$. Nous avons donc admis que cette méthode donne des résultats représentatifs des structures analysées, que sa précision relative est de $\pm 10\%$ et que sa reproductibilité est bonne.

Nous avons utilisé pour l'analyse deux photographies par échantillon au minimum. Chacune d'elles a été examinée deux fois, pour plus de sûreté. Nous avons ensuite calculé, à partir de ces quatre résultats, la valeur moyenne du taux de recristallisation de l'échantillon. Compte tenu de l'agrandissement photographique et du format des micrographies employées, nous avons examiné environ 12 % de la surface utilisable de chaque échantillon, soit en valeur absolue quelque 7 mm^2 .

3.2.5.2. Analyse des structures finales

Les structures entièrement recristallisées ont été analysées par deux méthodes différentes: la taille moyenne des grains a été déterminée par la méthode classique des intersections (en anglais MLI pour mean linear intercept) alors que la distribution statistique de la surface des grains a été établie au moyen d'un analyseur automatique d'image Quantimet 720 (QTM) de Metals Research, Ltd.

Les deux méthodes ont été appliquées sur des micrographies des échantillons (pour la méthode métallographique, cf. annexe 1.).

La méthode des intersections a été utilisée à l'aide de la grille préparée pour le comptage par point. La valeur de la taille

moyenne des grains a donc été obtenue par des mesures effectuées selon deux directions perpendiculaires.

Pour compenser l'effet de troncation introduit par la mesure faite en surface et disposer dès lors d'une valeur représentative de la grandeur des grains dans le volume, il faut multiplier la valeur brute obtenue par un coefficient de correction. Ainsi, le diamètre moyen, ou taille moyenne, des grains est donné par :

$$\bar{\phi} = \frac{L_{\text{tot}}}{A \cdot P_i} \cdot C_t$$

où :

- $\bar{\phi}$ = diamètre moyen des grains,
- L_{tot} = longueur totale des sécantes,
- P_i = nombre de points d'intersection entre un joint de grains et une sécante,
- A = agrandissement de la micrographie utilisée,
- C_t = coefficient de correction de l'effet de troncation.

Nous avons utilisé un $C_t = 1,75$, valeur donnée par Pickering [37]. Cette valeur est assez élevée par rapport aux conclusions de Comte (1,16 [35, p. 115]), mais nous l'avons conservée pour toutes nos mesures, car elle ne joue ici qu'un rôle secondaire du fait que celles-ci n'ont qu'un but comparatif. Il serait toutefois bon qu'elle soit mentionnée par tous les auteurs qui utilisent cette méthode, afin de rendre comparables les résultats des différents travaux.

La précision de cette méthode est liée au nombre de points d'intersection obtenus lors de la mesure. Nous avons toujours adapté l'agrandissement photographique de façon à avoir plus de 250 points d'intersection par micrographie analysée. Cette valeur permet d'escompter une erreur relative sur $\bar{\phi}$ inférieure à $\pm 10\%$ [37].

Pour obtenir des valeurs typiques, nous avons toujours analysé trois micrographies par échantillon, prises à des endroits non contigus. Nous avons examiné deux échantillons par état. Nous avons alors considéré la moyenne des 6 $\bar{\phi}$ obtenus comme étant la taille des grains de l'échantillon.

Pour déterminer la distribution statistique des surfaces des grains, nous avons procédé de la façon suivante :

- Nous avons dessiné, à partir des micrographies utilisées pour obtenir la taille des grains, les contours de ceux-ci sur des feuilles de plastique transparent. Nous avons ensuite analysé ces dessins au QTM, qui permet d'obtenir facilement le nombre des grains dessinés et la surface de chacun d'eux. Si cette méthode indirecte a été utilisée, c'est que le QTM ne peut discerner directement les grains.

La distribution statistique a été établie en répartissant les valeurs des surfaces des grains en différentes classes. Ce travail a été effectué par une calculatrice HP 9830 A. Les limites des classes ont été définies de façon logarithmique, les distributions attendues devant être de type log-normal [35, 39]. Ces limites ont été calculées de la façon suivante :

$$\text{Pour la classe } l \quad \begin{cases} \text{Limite inférieure: } L_i = 5 + 10^{(l-1).Z} \\ \text{Limite supérieure: } L_s = 5 + 10^{(l.Z)} \end{cases}$$

où :

$$l = 1, 2, \dots, 50$$

$$Z = \frac{\log (\text{surface maximale d'un grain analysable})}{\text{nombre total de classes}}$$

$$Z = 9,4.10^{-2}$$

Les limites sont calculées en [μm^2], ce qui donne, pour les plus petits grains analysables, $6 \mu\text{m}^2$ et, pour les plus grands, $5.10^4 \mu\text{m}^2$.

Nous avons ensuite calculé la moyenne et l'écart type de toutes les distributions selon les formules classiques :

$$\bar{X} = \frac{\sum f_i \cdot X_i}{N}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum f_i (X_i - \bar{X})^2}{N}}$$

où :

\bar{X} = moyenne de la distribution

f_i = nombre de grains en classe i

X_i = numéro de la classe

N = nombre des grains observés

s = écart type

Nous avons finalement établi l'histogramme correspondant aux distributions obtenues et lui avons superposé une distribution log-normale calculée avec l'écart type et la moyenne de la distribution expérimentale. La concordance entre ces deux distributions a été évaluée à l'aide du test du khi carré.

Cette analyse distributionnelle permet d'obtenir une vue plus fouillée de la structure parce que donnant une image statistique et non plus basée sur une seule valeur. Elle autorise en outre l'utilisation de tests statistiques comme le khi carré, lequel permet d'établir les différences éventuelles entre les structures sur des bases statistiquement sûres.

Ces analyses n'ont été effectuées que sur des échantillons de Cu 99,99 %.

Toutes les distributions ont été obtenues sur un échantillonnage d'au moins 1 350 grains par distribution. Nous les avons comparées toutes ensemble à l'aide du test du khi carré.

Remarque

Les échantillons des traitements 8 et 10 n'étant recristallisés qu'à environ 50 % après 4 h, nous avons terminé leur recristallisation en 1 h à 340 °C isotherme, afin de pouvoir les soumettre à l'analyse décrite ci-dessus. Pour vérifier que ce procédé n'avait pas modifié les résultats, nous avons traité des échantillons écrouis pendant 72 h à 290 °C. Après ce laps de temps, la recristallisation était terminée et les résultats identiques à ceux obtenus précédemment.

3.2.5.3. Analyse des structures intermédiaires

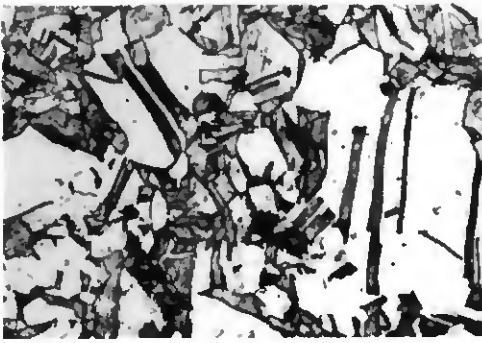
La taille moyenne des grains des microstructures en voie de recristallisation n'est pas analysable pratiquement par les moyens métallographiques classiques. En effet, si l'on désire obtenir une valeur représentative de la structure analysée, elle doit être basée sur l'observation d'un nombre important de grains. Pour l'étude des structures en voie de recristallisation, cette condition imposerait généralement la réalisation de plusieurs dizaines de micrographies par échantillon, chacune d'elles devant être ensuite analysée par la méthode exposée au chapitre précédent. L'utilisation de cette méthode réclamant donc un temps prohibitif, nous avons opté pour une solution plus réaliste, nous limitant à l'analyse de la distribution statistique des surfaces des grains en voie de recristallisation. Elle a été effectuée de la manière décrite ci-après.

- L'échantillon à analyser est préparé métallographiquement de la même façon que pour les études cinétiques (cf. annexe 1.). Il est ensuite placé sous un microscope optique relié au QTM par une caméra vidéo à haute résolution. L'image de la microstructure obtenue sur l'écran de visualisation du QTM est tout d'abord analysée "manuellement", l'expérimentateur devant commencer par reconnaître les nouveaux grains selon les mêmes critères que ceux utilisés pour les analyses cinétiques. Il les dessine un à un à l'aide d'un photostyle, afin de permettre au QTM de les distinguer. Celui-ci peut alors déterminer les surfaces des grains ainsi dessinés de façon automatique et identique à celle employée pour les structures entièrement recristallisées.

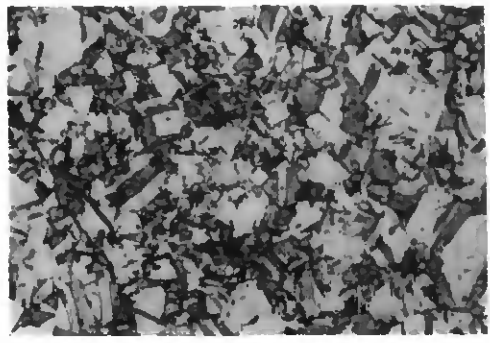
Cette méthode permet d'éviter le stade photographique exigé par celle décrite dans le chapitre précédent. Elle reste malgré tout assez longue puisque l'analyse de 500 grains par échantillon réclame une journée complète de travail. Ce nombre nous paraît toutefois un minimum si l'on veut établir une distribution statistique représentative.

Ces analyses n'ont été effectuées, elles aussi, que sur des échantillons de Cu 99,99 %.

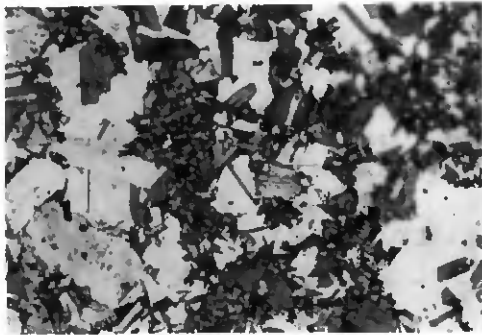
La précision de cette méthode est difficile à évaluer. Elle doit être relativement faible vu les problèmes que posent souvent la délimitation des grains et la part de subjectivité qui en découle. Nous estimons cependant qu'elle est suffisante pour mettre en évidence d'une manière significative les différences qui peuvent exister entre les structures intermédiaires.



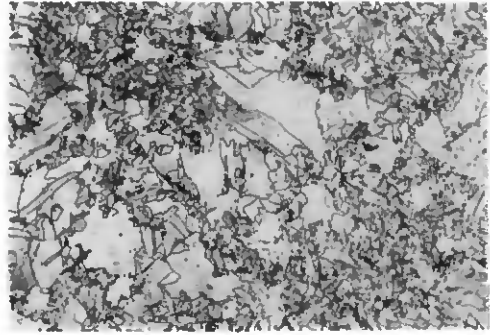
A. Structure déformée, $HV_{500} = 110$
50 X



B. Structure recristallisée à 22 %
3 mn, 340 °C, 50 X



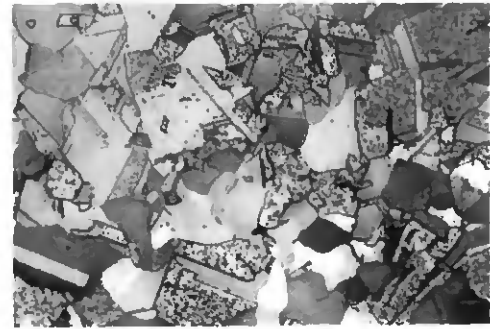
C. Structure recristallisée à 42 %
5 mn, 340 °C, 50 X



D. Structure recristallisée à 65 %
10 mn, 340 °C, 50 X



E. Structure recristallisée à 82 %
20 mn, 340 °C, 50 X



F. Structure entièrement recristallisée, 60 mn, 340 °C, $HV_{500} = 50$
300 X

Fig. 1.3.2. Evolution de la recristallisation dans des échantillons de Cu 99,99 déformé 52 % par étirage

3.3. Résultats

Dans ce chapitre, nous exposerons et comparerons les différentes structures examinées et leur évolution en fonction des traitements thermiques utilisés.

3.3.1. Description comparative des cinétiques de la recristallisation

Pour permettre au lecteur de se faire une idée de l'aspect général des structures en voie de recristallisation telles que nous les avons rencontrées, nous avons réuni sur la figure 1.3.2. six micrographies qui en illustrent le développement typique. Elles sont extraites de la série réalisée avec les échantillons traités de façon isotherme à 340 °C. Elles montrent combien la recristallisation apparaît de façon inhomogène. Nous n'avons mentionné que les duretés des états écroui et recristallisé à 100 %, car celles des états intermédiaires ne reflétaient pas l'évolution visible sur les micrographies.

La figure 1.3.3. rassemble les cinétiques observées sur le Cu 99,96 %, la figure 1.3.4., celles obtenues sur le Cu 99,99 %.

Bien qu'elles n'en soient pas des exemples typiques, on peut admettre que les courbes des traitements isothermes et partiellement celles des T.T.I. ont un aspect sigmoïdal.

Ainsi, nous remarquons immédiatement que les cinétiques de tous les T.T.I. convergent avec le temps vers les cinétiques des traitements isothermes qui correspondent à leur basse température. Les quatre graphiques de la figure 1.3.5. illustrent ce phénomène de convergence en fonction de l'avance de la recristallisation. Nous y avons reporté la différence existant entre le pourcentage de la surface recristallisé par T.T.I. et celui obtenu, par traitement isotherme à la température inférieure du T.T.I., en fonction de ce dernier pourcentage. Cette figure montre bien que la

Fig I.3.3. Cinétiques de la recristallisation du Cu 99,96 %
déformé 52 % par étirage

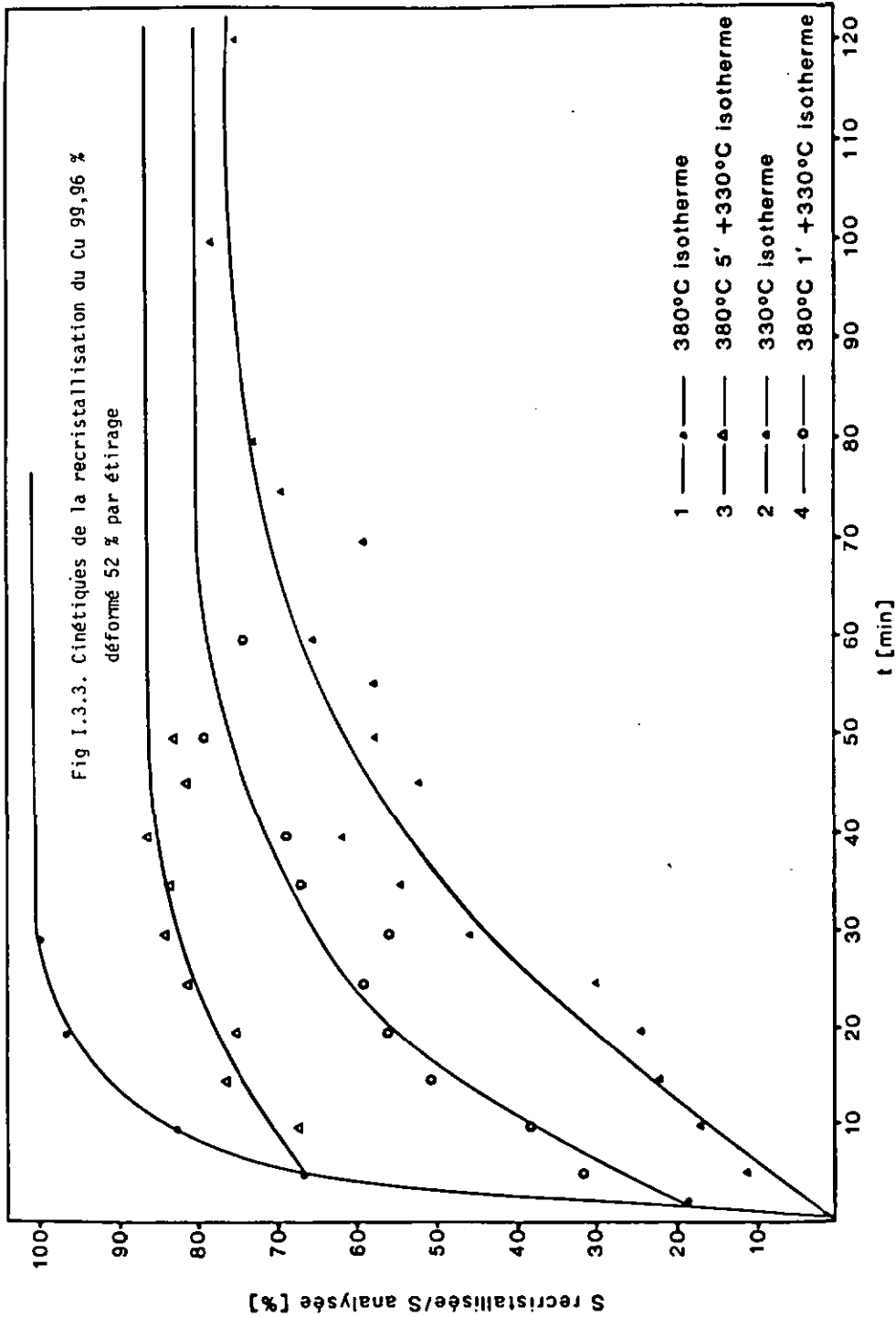
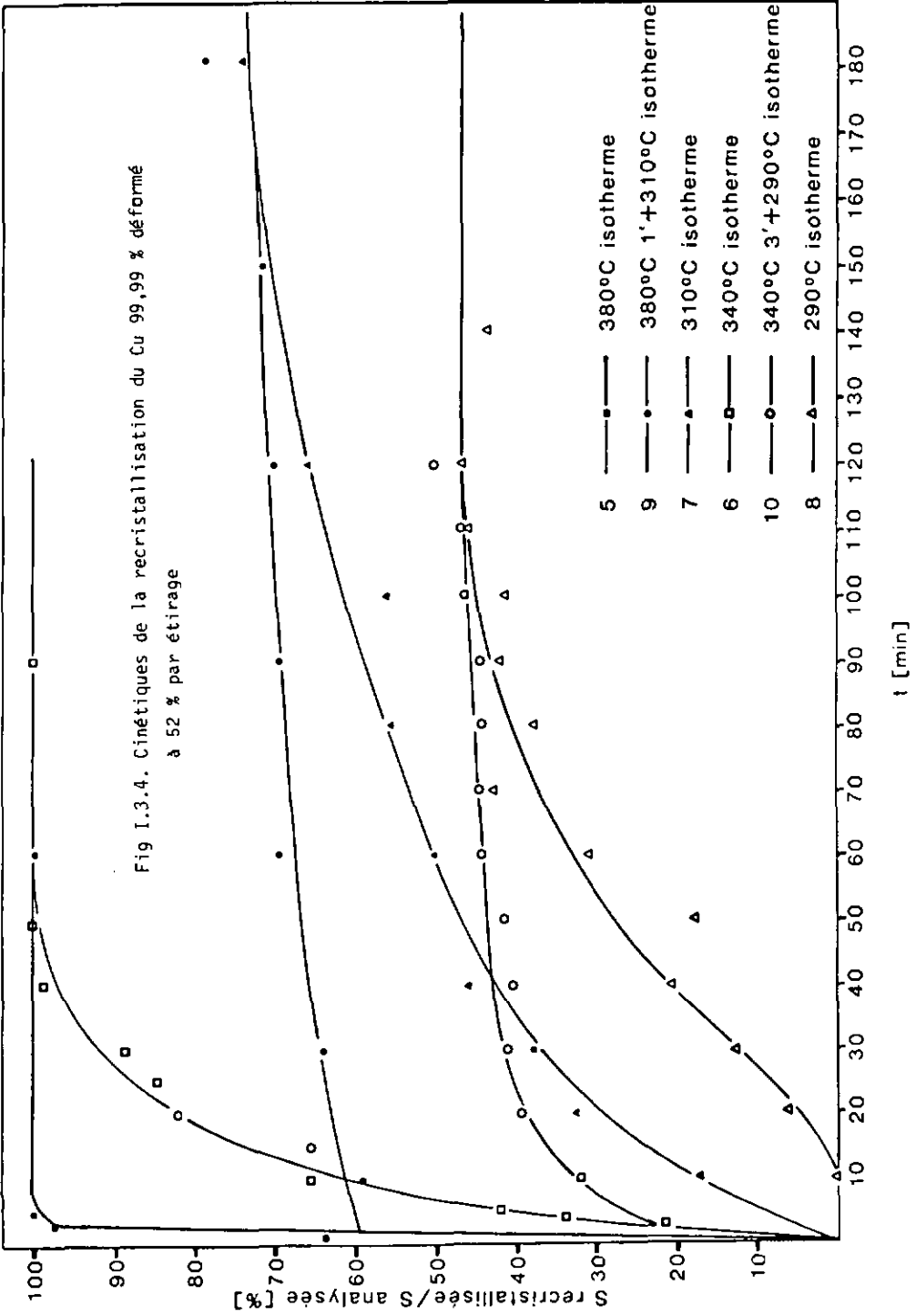


Fig I.3.4. Cinétiques de la recristallisation du Cu 99,99 % déformé à 52 % par étiage



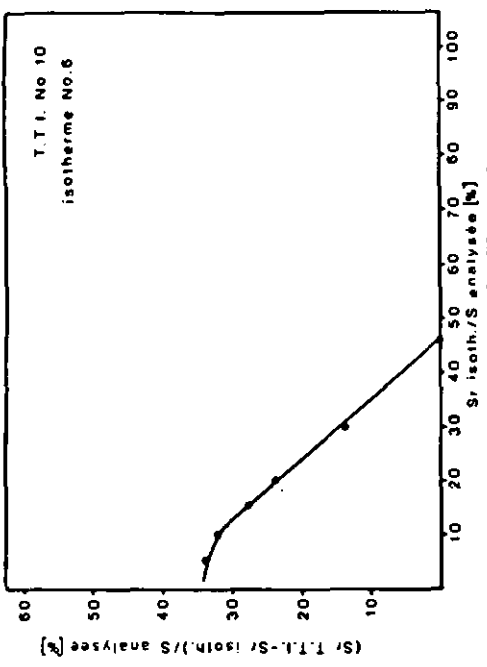
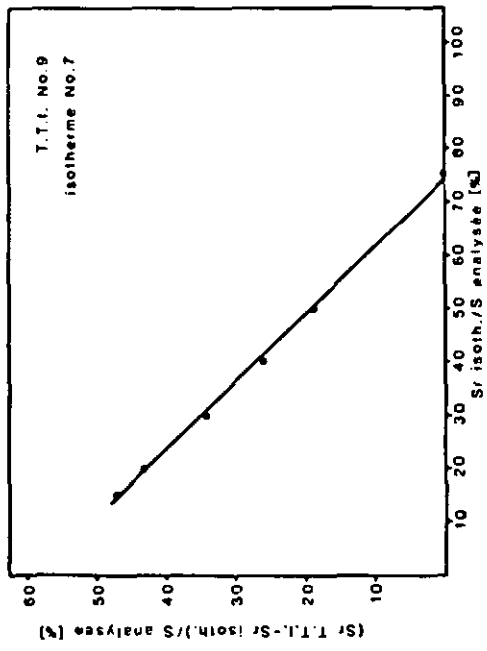
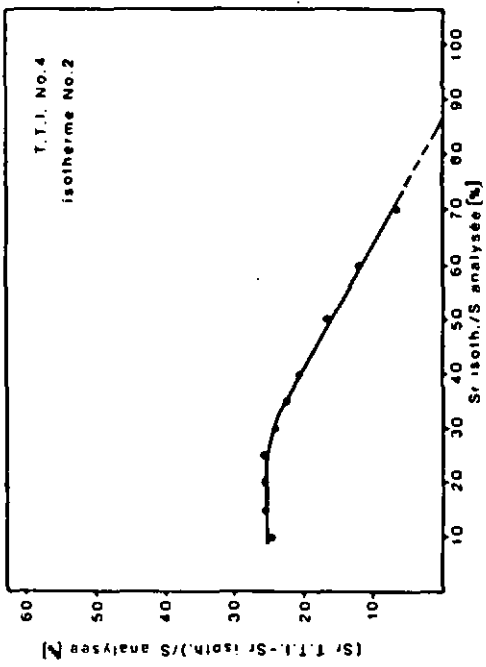
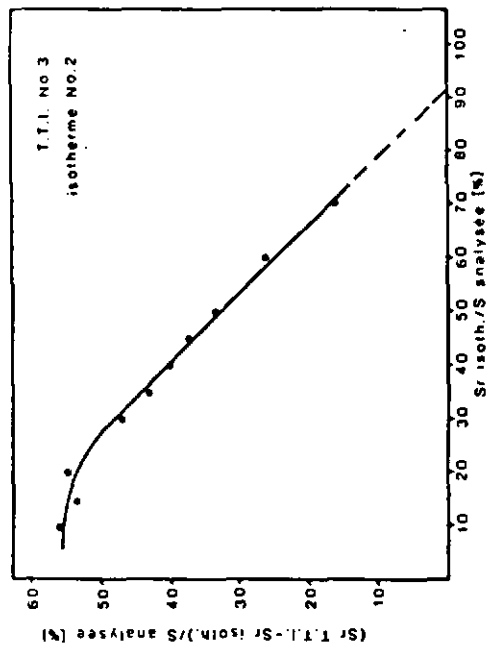


Fig 1.3.5. Evolution de la différence des cinétiques de la recristallisation du Cu 99,99 entre le TTI et-le traitement isotherme correspondant, en fonction du pourcentage de recristallisation obtenu pour ce dernier.

différence entre la cinétique des T.T.I. et celle des traitements isothermes correspondants devient nulle avant que la recristallisation ne soit achevée. Ainsi, l'effet "catalytique" obtenu au début du traitement à haute température n'est que momentané et s'estompe graduellement. La vitesse de recristallisation du T.T.I., $(\delta(V_r / V_{tot}) / \delta t)_T$, élevée lors du changement de température, décroît donc rapidement et devient même inférieure à celle du traitement isotherme à la basse température.

Nous pouvons néanmoins remarquer que les cinétiques des traitements 4 et 10, dont le point d'interruption se situe, comme prévu, autour de 20 % de recristallisation, s'écartent moins vite de la cinétique à la haute température que dans le cas des T.T.I. 3 et 9, dont le point d'interruption se situe autour de 60 %.

Les cinétiques de tous les T.T.I. ainsi que celles des traitements isothermes à une température inférieure à 340 °C semblent atteindre des valeurs de saturation de la surface recristallisée inférieures à 100 %. Contrairement aux observations de Schweizer [40] et de Comte [35], nous avons constaté qu'en prolongeant les traitements, parfois pendant plusieurs jours, l'on parvenait toujours, du moins aux températures choisies, à mener la recristallisation à terme.

Relevons encore que pour le Cu 99,99 % - où les écarts de température entre les traitements isothermes sont les plus importants -, le temps nécessaire à une recristallisation à 290 °C est environ 500 fois plus élevé qu'à 380 °C, ce qui, conformément à ce que l'on attend d'un processus activé thermiquement, correspond approximativement à un doublement de la vitesse de recristallisation pour chaque élévation de la température de 10 °C.

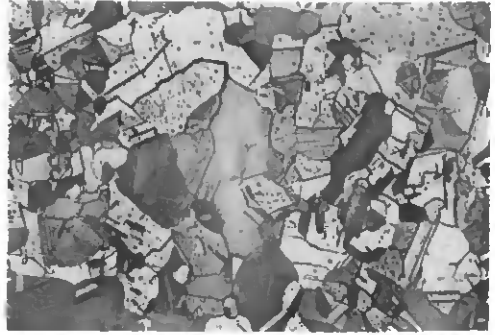
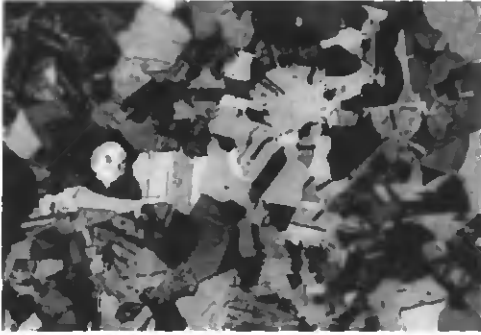
Pour résumer ce chapitre, nous relèverons les faits suivants :

- 1° Les cinétiques des traitements isothermes ont un aspect sigmoïdal;

- 2° Celles des T.T.I., plus rapides au début, convergent toutes ensuite vers les cinétiques des traitements effectués à la température de croissance et les rejoignent avant 100 % de recristallisation;
- 3° Les paliers de saturation qui s'étaient dessinés se sont révélés n'être qu'apparents, la recristallisation ayant toujours pu être menée à terme;
- 4° Dans le domaine des températures considérées, les vitesses de recristallisation s'étendent sur une échelle d'environ 500 : 1.

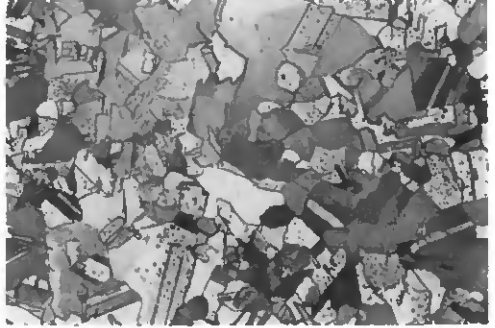
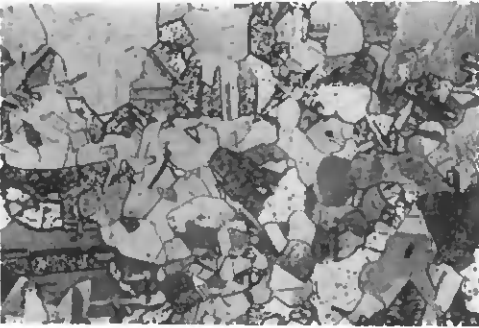
3.3.2. Description comparative des structures finales

Les figures I.3.6. et I.3.7. sont composées d'exemples des structures finales obtenues par les différents traitements thermiques du Cu 99,96 % (fig. I.3.6.) et du Cu 99,99 % (fig. I.3.7.). On constate d'emblée la grande ressemblance de ces structures, qui sont pratiquement indiscernables les unes des autres. Cet aspect est encore mis en évidence par les résultats des mesures des tailles de grains reportées dans le tableau II, page 53.



A. Traitement No. 1 (1 h, 380 °C)
300 X

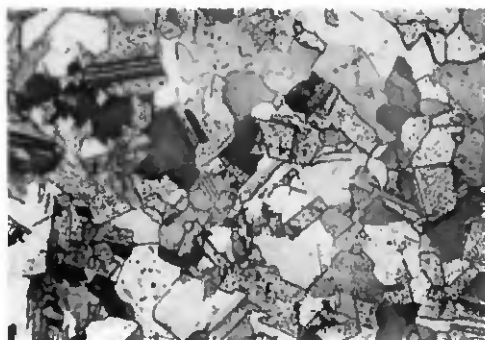
B. Traitement No. 2 (2 h, 330 °C)
300 X



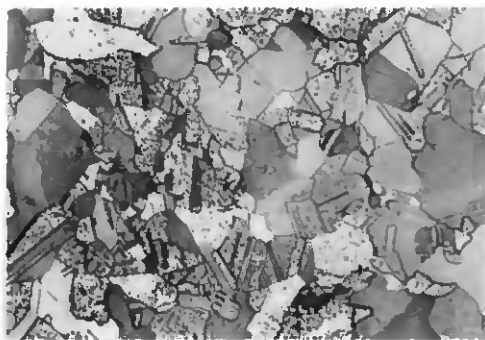
C. Traitement No. 3 (1 mn, 380 °C +
2 h, 330 °C) 300 X

D. Traitement No. 4 (5 mn, 380 °C +
2 h, 330 °C) 300 X

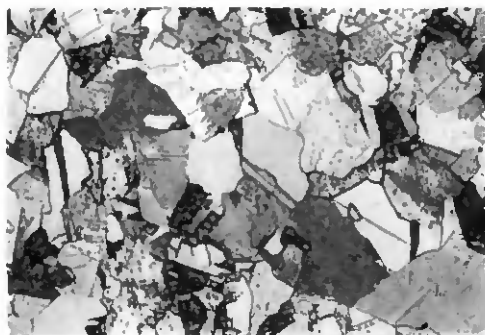
Fig. I.3.6. Structures entièrement recristallisées obtenues après divers traitements thermiques du Cu 99,96 déformé 52 % par étirage



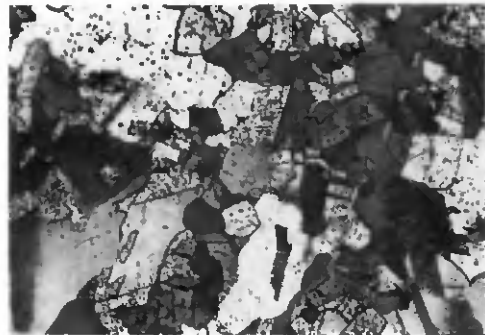
A. Traitement No. 5 (1 h, 380 °C)
300 X



B. Traitement No. 6 (1h, 340 °C)
300 X



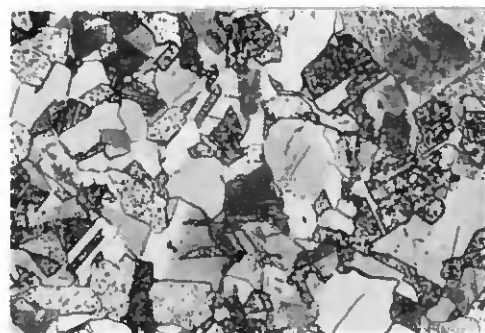
C. Traitement No. 7 (4 h, 310 °C)
300 X



D. Traitement No. 8 (72 h, 290 °C)
300 X



E. Traitement No. 9 (1mn, 380 °C +
4 h, 310 °C) 300 X



F. Traitement No. 10 (3 mn, 340 °C +
4 h, 290 °C), 300 X

Fig. I.3.7. Structures entièrement recristallisées obtenues après divers traitements thermiques du Cu 99,99 déformé 52 % par étirage

Tableau II

Numéro du traitement	Pureté du cuivre [%]	Températures et temps de traitement	[μm]
1	99,96	380 °C, 1 h	31
2	99,96	330 °C, 2 h	32
3	99,96	380 °C, 1 min + 330 °C, 2 h	32
4	99,96	380 °C, 5 min + 330 °C, 2 h	30
5	99,99	380 °C, 1 h	40
6	99,99	340 °C, 1 h	41
7	99,99	310 °C, 4 h	41
8	99,99	290 °C, 4 h	41
9	99,99	380 °C, 1 min + 310 °C, 4 h	37
10	99,99	340 °C, 3 min + 290 °C, 4 h	37

La différence de pureté des deux cuivres se marque ici par un écart de 25 % de la taille des grains, laquelle, lorsque le matériau est le même, ne subit toutefois pas de variation significative due aux différents traitements thermiques.

Remarquons encore que les micrographies des figures I.3.6. et I.3.7. montrent que les structures obtenues sont assez irrégulières et que les grains sont loin d'avoir des formes polygonales.

Les résultats des analyses de distribution faites sur les structures recristallisées du Cu 99,99 % sont rassemblées dans le tableau III.

Tableau III

Numéro du traitement	\bar{x} en classe:	\bar{x} [μm^2]	s [Nb de classes]
5	21	96	7,6
6	21	92	7,9
7	21	82	7,8
8	22	107	7,8
9	21	86	7,8
10	21	84	7,7

Il n'est pas possible ici non plus de mettre en évidence une différence significative entre les traitements thermiques. Nous nous sommes assuré que les distributions elles-mêmes, et non pas seulement leurs moyennes et leurs écarts types, ne pouvaient être considérées comme statistiquement différentes. Pour ce faire, nous avons soumis au test du khi carré l'hypothèse que les six distributions des figures I.3.8.a. et I.3.8.b. sont semblables. Le résultat obtenu (khi carré = 195,73 pour 195 degrés de liberté) montre que cette hypothèse ne peut pas être rejetée au seuil de confiance de 5 %.

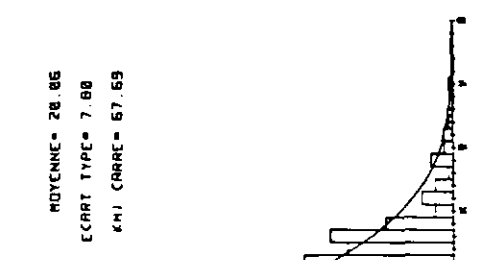
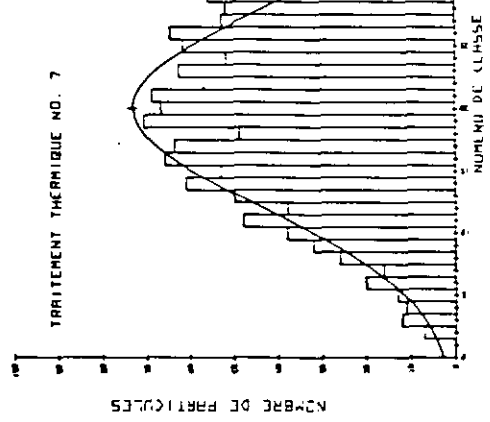
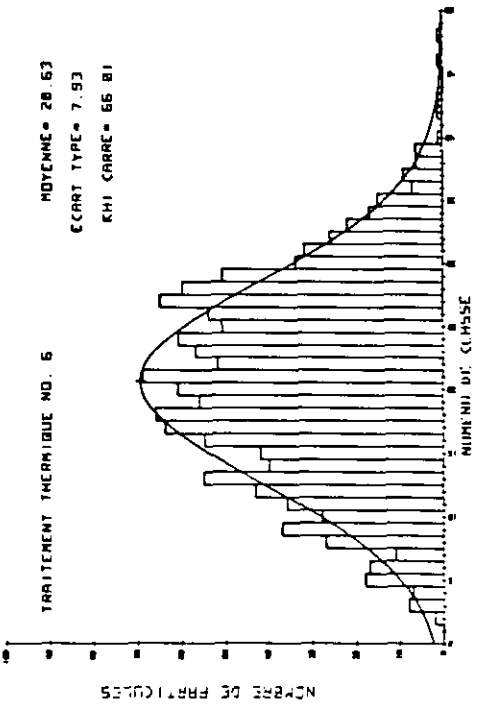
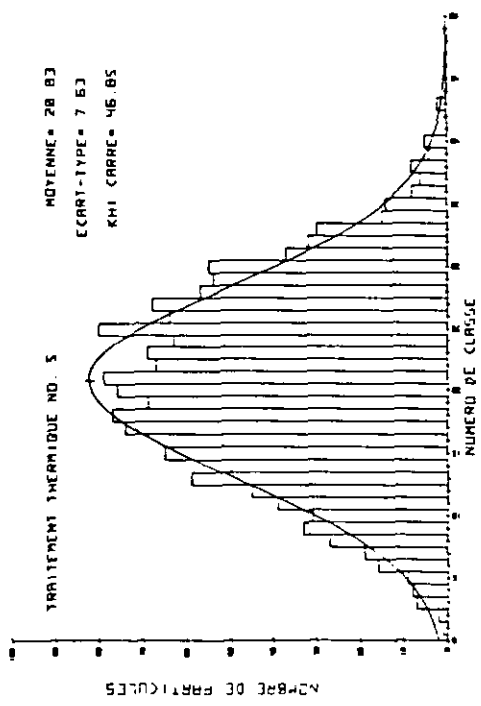


Fig. I.3.8.a. Distributions statistiques des surfaces des grains recristallisés après différents traitements thermiques du Cu 99,99 % déformé 52 % par étirage

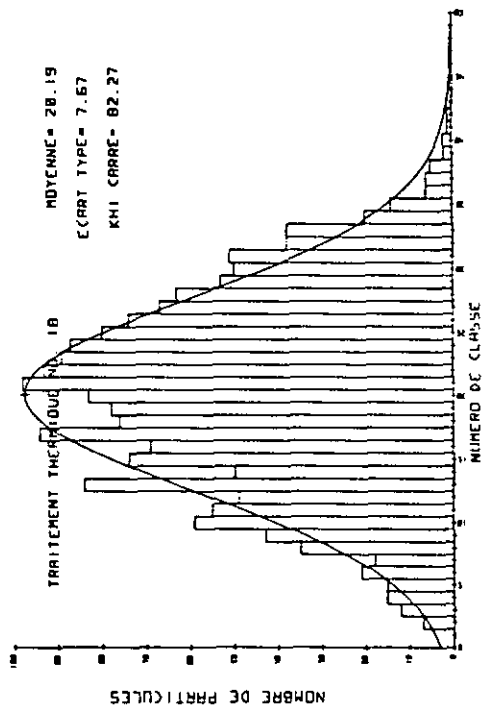
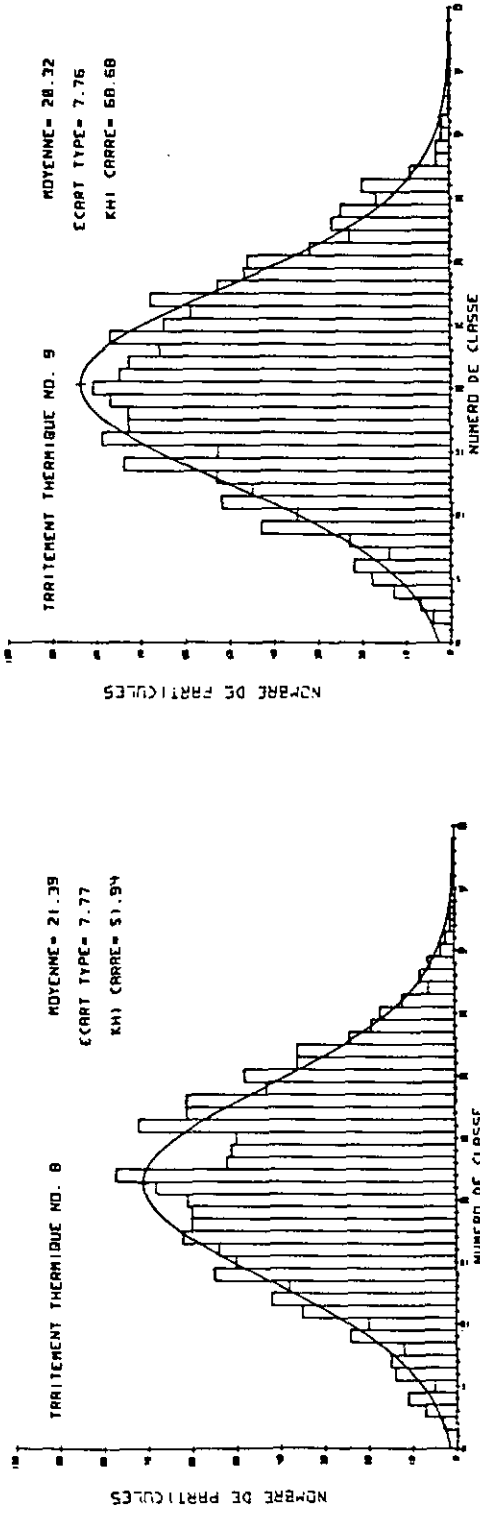


Fig. I.3.8.b. Distributions statistiques des surfaces des grains recristallisés après différents traitements thermiques du Cu 99,99 déformé 52 % par étirage

Nous considérons donc que les six distributions sont statistiquement indiscernables.

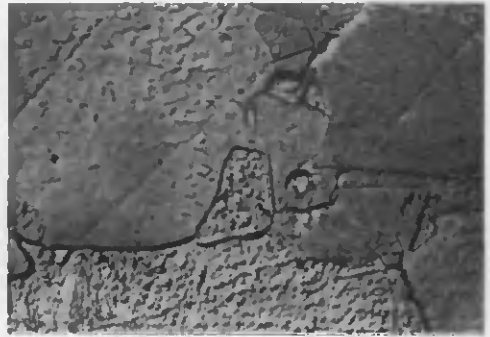
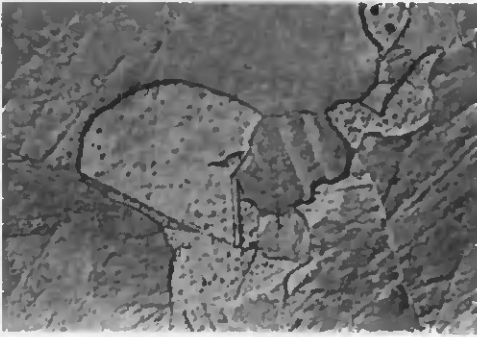
Pour deux d'entre elles (traitements thermiques 5 et 8), nous n'avons pas non plus trouvé de différence statistique entre les distributions expérimentales et les log-normales de même moyenne et écart type; cela pour un seuil de confiance de 5 % également. Si les quatre autres ne sont, statistiquement (test du khi carré), pas assimilables sans plus à des distributions log-normales, nous constatons tout de même, sur les figures I.3.8.a. et I.3.8.b., qu'elles n'en sont pas foncièrement dissemblables.

En résumé, nous dirons donc que :

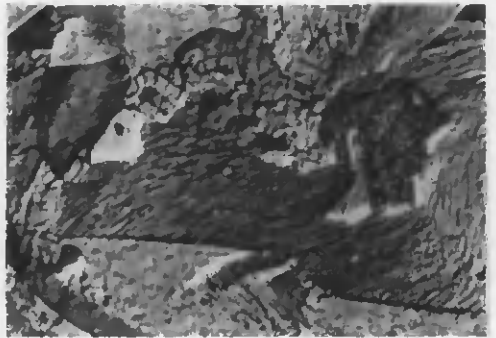
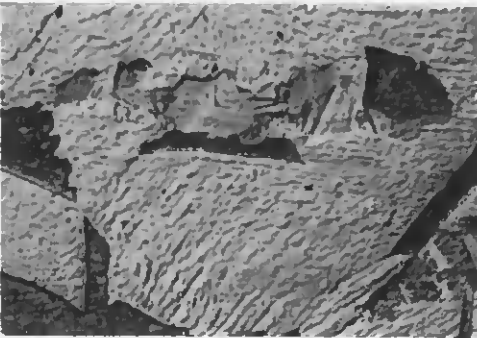
- Les six structures recristallisées obtenues par les six traitements doivent être considérées comme statistiquement indiscernables. Elle sont assez proches de distributions de type log-normal.

3.3.3. Description comparative des structures intermédiaires

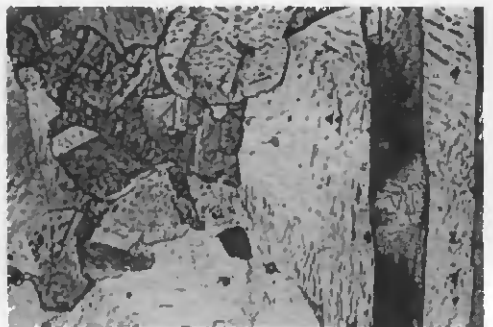
Ce qui frappe immédiatement lorsque l'on examine les structures en voie de recristallisation, c'est l'hétérogénéité de l'apparition des nouveaux grains. Dans la figure 1.3.9. nous avons réuni quelques exemples types de structures partiellement recristallisées. Contrairement à celles de la figure 1.3.2., ces micrographies sont prises à un assez fort grossissement, de façon à ce que l'on puisse bien distinguer les grains les uns des autres. On constate, sur ces photographies, que les nouveaux grains apparaissent rassemblés dans des sortes de "nids" de recristallisation. Cela signifie qu'ils sont en contact dès les premiers moments de leur croissance. Nous insistons: tel est le cas de toutes les structures intermédiaires que nous avons analysées. Le nombre des nouveaux grains n'ayant aucun contact visible avec des "congénères" n'a jamais dépassé 2 % du total des grains observés sur un échantillon. En revanche, nous avons trouvé à plusieurs reprises des amas contenant plus d'une centaine de grains :



A. Traitement No. 7 (10 mn, 310 °C), structure recristallisée à 18 %, 1000 X



8. Traitement No. 5 (50 s, 380 °C), structure recristallisée à 50 %, 1000 X



C. Traitement No. 8 (40 mn, 290 °C), structure recristallisée à 22 %, 1000 X

Fig. I.3.9. Exemple de structures en voie de recristallisation du Cu 99,99 déformé 52 % par étirage

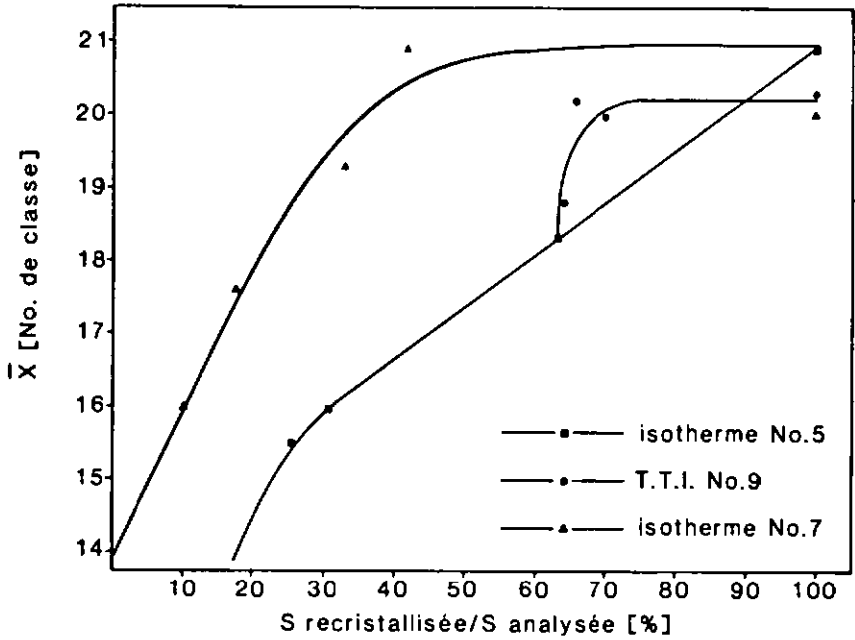


Fig I.3.10. Evolution de la moyenne de la distribution des surfaces des grains recrystallisés au cours de la recrystallisation.

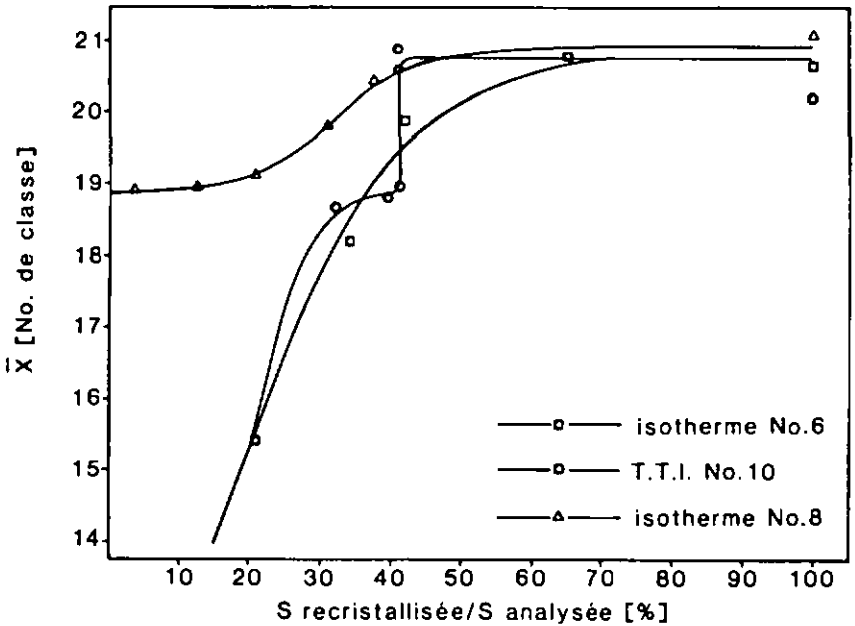


Fig I.3.11. Evolution de la moyenne de la distribution des surfaces des grains recrystallisés au cours de la recrystallisation.

Les figures I.3.10. et I.3.11. montrent l'évolution de la moyenne des distributions des nouveaux grains en fonction du pourcentage de recristallisation.

Malgré l'imprécision importante qui affecte ces mesures, il est évident que la moyenne des distributions s'élève, pour tous les traitements thermiques, au fur et à mesure que la recristallisation progresse. Il apparaît aussi clairement que pour les traitements isothermes, cette moyenne est, au début de la recristallisation, d'autant plus élevée que la température de traitement est basse. Cela implique que plus la température de recristallisation est haute, plus le nombre de grains/mm², à pourcentage de recristallisation égal, est important au départ.

Le traitement 8 (290 °C isotherme) montre une évolution de la moyenne de la distribution de la surface des grains assez peu marquée, la valeur initiale de celle-ci n'étant pas très différente de sa valeur finale. Les traitements 6 et 7 (340 °C isotherme et 310 °C isotherme), partant d'une moyenne très basse, subissent une élévation importante de celle-ci, qui atteint, comme pour le traitement 8, sa valeur de palier dès 45 % de recristallisation environ. Nous constatons, en revanche, que les conditions du traitement 5 (380 °C isotherme) amènent une évolution continue de la moyenne de la surface des grains. Elle n'atteint la valeur mesurée sur les structures finales qu'en fin de recristallisation.

Les T.T.I., quant à eux, présentent des similitudes intéressantes. En effet, nous observons dans ces deux cas que, lorsque la vitesse de recristallisation tend vers zéro, la structure continue néanmoins d'évoluer. En d'autres termes :

- Bien que la surface recristallisée soit devenue constante, la moyenne de la surface des grains continue d'augmenter de manière significative.

En résumé, ces analyses ont montré que la température de recristallisation influence fortement la morphologie de la nouvelle

structure au début de la recristallisation. Plus la température de traitement est élevée, plus la surface moyenne initiale des grains est petite. La structure évolue ensuite de façon à compenser cette différence, les structures finales étant semblables. L'étude des structures obtenues par T.T.I. nous a permis de voir que la morphologie de ces microstructures continue d'évoluer même lorsque le taux de recristallisation se stabilise.

3.3.4. Synthèse des résultats

Malgré d'énormes différences au niveau des cinétiques de la recristallisation, nous avons dû constater que, dans la gamme des températures utilisées, la morphologie de la structure complètement recristallisée ne dépend pas du traitement thermique. En revanche, la granulométrie des structures du début de la recristallisation s'affine si la température de recristallisation s'élève. Par le biais des T.T.I., nous avons montré que les nouvelles structures sont capables d'évolutions "internes", c'est-à-dire que leur granulométrie augmente sans entraîner une extension de la surface qu'elles occupent.

4. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Commençons par discuter les résultats des analyses cinétiques (fig. 1.3.3. et 1.3.4.).

Le fait que les courbes obtenues pour les traitements isothermes au-dessus de 330 °C n'aient pas une allure typiquement sigmoïdale tient partiellement à la méthode expérimentale employée. Considérons, en effet, le temps, tout au début de la réaction, pendant lequel la vitesse de recristallisation doit augmenter. Si cette partie de la courbe ne peut être observée par notre méthode d'analyse des cinétiques, c'est qu'il est d'une part très difficile de détecter les premiers stades de la recristallisation et que, d'autre part, cette période est, aux températures utilisées, vraisemblablement très courte, ce qui exclut la possibilité de l'isoler par des traitements thermiques tels que ceux que nous avons pratiqués. Aussi, lorsque la recristallisation est détectée, a-t-elle déjà atteint un stade si avancé que la rapidité du phénomène et l'inexactitude de la mesure employée ne peuvent permettre de la suivre avec la précision nécessaire pour savoir si la courbe est sigmoïdale ou non. Nous admettons donc, dans le doute, que ces courbes peuvent être décrites par des équations du type de celle d'Avrami :

$$y(t) = 1 - \exp(-Bt^k)$$

Il en va autrement des cinétiques au-dessous de 340 °C, qui montrent une pseudo-saturation qui ne peut être décrite par une sigmoïdale pure, mais par une équation du type de celle proposée par Comte:

$$y(t) = y_{\text{sat}} (1 - \exp(-Bt^k))$$

où la valeur de saturation y_{sat} serait une fonction du temps, $y_{\text{sat}}(t)$ augmentant lentement pour atteindre finalement 100 %. Cette fonction, dont on peut raisonnablement penser qu'elle est linéaire et de pente très faible, devient donc pour les $t \gg :$

$$y(t) = y_{\text{sat}}(t)$$

Nous attribuons l'apparition de ces paliers de pseudo-saturation à l'épuisement prématuré des endroits de germination aisée. Nous constatons, en effet, qu'à 290 °C par exemple, la structure présente au début du palier (fig. I.3.11.) a déjà atteint son état final. Nous ne pouvons donc pas supposer que les 50 % de recristallisation qui manquent sont obtenus par l'extension des grains déjà formés, car un tel processus impliquerait une énorme augmentation de la surface moyenne de ceux-ci. Aussi devons-nous admettre que le reste de la matrice déformée est éliminé par de nouveaux grains à germination et croissance extrêmement lentes. Nous en déduisons qu'ils sont formés à des endroits beaucoup plus défavorables que les premiers, qui, eux, montraient des capacités de développement nettement supérieures. Pourtant, force est de constater que ces grains "lents" doivent, en fin de compte, avoir une distribution de surfaces indiscernable de celle établie par les grains rapides puisque la structure finale a une distribution homogène.

Les cinétiques des T.T.I. présentent le même comportement de pseudo-saturation que les cinétiques des traitements isothermes réalisés à la température basse. Cela indique que la valeur à laquelle la recristallisation semble se stabiliser est intimement liée à la température du traitement. L'accélération de la recristallisation au début du T.T.I. ne fait qu'avancer le moment où cette valeur est atteinte, mais ne la change pas d'une manière significative. Nous en concluons que l'évolution temporelle à long terme de la recristallisation est étroitement liée à la température à laquelle la croissance des nouveaux grains est réalisée.

Les résultats livrés par l'analyse des structures finales (tableaux II et III, fig. 1.3.8.) sont quelque peu surprenants. En effet, Form et al [41] avaient déjà constaté que la taille des grains recristallisés ne dépend pratiquement pas de la température du traitement. Mais ces résultats furent établis pour des traitements quasi isothermes ($\Delta T/t = 5 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$), sur un faible nombre de grains (30 à 60) et par une technique expérimentale particulière (PEEM) et très localisée. Nos résultats sur les traitements isothermes ne font donc que les confirmer par une analyse à large échelle fournissant des données mieux étayées du point de vue statistique. Nous pouvions d'ailleurs nous attendre à obtenir, pour les traitements isothermes, des valeurs de tailles de grains assez semblables. En effet, comme nous l'avons mentionné lors de l'exposition du principe des T.T.I., la "concurrence" existant entre germination et croissance dans ce type de traitements fait que l'on ne pourrait envisager l'indépendance de la taille du grain par rapport à la température de l'isotherme que si :

- Les centres de germination les plus actifs étaient éloignés les uns des autres d'une distance environ égale au diamètre des grains de la structure finale.

Cette condition est dictée par le postulat que :

- Les grains en cours de croissance ne s'arrêtent que lorsqu'ils en rencontrent d'autres.

Nous pourrions donc obtenir la même morphologie structurale, quelle que soit l'abondance de la germination, mais le nombre de germes atteignant le stade de croissance et leur répartition spatiale devraient rester les mêmes. Simplement, les germes consommés lors de cette croissance le seraient à un stade plus ou moins avancé.

Or, comme nous l'avons montré dans la figure I.3.9., les structures que nous avons obtenues ne remplissent pas cette condition.

D'autre part, les structures finales des T.T.I. auraient dû, elles, être différentes, puisque le traitement à la haute température était censé catalyser la germination et l'abaissement subséquent de cette température et empêcher la consommation des germes avant leur stabilisation.

Faut-il, dès lors, attribuer les résultats obtenus à une mauvaise estimation du point d'interruption ?

Non, car cette hypothèse est infirmée par l'évolution de la moyenne du T.T.I. montrée sur la figure I.3.11. En effet, si, du point d'interruption à la fin présumée de la germination (~ 30 % de la recristallisation), l'évolution du T.T.I. et celle du traitement à la température initiale sont très semblables, après ce point, la moyenne du T.T.I. n'augmente pratiquement plus, alors que la recristallisation progresse encore d'environ 10 %.

Il nous faut donc admettre que de nouveaux grains sont venus augmenter la surface de recristallisation. Ainsi, nous avons réussi, en changeant les conditions d'activation thermique, à amener au stade de croissance un plus grand nombre de germes que dans le cas isotherme, leur croissance à la température basse contribuant à l'augmentation de la surface recristallisée. Le point d'interruption était donc judicieusement défini.

Comment, dès lors, expliquer les résultats obtenus ?

Considérons à nouveau l'évolution du T.T.I. de la figure I.3.11. Nous constatons que la structure isotherme obtenue à la suite du début du traitement ne perdure pas. Dès que le taux de recristallisation atteint, à 40 %, sa valeur de pseudo-saturation, la structure montre ce que nous avons appelé sous 3.3.4. une "évolution interne". Cela signifie en clair :

- Qu'il s'opère dans les structures recristallisantes un processus de grossissement qui entraîne un accroissement de la surface moyenne des grains sans augmentation de la surface recristallisée.

Ainsi, la croissance des nouveaux grains ne s'arrête pas forcément lorsqu'ils se rencontrent, puisque certains d'entre eux continuent de se développer aux dépens de leurs voisins.

Nous n'avons trouvé aucune mention de ce phénomène dans la littérature. Il s'agit en quelque sorte d'un troisième stade de la recristallisation primaire, intervenant après la germination et la croissance. Ce processus est l'unique voie que peut suivre la recristallisation pour assurer la constance de sa morphologie finale. Il est, en effet, indispensable, pour que la granulométrie de la structure finale ne soit pas affectée, que les amas compacts de petits grains observés au début de la recristallisation fassent place à une structure plus grossière. Or ces petits grains ont dépassé le stade germinatif puisqu'ils sont visibles en microscopie optique. Nous en déduisons qu'il se produit dans ces amas un grossissement des grains comparable à celui que l'on observe à une température de 300 °C à 400 °C plus élevée, dans les structures totalement recristallisées. Nous en concluons que c'est probablement en raison de l'énorme énergie de surface qui reste à ces endroits après la recristallisation que ce processus peut s'accomplir à une température très inférieure à celle où on a l'habitude de le considérer comme actif.

Nous insistons par ailleurs sur le fait que ce processus était nécessairement actif dans toutes les structures en cours de recristallisation que nous avons pu observer. Certes, il n'est clairement mis en évidence que dans le cas des T.T.I. des figures I.3.10. et I.3.11., mais les résultats de l'analyse des structures finales imposent son existence dans les traitements isothermes.

La structure finale ne dépend par conséquent pas de l'abondance de la germination. Elle s'établit indépendamment de la morphologie de la structure existant au début de la recristallisation, en raison de la régulation que ce processus de croissance interne exerce sur la taille des grains. Cette indépendance totale de la structure finale par rapport à tous les paramètres des traitements thermiques que nous avons considérés pour un état déformé donné nous porte à croire qu'elle est prédéfinie avant même que la recristallisation ne commence. Nous en arrivons donc naturellement à postuler que :

- La morphologie de la structure issue de la recristallisation primaire dépend exclusivement d'un ou de plusieurs paramètres de la structure déformée.

Nous ajouterons encore les remarques suivantes à propos des mesures faites sur les structures intermédiaires :

- Le taux de germination est sans nul doute augmenté par une température de recristallisation élevée. Les grandes quantités d'énergie thermique qui sont à disposition dans ces cas-là permettent d'établir, aux endroits de germination facile, des structures très défavorables du point de vue de l'énergie de surface, mais en revanche extrêmement propices à l'élimination rapide des dislocations. Il semble donc que cet avantage prime sur le désavantage qu'il entraîne. (Comme les considérations d'énergie des dislocations priment sur celles de l'énergie de surface.) Ces structures fines, créées au début de la recristallisation, subsistent jusqu'à un stade plus ou moins avancé de celle-ci, lequel dépend de la température du traitement. En fait, la recristallisation est si brusque à température élevée que ces "nids" ont vraisemblablement juste le temps de disparaître avant qu'elle ne s'achève. Cela nous permet de comprendre pourquoi à 380 °C, par exemple, la moyenne des surfaces évolue tout au long de la recristallisation. Aux températures plus basses, la relative lenteur de celle-ci permet l'élimination de ces nids bien avant qu'elle ne soit accomplie.

- Ces observations des structures en cours de recristallisation nous poussent à croire que celle-ci débute par des processus dont la rapidité est fonction des possibilités d'activation thermique à leur disposition. Ces processus visent à éliminer le plus vite possible l'énergie contenue dans les dislocations, et cela indépendamment de la structure plus ou moins favorable qu'ils établissent. Cette étape achevée, la structure résultante est remplacée par une structure plus favorable par le processus de grossissement des grains décrit à la page 65.

4.1. Synthèse de la vision expérimentale de la recristallisation

Comme nous l'avons fait pour les modèles existant dans la littérature, nous allons tenter maintenant de parvenir à une vue synthétique de la recristallisation à partir des éléments apportés par nos expériences.

La recristallisation se déroule en trois phases: la germination, la croissance et la régulation de la structure. La morphologie de la structure finale est établie lors de cette troisième phase. Tout comme la croissance, cette étape est indirectement visible en microscopie optique. Selon l'énergie thermique dont elle dispose, la recristallisation peut emprunter des chemins temporellement et structurellement différents, mais qui mènent tous à une structure finale de même morphologie. Celle-ci ne dépend donc pas des paramètres du traitement thermique qui l'établit. Elle doit, par conséquent, être déterminée par un ou plusieurs paramètres de la structure écrouie. Les cinétiques de la recristallisation ne sont en général pas purement sigmoïdales, mais présentent des liens de parenté avec ce genre de fonctions mathématiques. Nous considérons la recristallisation comme globalement achevée lorsque toute la structure déformée a été consommée. Localement, la recristallisation se termine lorsque la structure a atteint sa morphologie finale.

5. CONCLUSIONS

Pour terminer cette partie, nous voudrions mettre en lumière les éléments apportés par nos expériences qui complètent la vision que la littérature nous avait permis d'établir.

Lorsque l'on compare l'image théorique du chapitre 2.3. et celle tirée de nos expériences, il est tout de suite évident que :

- La différence essentielle qui les sèpare est l'absence, dans la première, de la phase de la régulation. Des deux phases postulées par la théorie, nous n'avons, en raison des techniques expérimentales utilisées, pu examiner en fait que la croissance. Nous ne pouvons donc nous prononcer ici sur les mécanismes de la germination, mais uniquement sur ses effets. Même si la germination et la croissance permettent effectivement d'expliquer comment la recristallisation progresse, la troisième phase est, comme nous l'avons montré, indispensable pour décrire l'établissement de la structure finale. Ce processus de régulation de la structure ne saurait donc être exclu d'une vision réaliste de la recristallisation.

Il en résulte que :

- La définition de la force motrice que nous avons donnée au chapitre 2.3. n'est satisfaisante que pour les deux premières phases. Dans la troisième, en revanche, c'est vraisemblablement l'énergie de surface qui détermine cette force.
- Dans le modèle théorique, la recristallisation s'achève localement et globalement lorsque la structure déformée est consommée. Nous avons vu qu'il faut, expérimentalement, faire la différence entre ces deux points de vue puisque la structure peut se modifier localement après l'élimination de la matrice écrouie.

Pour terminer la comparaison, nous admettrons que les cinétiques de la recristallisation obtenues expérimentalement présentent effectivement et comme prévu un aspect, mais non pas un type purement sigmoïdal.

En résumé, nous dirons que :

- Le modèle théorique exposé sous 2.3. ne permet pas d'expliquer les phénomènes expérimentaux que nous avons observés. Il lui manque essentiellement la phase servant à expliquer pourquoi la structure recristallisée ne dépend pas du traitement thermique. Cette indépendance implique que la structure recristallisée est déterminée par un ou plusieurs paramètres de l'état écroui.

Dans la deuxième partie de ce travail, nous tenterons de voir ce qui, dans la structure déformée, influence si fortement la structure recristallisée.

PARTIE II

1. B U T S

Dans cette partie, nous visons deux buts :

- Déterminer les relations de cause à effet entre la structure déformée et la structure recristallisée.
- Nous assurer que l'indépendance de la morphologie de la structure finale à l'égard des conditions de traitement thermique se vérifie dans d'autres conditions que celles retenues dans la première partie de ce travail.

Nous nous proposons ici de définir et de réaliser un test critique qui nous permette d'atteindre ces deux objectifs.

2. CONSIDERATIONS GENERALES

Pour relier la morphologie de la structure recristallisée à un ou plusieurs paramètres de la structure écrouie, il est nécessaire de cerner tout d'abord la ou les variables à utiliser. Il faut ensuite réaliser des structures déformées où ces variables prennent des valeurs s'étendant sur une large gamme. Enfin, il faut étudier les structures résultant de la recristallisation de ces états déformés.

Nous avons choisi, dans cette optique, de ne considérer qu'un seul paramètre de la structure déformée, à savoir la densité de l'énergie stockée dans le métal par la déformation plastique.

Cette énergie est définie comme étant celle des défauts structuraux restant dans le métal après la déformation plastique [42]. Il est possible de la mesurer directement en déformant le matériau dans un calorimètre. L'énergie stockée, E_{stor} , est alors donnée par :

$$E_{stor} = A - Q$$

(où A est le travail fourni pour effectuer la déformation et Q l'énergie thermique dissipée au cours de celle-ci).

E_{stor} se situe en général entre quelques et un peu plus de 10 % de A [43]. Ce paramètre nous semble particulièrement indiqué pour les raisons suivantes :

- i) L'énergie stockée par la déformation plastique est la cause première de la recristallisation.

ii) Elle a une forte influence sur la taille finale des grains. Celle-ci, toutes conditions étant par ailleurs égales, diminue si le taux de déformation, donc l'énergie stockée, augmente [44].

iii) Il s'agit, à l'instar de la taille des grains, d'un paramètre structural global. Nous comparons donc des valeurs issues d'analyses faites à des échelles comparables.

Nous tenterons d'obtenir des structures ayant des densités d'énergie stockée différentes ainsi que des cas où cette densité est la même, mais obtenue par d'autres moyens. Nous pourrions alors examiner s'il existe une relation bien définie entre la taille des grains et la densité de l'énergie stockée et si cette relation dépend ou non de la façon dont cette énergie est stockée dans le métal. Pour compléter cette analyse, nous essaierons de vérifier la relation établie en tentant de changer le contenu énergétique d'une structure avant sa recristallisation sans modifier ses conditions de déformation.

3. CONDITIONS EXPERIMENTALES

Nous décrirons ici les moyens pratiques qui nous ont permis de réaliser les tests élaborés ci-dessus. Nous préciserons ensuite les conditions exactes que nous avons utilisées pour effectuer ces analyses.

Remarquons que pour tous les essais décrits dans cette partie, nous avons employé du Cu 99,99 %, ne disposant plus de matériau d'une pureté de 99,96 %.

3.1. Variation de l'énergie stockée

Pour varier la densité de l'énergie stockée dans le métal d'essai, nous avons 1° varié le taux de déformation des barres et 2° changé la taille des grains avant la déformation. L'utilisation de ces deux moyens permet d'obtenir à la fois une gamme d'énergies stockées assez étendue et des structures déformées différemment ayant une énergie stockée comparable.

Nous avons ensuite tenté de réduire l'énergie stockée, pour un état déformé donné, par une restauration. Rappelons que l'on entend par restauration les processus qui permettent de réduire l'énergie stockée sans mouvement de joints grand-angulaires [42, 45].

3.2. Mesure de l'énergie stockée

Les valeurs des énergies stockées ont été obtenues par chauffage des échantillons déformés dans un calorimètre de précision. C'est la méthode la plus couramment utilisée dans ce genre de mesures [42]. Nous avons employé à cet effet un calorimètre à flux différentiel (type MCB, de la maison Thermoanalyse, à Grenoble).

Remarquons que, lorsque l'on mesure l'énergie dissipée lors du chauffage d'un échantillon dans un calorimètre, il est possible d'écrire [42] :

$$E_A = E_E + E_R$$

(où E_A est l'énergie mesurée, E_E l'énergie relaxée lors de la restauration et E_R celle relâchée lors de la recristallisation. En principe :

$$E_A < E_{stor}$$

car un peu d'énergie peut se perdre spontanément entre le moment de la déformation et celui de la mesure. D'autre part, l'énergie de l'état d'arrivée peut être différente de celle de l'état initial, ce qui crée aussi une différence entre E_A et E_{stor} .

Mais E_A est l'énergie effectivement éliminée par les processus de relaxation activés thermiquement. C'est donc la grandeur qui nous intéresse, puisqu'elle représente la force motrice réelle de ces processus. De plus, dans E_A , la partie E_E ne représente, pour un type de cuivre comparable au nôtre, jamais plus de 10 % [46] et n'est parfois même pas mesurable [47]. Nous admettrons donc pour nos expériences que :

$$E_A = E_R$$

Considérant maintenant les résultats de Clareborough donnés dans [48], nous pouvons déduire que, dans des conditions très semblables aux nôtres, la quasi-totalité de l'énergie qui subsiste dans un cuivre déformé à température ambiante est dissipée par la recristallisation. Nous ferons donc, par la suite, l'approximation suivante :

$$E_{stor} = E_A = E_R$$

Nous confondrons ainsi l'énergie dissipée, que l'on mesure lors de la recristallisation, avec l'énergie stockée par la déformation.

La mesure en calorimètre se déroule de la manière suivante :

L'on introduit, à température ambiante, l'échantillon à analyser et un échantillon de référence de même masse et de même forme dans le calorimètre. L'on remplace l'air de la chambre de mesure par un gaz inerte (N_2 , Ar) et l'on chauffe à une vitesse constante jusqu'à la fin de la recristallisation. (Dans nos essais, cette vitesse était de $2\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ et la température maximale atteinte, d'environ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$.) Le traitement thermique est donc anisotherme. Pendant la montée en température, l'on mesure la différence de flux thermique qui apparaît entre l'échantillon analysé et l'échantillon de référence. L'intégrale de cette différence par rapport au temps donne l'énergie libérée par la recristallisation, donc l'énergie stockée aux approximations déjà mentionnées.

Remarquons encore que, si des essais de ce type peuvent aussi être accomplis de façon isotherme, ils posent tout de même des problèmes pratiques assez importants [49]. La méthode que nous avons utilisée permet d'obtenir une précision de mesure élevée ($\pm 5\%$ [50]) pour des volumes assez considérables ($\sim 1\text{ cm}^3$). Les principales caractéristiques de l'appareil employé pour nos expériences sont données dans l'annexe 2. Notre institut ne disposant pas d'un tel équipement, les mesures d'énergies stockées ont été effectuées à l'Institut für Werkstoffkunde und Herstellungsverfahren der Technische Universität Braunschweig.

3.3. Analyse des tailles des grains recristallisés

Ces mesures ont été faites par la méthode des intersections selon les mêmes modalités que celles décrites dans la partie I. (cf. 3.2.5.2.). Nous les avons effectuées sur les échantillons traités en calorimètre et sur des échantillons similaires traités en bain de sels. Nous disposons donc de deux traitements thermiques différents par état déformé. Nous pourrions ainsi vérifier la constance de la taille des grains par rapport au traitement thermique pour des états différents de celui utilisé dans la partie I.

3.4. Conditions expérimentales

3.4.1. Calorimétrie

Nous avons examiné dans le calorimètre les états suivants :

Tableau IV

Numéro de barre	Taille des grains initiale [μm]	Taux de déformation: ϵ [% réd. section]	Déformation vraie: ψ
C10	350	84	1,83
C11	370	72	1,27
C12	360	52	0,73
C13	200	26	0,30
C14	210	52	0,73
C15	210	72	1,27
C16	110	52	0,73
C17	80	14	0,15
C18	100	26	0,30

Toutes les déformations ont été faites par étirage. Les détails relatifs à cette étape figurent dans l'annexe 3.

3.4.2. Restauration

Nous avons tenté d'éliminer, par un traitement de restauration, une partie de l'énergie stockée dans certains des états déformés. Cet essai avait pour buts de nous permettre de savoir dans quelle mesure l'approximation $E_A = E_R$ faite à la page 76 est justifiée et si l'on peut obtenir, pour un même état déformé, des tailles de grains différentes en éliminant une partie mesurable de l'énergie stockée qu'il contenait avant sa recristallisation.

Les neuf états ne pouvant tous être examinés pour une question de disponibilité d'équipement, nous en avons soumis deux à un traitement de restauration, à savoir C14 et C10. Ce choix s'explique pour les raisons suivantes :

- C14 est l'état sur lequel nous avons effectué les analyses rapportées dans la première partie de ce travail. Nous disposons donc à son sujet d'une base de comparaison solidement établie.
- C10 est l'état qui contient vraisemblablement le plus d'énergie stockée. Aussi en espérons-nous la mise en évidence la plus marquée des effets de la restauration [48].

Nous avons donc d'abord effectué, sur des échantillons prélevés dans les barres C10 et C14, un traitement de restauration de 100 h à 200 °C. Nous avons vérifié ensuite que ces échantillons étaient bien dépourvus de traces de recristallisation. Nous les avons enfin analysés dans le calorimètre, selon la même procédure que celle suivie pour les autres états.

3.4.3. Traitement de comparaison

Comme nous l'avons mentionné sous 3.3., des échantillons de tous les états traités en calorimètre ont été parallèlement recristallisés en bain de sels, afin de pouvoir comparer les tailles finales des grains. Nous avons choisi le même traitement pour tous les états, à savoir 2 h à 400 °C.

3.5. Résultats

3.5.1. Mesures calorimétriques

Dans le tableau V (voir page suivante), nous avons réuni les données calorimétriques des énergies stockées ainsi que les tailles de grains mesurées sur les échantillons recristallisés dans le calorimètre et sur ceux traités en bain de sels.

Tableau V

Numéro de barre	E_{stor} [mJ/g]	$\bar{\phi}_{rec\ MCB}$ [μm]	$\bar{\phi}_{rec\ B5}$ [μm]
C10	395	19	21
C11	295	26	27
C12	204	41	43
C13	202	58	62
C14	262	39	36
C15	32B	27	23
C16	276	34	36
C17	107	52	59
C18	218	51	56

$\bar{\phi}_{rec\ MCB}$ = taille des grains recristallisés dans le calorimètre (MCB). Traitement thermique anisotherme : $T = 2\ ^\circ C \cdot min^{-1}$ de $T_{ambiante}$ à $T = 500\ ^\circ C$ (~ 4 h)

$\bar{\phi}_{rec\ B5}$ = taille des grains recristallisés en bain de sels (B5). Traitement thermique isotherme: $400\ ^\circ C$, 2 h

Nous constatons que pour tous les états étudiés, les tailles des grains recristallisés obtenues par les deux traitements thermiques sont identiques, à la précision de la mesure près ($\pm 10\ \%$).

Nous remarquons aussi que l'état C14, qui correspond à celui du matériau utilisé dans la première partie de notre étude, donne des tailles de grains presque identiques à celles obtenues alors. Ainsi, sur une plage de température de traitement de plus de 150 °C, nous n'avons pu, pour cet état de déformation, mettre en évidence aucun changement de la taille moyenne des grains recristallisés.

La comparaison des tailles des grains des états ayant des énergies stockées comparables donne pour C11 et C15, C14 et C16 ainsi que C13 et C18 des tailles de grains similaires. En revanche, C12 et C13, qui ont des énergies stockées presque égales, ont des tailles de grains significativement différentes. Il faut pourtant remarquer que les valeurs mesurées pour les énergies stockées de C11 et C12 montraient d'énormes dispersions ($\pm 50\%$) par rapport à la valeur moyenne donnée dans le tableau V. La précision des mesures ($\pm 5\%$) permet de considérer ces dispersions comme provenant de réelles différences entre les échantillons. Il nous paraît donc difficile d'établir des comparaisons fiables sur les paires d'états considérées. C'est pourquoi nous avons englobé tous les états énergétiques obtenus et leurs tailles de grains respectives dans une relation globale: $\bar{\phi} = f(E_{\text{stor}})$, qui est illustrée sur la figure II.3.1.

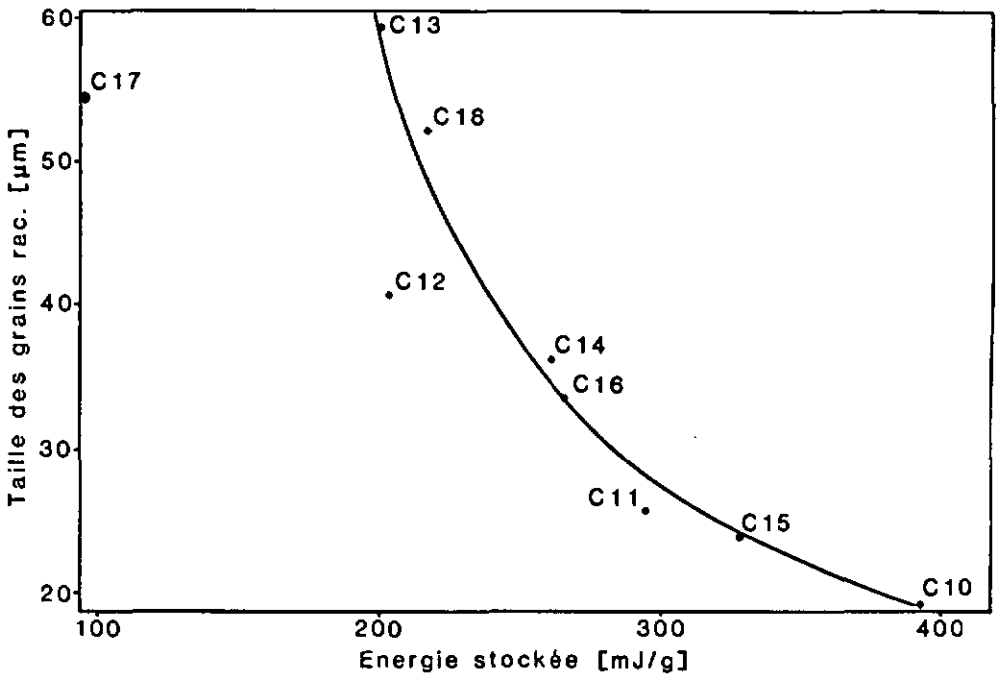


Fig. II.3.1. Relation entre la taille des grains recristallisés et l'énergie stockée dans le Cu 99,99 %

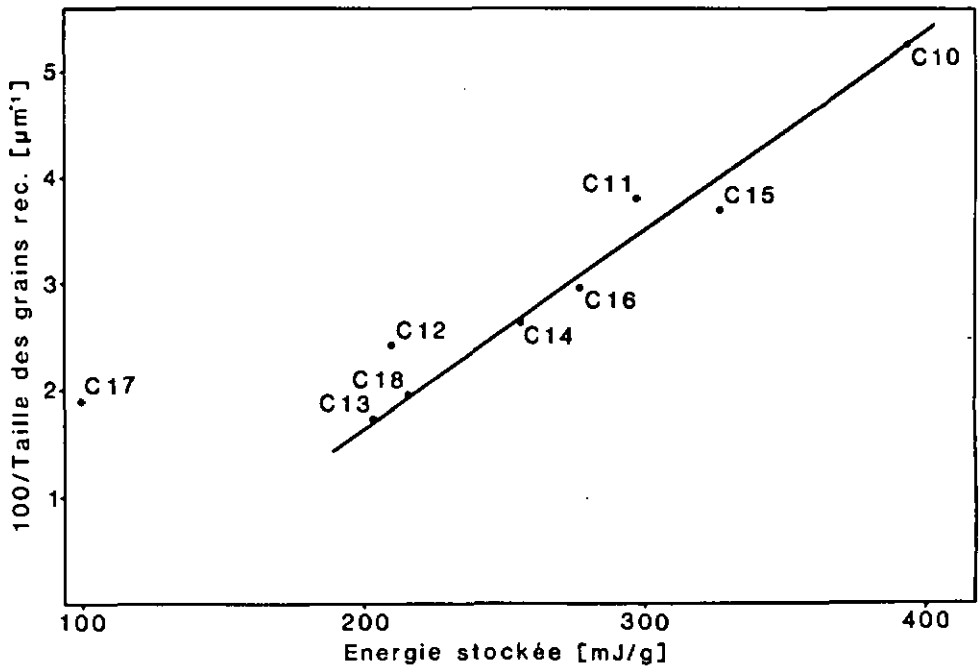


Fig. II.3.2. Relation entre l'inverse de la taille des grains recristallisés et l'énergie stockée dans le Cu 99,99 %

Cette figure montre que tous les états étudiés, à part C12 et C17, entrent d'une manière satisfaisante dans une relation unique $\bar{\phi} = f(E_{\text{stor}})$.

Il nous a paru également intéressant d'étudier la relation $1/\bar{\phi} = f(E_{\text{stor}})$ pour la raison que $1/\bar{\phi}$ est, en première approximation, proportionnel à la densité de l'énergie de surface qui subsiste dans les joints des nouveaux grains du métal recristallisé. Considérons, en effet, le nombre de grains par unité de volume: il est $1/\bar{\phi}^3$ et la surface des grains est $\bar{\phi}^2$. Nous obtenons donc une densité de surfaces des joints par unité de volume $1/\bar{\phi}$ et, par conséquent, une densité d'énergie de surface par unité de volume $1/\bar{\phi}$, en première approximation.

Sur la figure II.3.2., nous avons reporté $1/\bar{\phi} = f(E_{\text{stor}})$.

Nous voyons que, toujours mis à part C12 et C17, tous les états sont assez bien représentés par une relation linéaire entre la densité de l'énergie présente dans le cristal avant la recristallisation et une grandeur proportionnelle, en première approximation, à l'énergie de surface qui reste dans celui-ci après la recristallisation.

3.5.2. Echantillons restaurés

Comme il est facile de le constater dans le tableau VI (voir page suivante), les échantillons ayant subi un traitement de restauration montrent des densités d'énergies stockées presque identiques à celles des états avant leur restauration.

Tableau VI

Numéro de barre	E_{stor} [mJ/g] avant restauration	E_{stor} [mJ/g] après restauration
C10	395	430
C14	262	265

Cela confirme que même si nous essayons de favoriser le plus possible la restauration, elle n'élimine pas une quantité d'énergie mesurable. Mentionnons ici, à titre indicatif, que nous avons également traité un échantillon de C14 pendant 1 000 h à 150 °C avant de le recristalliser 1 h à 340 °C. Nous n'avons pas mesuré l'énergie qu'il contenait encore après ce traitement de restauration, mais nous avons constaté que la taille de ses grains recristallisés (43 μm) n'avait pas changé par rapport au traitement sans restauration.

4. D I S C U S S I O N

Nous avons obtenu une assez bonne relation entre la densité de l'énergie stockée dans le métal par la déformation et la taille moyenne des grains recristallisés. En première approximation, nous avons également mis en évidence une relation linéaire entre la densité des surfaces des joints et celle de l'énergie stockée.

Bien que ne souffrant pas d'une dispersion très importante, ces deux relations doivent néanmoins être considérées avec prudence. Prenons, en effet, le cas de C11 et C12. Comme nous l'avons déjà mentionné, la dispersion des mesures de leur énergie stockée est très forte. Elle permettrait d'augmenter ou de diminuer sans difficulté la distance qui existe entre eux et les courbes tracées. Répétées pour quatre autres états, à savoir C10, C14, C16 et C17, ces mesures ont, au contraire, montré une faible dispersion ($\pm 10\%$), ce qui nous permet de penser que les relations obtenues ne sont pas le fait du hasard. Nous ne pouvons toutefois exclure, à ce stade, que d'autres paramètres de la structure déformée jouent un rôle dans la relation qui existe entre celle-ci et la structure recristallisée.

Le cas de C17 est intéressant à plus d'un titre. Il s'éloigne à coup sûr des relations décrites ci-dessus et montre les limites de leur validité. Nous ne pouvons, en effet, admettre que les courbes obtenues puissent être extrapolées sans difficulté vers les limites basses de E_{stor} . La droite $1/\bar{\phi} = f(E_{stor})$ coupe l'axe horizontal un peu au-dessous de 120 mJ/g. Pour y appartenir, C17 devrait donc avoir une taille de grains recristallisés négative! D'autre part, si $E_{stor} = 0$, la courbe doit couper l'axe vertical à la valeur de la taille initiale des grains. Ces conditions aux limites imposent donc que :

1° La courbe $1/\bar{\phi} = f(E_{\text{stor}})$ doit subir une dérive substantielle par rapport à la droite envisagée pour les basses valeurs de E_{stor} .

2° Si l'on établit une courbe complète pour chacun des grains initiaux (en variant le taux de la déformation), elle doit couper l'axe vertical à un endroit différent.

De plus, il faut souligner que pour de petites énergies stockées, et donc pour de faibles taux de déformation, l'homogénéité de cette dernière dans le volume de l'échantillon ne peut plus être garantie, ce qui perturbe considérablement les mesures de l'énergie stockée. C'est vraisemblablement là aussi une des raisons pour lesquelles C17 n'entre pas dans la même relation que les autres états analysés.

Nous admettons donc que la relation linéaire observée ci-dessus n'est valable, en première approximation, que si E_{stor} est 200 mJ/g. Les conditions de nos expériences ne permettent pas de savoir si cette relation a une limite de validité supérieure.

Les résultats obtenus nous incitent à introduire une notion de rendement de la recristallisation, qui nous définissons ainsi :

$$\eta = \frac{E_{\text{stor}} - E_{\text{Sr}}}{E_{\text{stor}}}$$

où :

E_{stor} = énergie stockée avant la recristallisation

E_{Sr} = énergie de surface résiduelle après la recristallisation

η_R = rendement énergétique de la recristallisation

Nous pouvons donc dire que la recristallisation a un rendement constant pour une E_{stor} comprise entre 200 et 400 mJ/g.

Ces expériences de restauration, si elles n'ont pas amené la diminution d'énergie recherchée, ont tout de même permis de vérifier le bien-fondé des approximations faites à la page 76.

Pour terminer, nous aimerions souligner le fait suivant :

- La structure finale obtenue avec l'état C10 est une microstructure à grains fins. Elle correspond grosso modo à une structure dont la moyenne de distribution des surfaces de grains se situerait en classe 14 (cf. chapitre 3.2.5.2. de la partie I). Si une telle structure apparaissait au cours de la recristallisation de l'état C14 (état initial des expériences de la partie I), elle serait éliminée par l'effet de croissance interne déjà décrit. Le fait même que l'on puisse obtenir dans C10 une structure complètement recristallisée dont la morphologie très fine ne subsisterait pas en tant que structure intermédiaire dans un état contenant moins d'énergie stockée prouve que l'effet de croissance interne est aussi fortement lié à l'énergie stockée que la taille finale des grains. Cette déduction est d'ailleurs logique et nécessaire pour obtenir une taille de grains dépendant de l'énergie stockée, puisque nous avons montré, dans la partie I, que c'est l'effet de croissance interne qui règle la morphologie de la microstructure finale.

5. C O N C L U S I O N S

Les expériences réalisées dans cette partie de notre étude ont permis de montrer que :

- La taille moyenne des grains de la structure recristallisée est indépendante du traitement thermique, même dans des conditions de déformation autres que celles imposées auparavant.
- Cette règle est valable pour une très grande plage de température, à tout le moins dans les conditions de déformation établies pour les premières expériences.
- Il existe une assez bonne relation entre la densité de l'énergie stockée par la déformation et la taille moyenne des grains recristallisés.
- En première approximation, la densité de l'énergie de surface qui reste dans la structure recristallisée est proportionnelle à la densité de l'énergie stockée par la déformation plastique dans le métal considéré, pour autant que cette dernière soit supérieure à 200 mJ/g. La recristallisation a dans cette zone un rendement constant.

Nous pouvons en conclure que :

- Pour le Cu-OF, la densité de l'énergie stockée dans le métal écroui par la déformation plastique est le paramètre de la structure déformée le plus important dans la détermination de la taille des grains recristallisés. Nous ne pouvons toutefois pas exclure que d'autres variables de cette structure y jouent un rôle secondaire.

PARTIE III

1. CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Au début de cette étude, nous avons défini les buts suivants :

- Caractériser la dépendance de la nouvelle microstructure issue de la recristallisation en fonction des paramètres de celle-ci.
- Décrire les différents stades du développement de cette microstructure et leur contribution spécifique selon ces mêmes paramètres.
- Rechercher les causes possibles des différents faits observés.

Dans la première partie, nous avons montré :

- Que la morphologie de la nouvelle microstructure ne dépend pas des conditions du traitement thermique de recristallisation.
- Que, selon les paramètres des traitements thermiques, le développement de cette morphologie emprunte des chemins temporellement et structurellement différents mais qui, s'ils partent d'un même point, aboutissent tous au même endroit.
- Que deux et non pas un seul stade de la recristallisation peuvent être observés indirectement en microscopie optique, à savoir la croissance des grains et la régulation de la structure.
- Que les méthodes expérimentales utilisées ne permettent pas de suivre le stade de germination tel qu'il est postulé dans la littérature et que, dans le doute, il faut bien admettre qu'il se déroule selon les mécanismes retenus dans le chapitre 2.4. de la partie I.

- Qu'au vu de cette dernière considération, la recristallisation s'effectue en trois étapes: la germination, la croissance et la régulation de la structure.
- Que la germination et la croissance s'accomplissent différemment suivant l'énergie thermique disponible; que ces deux phases éliminent la matrice écrouie; que la microstructure locale, qui s'établit alors, dépend, du moins au début de la recristallisation, des conditions de traitement.
- Que, par son effet de croissance "interne", la régulation de la structure permet d'obtenir une morphologie constante de la structure recristallisée, quelles que soient les configurations locales issues des deux premières étapes, et qu'elle est donc seule responsable de la morphologie de la structure finale.

Dans la deuxième partie, nous avons vu :

- Que, même dans des conditions de déformation très diverses, la taille des grains de la structure finale ne dépend pas du traitement thermique de recristallisation.
- Qu'il existe une assez bonne relation entre la densité de l'énergie stockée dans la matrice par la déformation et la taille finale des grains, mais qu'on ne peut toutefois exclure que d'autres paramètres de la structure écrouie jouent un rôle dans la détermination de cette taille.
- Qu'il existe une relation linéaire entre la densité de l'énergie stockée dans la matrice et une grandeur proportionnelle, en première approximation, à la densité de l'énergie de surface qui reste dans le métal recristallisé, mais que, dans les conditions qui étaient les nôtres, cette relation n'est linéaire que si l'énergie stockée est 200 mJ/g et que la pente de la droite peut être interprétée comme une mesure du rendement énergétique de la recristallisation.

Par conséquent, nous sommes maintenant à même de caractériser la dépendance de la microstructure issue de la recristallisation de la manière suivante :

- La morphologie de la microstructure issue de la recristallisation dépend des paramètres de la structure déformée et principalement de la densité de l'énergie stockée dans la matrice écrouie. Elle est indépendante du traitement thermique qui conduit à la recristallisation.
- La recristallisation se développe en principe en trois phases: la germination, la croissance et la régulation de la structure. Les deux premières établissent une structure non déformée, la troisième règle, indépendamment des deux autres, la morphologie de la structure recristallisée.
- Comme nous l'avons vu ci-dessus, l'énergie stockée dans la matrice déformée est non seulement la cause de la recristallisation, mais détermine encore ses effets.

2. PROPOSITIONS DE RECHERCHES

Nous pensons que les résultats que nous avons obtenus dans le cadre de ce travail mériteraient d'être étudiés plus avant pour savoir :

- i) S'ils sont valables dans d'autres matériaux.
- ii) S'ils se vérifient quel que soit le mode d'érouissage.
- iii) Quelles influences peuvent, par exemple, avoir sur eux l'énergie du défaut d'empilement et la texture de l'état initial.
- iv) Quels sont les paramètres de la structure déformée qui jouent un rôle, même mineur, dans la détermination de la structure recristallisée.

Par ailleurs, nous pensons qu'il serait nécessaire aussi de mesurer l'énergie stockée de manière extensive et dans un grand nombre d'états différents, afin d'augmenter la confiance que nous pouvons avoir dans les relations obtenues. Il serait également intéressant de mieux cerner les limites du domaine linéaire de la relation $1/\phi = f(E_{\text{stor}})$.

Une observation directe de la croissance interne permettrait de corroborer l'observation indirecte que nous en avons faite. Nous proposons pour cela la méthode suivante :

- Préparer des échantillons partiellement recristallisés en bain de sels et observer leur microstructure au SEM par contraste d'orientation. Repérer un nid de petits grains recristallisés et chauffer l'échantillon jusqu'à la température de recristallisation.

En effet, il devrait être possible, à ce moment-là, d'observer "in situ" la disparition de cet amas au profit d'une structure plus grossière. Et cela d'autant plus que cette disparition devrait être encore facilitée par le fait que cet amas posséderait une interface métal-vide ayant une énergie spécifique substantiellement plus élevée que celles des interfaces métal-métal. C'est d'ailleurs pour cette raison qu'il nous semble difficile que la formation de ces nids puisse être observée lors du chauffage dans le SEM, car les conditions énergétiques sont alors très défavorables.

Dans le même ordre d'idée, il nous paraîtrait intéressant d'étudier comment la structure se comporte lorsque l'on "catalyse" localement la germination. Deux moyens au moins pourraient être utilisés à cet effet :

- 1° La catalyse par création de singularités de déformation plastique.
- 2° La catalyse par choc thermique local obtenu par l'utilisation soit d'un faisceau laser ou d'un faisceau d'électrons [51].

Il semble, d'après nos essais préliminaires, que ces deux types d'expériences pourraient être réalisés sans trop de difficulté. Ils permettraient de mesurer jusqu'à quel point une recristallisation étendue peut être déclenchée par une action très localisée. D'autre part, les traitements thermiques par flash laser permettent d'obtenir des structures granulaires d'une finesse extrême [52], sur lesquelles il devrait être possible de démontrer facilement l'effet de croissance interne.

Pour terminer, nous pensons qu'une étude statistique des phénomènes germinatifs par microscopie à transmission s'imposerait. Elle permettrait de dégager un modèle de germination basé sur des observations multiples et représentant la majorité des cas étudiés.

Elle nécessiterait certes un travail expérimental énorme, mais permettrait seule, à notre avis, de préciser l'image actuelle de la germination de la recristallisation par la détermination de ses mécanismes les plus actifs.

3. REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier ici tous ceux qui ont peu ou prou contribué à la réalisation de cette étude.

Notre gratitude va tout d'abord au professeur Willy Form, pour l'intérêt qu'il n'a cessé de manifester pour notre travail. Nous avons trouvé en lui un directeur de thèse tout à la fois patient, critique et toujours constructif. Il a su nous guider sans nous contraindre, nous soutenir sans nous porter. En un mot, il fut, tout au long de nos recherches, un directeur de thèse idéal, sur le plan tant scientifique qu'humain.

Nous aimerions aussi remercier tout spécialement :

- Le professeur F. Stoekli et le docteur P.-J. Wilbrandt, membres du jury, d'avoir bien voulu expertiser ce travail.
- Le professeur F. Haessner, directeur de l'Institut für Werkstoffkunde und Herstellungsverfahren der T.U. Braunschweig, qui nous a permis de réaliser dans les meilleures conditions nos essais de calorimétrie dans son institut. Nous lui sommes également reconnaissant d'avoir accepté de discuter avec nous des idées et des faits rapportés dans ces pages.
- Le docteur W. Witzel et monsieur K.-H. Schönborn, du même institut, qui ont consacré beaucoup de temps pour que nous puissions réaliser des mesures de textures et nos essais calorimétriques. Nous avons également apprécié les entretiens répétés que nous avons pu avoir avec eux au sujet de nos recherches et de leurs résultats.
- Monsieur Scholz, qui a effectué nos essais de calorimétrie, et tous les collaborateurs de l'Institut für Werkstoffkunde und

Herstellungsverfahren de Braunschweig, qui fut toujours avec nous d'une extrême amabilité.

- Le docteur P.-J. Wilbrandt, de l'Institut für Metallphysik der Universität Göttingen, avec qui nous avons pu débattre des concepts nouveaux et anciens de la recristallisation et dont les remarques constructives nous ont permis de progresser dans notre étude.
- Le docteur M. von Allmen, de l'Institut de Physique de l'Université de Berne, et le docteur F. Roulet, du Centre électronique horloger de Neuchâtel, grâce à qui nous avons pu réaliser des traitements thermiques par faisceau laser.
- Monsieur P.-A. Girard, de l'Institut de Métallurgie structurale de l'Université de Neuchâtel, pour l'aide qu'il nous a apportée dans nos analyses au Quantimet.
- Madame J. Moret, de l'Institut de Mathématiques de l'Université de Neuchâtel, pour ses conseils dans l'utilisation de notions statistiques.
- Madame V. Mauley, attachée d'information d'IBM Suisse, pour sa contribution à la rédaction de ce travail.
- IBM Suisse, pour la mise à disposition de son matériel de traitement de texte.
- Tous ceux qui, au sein de notre institut, ont facilité notre étude en nous consacrant gracieusement un peu de leur temps.

Nous voudrions enfin faire état de notre dette de reconnaissance envers le Fonds national suisse pour la Recherche scientifique, qui a bien voulu nous allouer "le nerf de la guerre" de cette recherche et sans qui aucune de nos expériences n'eût été possible.

4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] W.A. Johnson and R. F. Mehl :
Trans. AIME, Vol. 135 (1939), p. 416
- [2] M. Avrami :
J. of Chem. Phys., 7 (1939), p. 1103; 8 (1940), p. 212;
9 (1941), p. 177; (part 1, 11, 111)
- [3] E.A. Loria, K. Detert, and J.G. Morris :
Acta Met., Vol. 13 (1965), p. 929
- [4] F. Haessner, G. Hoschek, and G. Tölg :
Acta Met., Vol. 27 (1979), p. 1539
- [5] R.D. Doherty and R.W. Cahn :
J. of Less-Common Metals, 28 (1972), p. 279
- [6] P. Cotterill and P.R. Mould :
"Recrystallization and Grain Growth in Metals",
Surrey University Press, London (1976)
- [7] V. Guttmann :
Z. Metallkde., B. 64 (1973), H. 2, p. 94-104
- [8] K. Lücke :
Met. Scien. Eng., 25 (1976), p. 153-158
- [9] J.E. Burke and D. Turnbull :
Progr. Met. Phys., 3 (1952), p. 220
- [10] P.-J. Wilbrandt and P. Haasen :
Z. Metallkde., B. 71 (1980), H. 6, p. 385-395

- [11] J.G. Byrne :
"Recovery, Recrystallization and Grain Growth",
McMillan, London (1965), p. 71
- [12] R.W. Cahn in F. Haessner (ed.) :
"Recrystallization of Metallic Materials",
Dr. Rieder Verlag, Stuttgart (1970), p. 53
- [13] P.A. Beck :
J. Appl. Phys., 20 (1949), p. 633
- [14] R.W. Cahn :
Proc. Phys. Soc. (London), A60 (1950), p. 323
- [15] A.H. Cottrell :
Progr. Met. Phys., 4 (1953), p. 255
- [16] H. Fujita :
J. of Phys. Soc. Japan, 16 (1961), p. 397
- [17] J.C.M. Li :
J. Appl. Phys, 33 (1952), p. 295B
- [18] H. Hu in L. Himmel (ed.) :
"Recovery and Recrystallization of Metals",
Interscience, New York (1963), p. 311
- [19] W.G. Burgers and C.A. Verbraak :
Acta Met., Vol. 5 (1957), p. 765
- [20] A. Dubertret et A. Le Lann :
J. Appl. Cryst., 10 (1977), p. 291-307
- [21] P.A. Beck and H. Hu :
"Recrystallization, Grain Growth and Texture",
Seminar of ASM, Metals Park (Ohio) (1965), p. 403

- [22] P.A. Beck and P.R. Sperry :
J. Appl. Phys., 21 (1950), p. 150
- [23] J.E. Bailey and P.B. Hirsch :
Proc. Roy. Soc., A267 (1962), p. 11
- [24] K. Lücke :
Can. Met. Q., 13 (1974), p. 261
- [25] G. Gottstein :
"Die Rekristallisation als Korngrenzenproblem",
Habilitationsschrift, Rheinisch-Westfälischen Technischen
Hochschule, Aachen (1979)
- [26] H. Heller :
"On the Diversity of Nucleation in Recrystallization",
thèse de doctorat, Université de Twente (1982)
- [27] I.L. Dillamore, P.L. Morris, C.J.E. Smith, and W.B. Hutchinson :
Proc. Roy. Soc. London, A329 (1972), p. 405-420
- [28] S. Hofmann and F. Haessner in F. Haessner (ed.) :
"Recrystallization of Metallic Materials",
Dr. Rieder Verlag, Stuttgart (1970), p. 81
- [29] R.L. Fullman and J.C. Fisher :
J. Appl. Phys., Vol. 22 (1951), No. 11, p.1350
- [30] H.P. Stüwe in F. Haessner (ed.) :
"Recrystallization of Metallic Materials",
Dr. Rieder Verlag, Stuttgart (1970), p. 21
- [31] J.-M. Boéchat, W. Form und P.-J. Wilbrandt :
Poster RD3, Hauptversammlung der DGM, Erlangen (1983)

- [32] R.W. Cahn :
Proc. Phys. Soc., A63 (1950), p. 323
- [33] J.W. Christian :
"The Theory of Transformations in Metals and Alloys",
Pergamon Press, Ltd., Oxford (1965)
- [34] A.H. Cottrell :
"Dislocations and Plastic Flow in Crystals",
Carendon Press, Oxford (1953), p. 188
- [35] P. Comte :
Thèse de doctorat, Institut de Métallurgie structurale
de l'Université de Neuchâtel (1975)
- [36] M.N. Shetty :
Z. Metallkde., B. 73 (1982), H. 11, p. 689
- [37] F.B. Pickering :
"The Basis of Quantitative Metallography",
Institute of Metallurgical Technicians, London (1976)
- [38] R.T. Dehoff and F.N. Rhines :
"Quantitative Microscopy",
McGraw-Hill, New York (1968)
- [39] K. Detert in F. Haessner (ed) :
"Recrystallization of Metallic Materials",
Dr. Rieder Verlag, Stuttgart (1970), p. 108
- [40] M. Schweizer and W. Form :
J. of Inst. of Met., Vol 101 (1973), p. 24
- [41] W. Form, G. Gindraux, and V. Mlynar :
Metal Science, No. 1 (1980), p. 16

- [42] F. Haessner und W. Hemminger :
Z. Metallkde., 8.69 (1978), H.9, p. 553-563
- [43] R.E. Reed-Hill :
"Physical Metallurgy Principles", 2^e édition,
D. Van Nostrand, New York (1973), p. 267
- [44] A.M. Cottrell :
"An Introduction to Metallurgy", 2^e édition,
Edward Arnold, Ltd., London (1975), p. 403
- [45] J.-P. Peternier :
Bulletin technique de la Suisse romande, n° 21 (1976), p. 46
- [46] L.M. Clareborough, M.E. Hargreaves, and G. West :
Acta Met., Vol. 5 (1957), p. 738
- [47] L.M. Clareborough, M.E. Hargreaves, and G. West :
Proc. Roy. Soc. (London), A232 (1955), p. 252
- [48] L.M. Clareborough, M.E. Hargreaves, and M.H. Loretto
in L. Himmel (ed.) :
"Recovery and Recrystallization of Metals",
AIME (1963), p. 63
- [49] W. Hemminger, K.-H. Schönborn, W. Witzel :
Z. Metallkde., 8. 73 (1982), H. 11, p. 683-688
- [50] K.-H. Schönborn und F. Maessner :
Z. Metallkde., 8. 73 (1982), H. 12, p. 739-743
- [51] R.A. McMahon and H. Ahmed :
J. of Micr., Vol. 118 (1980), p. 61-66
- [52] I. Pfeiffer und S. Hock :
Z. Metallkde., B. 72 (1981), H. 1, p. 36-42

- [53] M. Beckert und H. Klemm :
" Handbuch der Metallographischen Aetzverfahren", 3^e édition,
VEB Deutscher Verlag, Leipzig (1976)

ANNEXES

Cette solution s'emploie par badigeon en frottant fortement la surface de l'échantillon. Temps d'attaque: 3 à 5 s.

2° Solution : 286 ml H₂O

214 ml HNO₃ concentré

Cette attaque se pratique par immersion. Dès que la surface se couvre de bulles de gaz, on rince à l'eau courante. Les résultats les meilleurs sont obtenus lorsque la solution a une température de 10 °C et que l'on chauffe légèrement la surface de l'échantillon, sous courant d'air chaud par exemple.

L'attaque doit être moins prononcée lorsque l'on fait des analyses au QTM que lorsque l'on travaille en microscopie optique.

Les analyses de cinétiques ont été effectuées sur des photographies de format original 13 x 18 cm à un agrandissement de 82,3 X.

1.2. Analyse des structures recristallisées

Le polissage et la première partie de l'attaque sont réalisés de la même manière que ci-dessus. L'on procède, en revanche, à la seconde partie de l'attaque avec une solution de coloration [53] composée de :

100 ml H_2O
44 gr $K_2S_2O_5$
11 ml $Na_2S_2O_3$ saturé

La solution s'emploie par immersion. Le temps d'attaque varie entre 5 et 10 min, suivant la fraîcheur de la solution et la taille des grains de l'échantillon. Contrairement aux deux autres, cette solution ne peut être conservée.

Après l'attaque, on rince rapidement sous l'eau courante, puis à l'eau distillée et l'on sèche immédiatement après, la coloration s'obtenant lors de l'évaporation de l'eau. Le séchage peut ensuite être terminé de manière conventionnelle. Cette solution permet, par une coloration des grains souvent différente, de mieux distinguer leurs joints, avantage précieux dans des analyses telles que nous les avons effectuées.

La photographie de ces structures doit se faire sans filtre et à un agrandissement permettant de rassembler, pour les analyses faites selon la méthode des intersections, de 300 à 500 grains par cliché. Toutes nos micrographies de structures finales ont été tirées pour analyse sur un format original de 13 x 18 cm.

2. PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DU CALORIMETRE UTILISE

Fabricant : Thermoanalyse, Grenoble, France

Type : MCB

Volume utile de la cellule de mesure : $1,2 \text{ cm}^3$

Diamètre interne de cette cellule : 8,8 mm

Puissance du four : 200 W

Thermocouples de mesure : Pt - PtRh (8 points de mesure)

Sondes de température du four : résistances de Pt

Sensibilité : 30 à 50 $\mu\text{V}/\text{mW}$ de changement de puissance
dans la cellule)

Limites des températures de travail : -200 °C à 500 °C
(600 °C en pointe)

Vitesses de chauffage : 0,1 à 5 °K.min⁻¹

Pression maximale : 10 atm

Vide atteignable : 1.10^{-5} mm Hg

3. CONDITIONS DES DEFORMATIONS DES
BARRES UTILISEES

$$\underline{\epsilon = 84 \% \quad \Psi = 1,83}$$

\emptyset init. = 15 mm \emptyset final: 5,95 en 8 passes:

15 → 12,4 → 10,4 → 9,97 → 9,4 → 8,94 → 7,94 → 6,94 → 5,95

$$\underline{\epsilon = 72 \% \quad \Psi = 1,27}$$

\emptyset init. = 15 mm \emptyset final = 7,94 en 8 passes:

15 → 12,4 → 10,4 → 9,97 → 9,4 → 8,94 → 7,94

$$\underline{\epsilon = 52 \% \quad \Psi = 0,73}$$

\emptyset init. = 15 mm \emptyset final = 10,4 en 2 passes:

15 → 12,4 → 10,4

$$\underline{\epsilon = 26 \% \quad \Psi = 0,30}$$

\emptyset init. = 15 mm \emptyset final = 12,92 en 1 passe

$$\underline{\epsilon = 14 \% \quad \Psi = 0,15}$$

\emptyset init. = 15 mm \emptyset final = 13,92 en 1 passe

T init. = T amb T final = 60 °C (touchable à la main)