

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCE
DEPARTEMENT PHYSIQUE
N° :



DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIERE
FILIERE : PHYSIQUE
OPTION : SCIENCE DES MATERIAUX

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Par: MERZOUGUI Malika

Intitulé

**Contribution à l'étude de la texture
cristallographique et de l'énergie stockée après
hyper déformation de l'alliage Fe-36%Ni (% en
poids)**

Soutenu le / /2017 devant le jury composé de:

Pr. SAHNOUNE Foudil	Université de M'sila	Président
Dr. AZZEDDINE Hiba	Université de M'sila	Rapporteur
Dr. HERAIZ Manad	Université de M'sila	Examineur

Année universitaire : 2016/2017

Remerciements

*Ce travail de mémoire a été réalisé au sein du département de physique de l'université de M'sila sous la direction du Docteur **Azzeddine Hiba**, Maitre de conférence à l'université de M'sila, pour m'avoir suivi durant mon travail de mémoire, pour ses conseils précieux et la compétence de son encadrement.*

*C'est un honneur pour moi que le professeur **Sahnoune Foudil** de université de M'sila ait accepté de présider le jury.*

*Je remercie vivement le Docteur **Heraiz Maned**, Maitre de conférence à l'université de M'sila, d'avoir répondu positivement à la demande de juger ce travail.*

*Ce travail n'aurait pas pu être réalisé sans l'aide de Docteur **Tirsatine Kamel** membre de l'équipe « Transformation de phases, Microstrucutre et texture » à USTHB.*

*Mes remerciements s'adressent également au Professeur **Bradai Djamel** chef d'équipe « Transformation de phases, Microstrucutre et texture » pour toute sa sympathie et son encouragement.*

*Je remercie très fort **Hanna Abdelkader** et **Djemli Amar** étudiants en Doctorat pour leur soutien et encouragement. Je leur souhaite beaucoup de bonheur et de réussite.*

إهداء:

الحمد لله الذي وفقنا لهذا ولم نكن لنصل إليه لو لا فضل الله علينا أما بعد
فإلى من نزلت في حقهم الآيتين الكريمتين في قوله تعالى
أهدي هذا العمل المتواضع أمي و أبي العزيزين حفظهما الله لي
اللذان سهرنا وتعبا على تعليمي في إتمام هذا العمل من قريب أو من بعيد
وإلى أفراد أسرتي ، سندي في الدنيا ولا أحصي لهم فضل
إلى كل أقاربي
إلى كل الأصدقاء و الأحاب من دون استثناء
إلى أساتذتي الكرام و كل رفقاء الدراسة
وفي الأخير أرجوا من الله تعالى أن يجعل عملي هذا نفعاً يستفيد منه جميع الطلبة
المتريصين المقبلين على التخرّج.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Notions fondamentales sur les mécanismes de déformation plastique, énergie stockée et texture cristallographique dans les matériaux à structure C.F.C.	
Partie A : Déformation plastique et énergie stockée dans les matériaux à structure C.F.C.	
Introduction	3
I.A.1 Dislocations et mécanismes associés	3
I.A.1.a. Systèmes de glissement	4
I.A.1.b. Maclage	4
I.A.2. Techniques de déformation plastique	6
I.A.2.a. Déformation plastique conventionnelle	6
I.A.2.a.1. Laminage	6
I.A.2.b. Déformation plastique sévère	7
I.A.2.b.1. Laminage accumulé (ARB).....	7
I.A.3. Evolution microstructurales des alliages lors de la déformation	8
I.A.4. Energie stockée	10
Partie B : Texture cristallographique dans les matériaux à structure C.F.C	
I.B.1. Définition de la texture cristallographique	13
I.B.2. Représentation de l'orientation cristallographique des cristallites.....	13
I.B.2.a. Représentation à l'aide des angles d'Euler	14
I.B.2.b. Représentation à l'aide des indices de Miller	15
I.B.2.c. Représentation des orientations par les figures de pôles.....	16
I.B.3. Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC)	17
Chapitre II: Techniques expérimentales	
II.1. Matériau étudié.....	20
II.2. Déformation plastique	20
II.3. Mesure de la texture par diffraction des Neutrons	21
II.4. Calcul de l'énergie stockée des composantes de texture	22
Chapitre III : Résultats et discussions	
Partie A : Evolution de la texture après hyper déformation par laminage accumulé croisé (CARB)	
III.A.1. Evolution de la texture obtenue par diffraction des Neutrons.....	25

III.A.2. Etude comparative entre la mesure de la texture par rayons X et par neutrons 30

**Partie B : Evolution de l'énergie stockée après hyper déformation par laminage
accumulé croisé (CARB)**

Conclusion..... 33

Références 36

Introduction générale

L'alliage Fe-36%Ni (% en pds.) est largement utilisé dans diverses applications tels que les lames bimétalliques, les réservoirs de gaz naturel liquéfié et dans la fabrication des instruments de précision. Cet alliage est caractérisé par un faible coefficient de dilatation thermique [1] et une absence de fragilité aux basses températures et aussi par une bonne aptitude à la déformation et au soudage.

La texture cristallographique ou orientations préférentielles des grains joue un rôle important et conditionne de nombreuses propriétés intrinsèques du matériau polycristallin. Généralement, la texture se développe durant la mise en forme des matériaux, et elle dépend fortement des traitements mécaniques (déformation ou hyper déformation plastique).

En effet, lors de la déformation plastique d'un matériau, une certaine quantité de l'énergie introduite (1 à 10%) est emmagasinée dans la microstructure déformée, principalement sous forme de dislocations. Cette énergie joue un rôle primordial dans les mécanismes de recristallisation.

Cependant, l'énergie stockée dépend fortement de l'orientation cristallographique: les grains avec différentes orientations stockent une quantité d'énergie différente pendant la déformation plastique.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'évolution de la texture déformation ainsi que l'énergie stockée des composantes de texture de l'alliage Fe-36%Ni hyper déformé par laminage accumulé croisé (CARB) jusqu'à 4 cycles en utilisant la diffraction de neutrons.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres :

Dans le premier chapitre, nous présentons un bref aperçu sur les déformations plastiques sévères, l'énergie stockée et la texture cristallographique.

Le second chapitre comporte les techniques expérimentales employées lors de cette étude.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux et à leurs discussions. Nous donnons en premier lieu les résultats de l'évolution de la texture cristallographique obtenue par diffraction des neutrons. En second lieu, nous montrons l'évolution de l'énergie stockée en fonction du nombre de CARB cycles.

En fin une conclusion des principaux résultats.

Chapitre I

**Notions fondamentales sur les
mécanismes de déformation plastique,
énergie stockée et texture
cristallographique dans les matériaux à
structure C.F.C.**

Partie A : Déformation plastique et énergie stockée dans les matériaux à structure C.F.C.

Introduction

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maillage mécanique.

I.A.1. Dislocations et mécanismes associés

La déformation plastique des corps cristallins peut se produire grâce aux mouvements des dislocations. Ces derniers sont perturbations unidimensionnelles de l'arrangement des atomes permettent le glissement de plans cristallins : à l'image d'un tapis qu'on déplace par création puis propagation d'un pli (**Figure I.1**) [2].

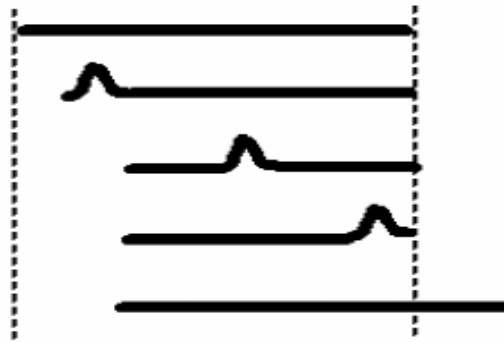


Figure I.1 : Propagation d'un pli le long d'un tapis, analogue au mouvement d'une dislocation.

La déformation élémentaire propagée lors du déplacement d'une dislocation peut être représentée par un vecteur b appelé vecteur de Burgers. On dit que la dislocation est coin (**Figure I.2a**) si le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation, qu'elle est vis (**Figure I.2b**) s'il est parallèle et qu'elle est mixte dans les autres cas.

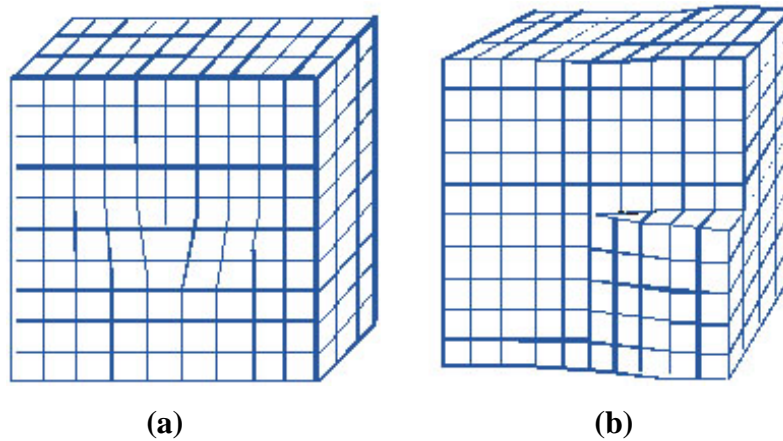


Figure I.2 : Représentation schématique d'une dislocation : (a) coin et (b) vis.

La contrainte macroscopique nécessaire pour amorcer le mouvement général des dislocations est la limite d'élasticité. Cependant, le déplacement d'une dislocation dépend directement de la contrainte locale (résultat de la contrainte externe appliquée et des contraintes internes dues aux autres défauts du matériau) ainsi que de l'agitation thermique.

I.A.1.a. Systèmes de glissement

Des analyses microscopiques d'échantillons déformés montrent que les glissements de dislocations se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses[2]. Le **tableau I.1**, ci-dessous, présente les différentes familles des systèmes de glissement opérant dans les structures cubique à faces centrées, cubique centré et hexagonal compact.

Tableau I.1. Principaux systèmes de glissement observés.

Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement
cubique à faces centrées (c.f.c.)	{111}	$\langle 110 \rangle$
cubique centré (c.c.)	{110}, {112}, {123}	$\langle 111 \rangle$
hexagonal compact (h.c.)	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$

I.A.1.b. Maclage

Parfois, les matériaux cristallins réagissent au cisaillement auquel ils sont soumis par un mécanisme particulier, différent du glissement des dislocations : le maclage est l'opération

qui amène une partie du cristal à être cisailée entre deux plans (qui vont former les interfaces avec la partie non déformée, **Figure I.3**).

Le glissement et le maclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, mais alors que le glissement produit des déplacements qui sont des multiples entiers de la distance interatomique, lors du maclage, les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique. De plus, ce déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région maclée par rapport au reste du cristal. Toutefois, les mécanismes de maclage peuvent aussi s'interpréter à partir du mouvement des dislocations, en considérant le déplacement de dislocations partielles. En changeant localement l'orientation du cristal, le maclage est susceptible d'autoriser l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Par conséquent, l'importance du maclage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte [3]. Le **tableau I.2**, montre les différentes familles de maclages opérant dans les structures cubiques à faces centrées, cubique centré et hexagonal compact.

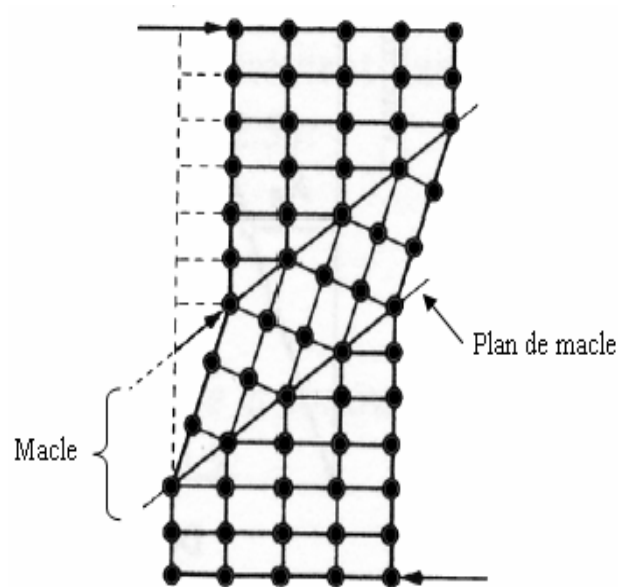


Figure I.3: Représentation schématique d'une macule mécanique.

Tableau I.2: Principaux systèmes de maclage observés.

Structure cristalline	Direction de macule	Plan de macule
cubique à faces centrées (c.f.c.)	$\langle 112 \rangle$	$\{111\}$
cubique centré (c.c.)	$\langle 111 \rangle$	$\{112\}$
hexagonal compact (h.c.)	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$

I.A.2. Technique de déformation plastique

I.A.2.a. Déformation plastique conventionnelle

L'attribution d'une forme à un matériau par une déformation plastique s'effectue par différents procédés permettant chacun d'obtenir des formes géométriques contrôlées et l'établissement des microstructures assurant des propriétés spécifiques, répondant ainsi aux exigences académiques et industriels.

Parmi les principaux procédés de mise en forme, on cite: le laminage, le filage, l'emboutissage,...etc. Dans ce qui suit nous l'allons présenter seulement le laminage.

I.A.2.a.1. Laminage

La mise en forme par laminage est considérée comme un procédé de base en métallurgie. C'est une déformation plastique qui consiste à réduire l'épaisseur d'un matériau métallique, par compression continue, en le faisant passer plusieurs fois, dans un laminoir constitué de deux ou plusieurs paires de rouleaux métalliques tournant dans des sens opposés (**Figure I.4**), lui conférant ainsi la forme et la taille voulues [4].

Le taux de laminage est un coefficient caractéristique de la variation relative de section d'un produit au cours d'un laminage. Il est défini par l'expression suivante :

$$\tau = \frac{e_f - e_0}{e_0} \quad (I.1)$$

Ou e_0 et e_f sont les épaisseurs initiales et finales du produit. La figure montre cette opération de laminage.

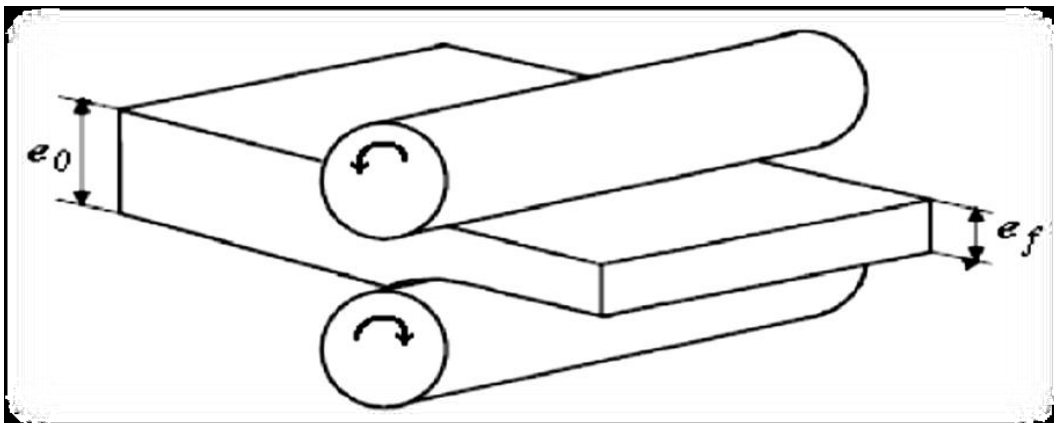


Figure I.4:Schéma de principe du laminage.

Le laminage peut être effectué selon deux modes :

-A chaud, lorsque la température de déformation $T > 0.6T_{\text{fusion}}$: a pour rôle d'améliorer les propriétés mécaniques est essentiellement utilise pour faciliter l'usinage des lingots a grandes épaisseurs initiales [5].

-A froid,lorsque la température de déformation $T < 0.3T_{\text{fusion}}$:afin que le matériau durcit en augmentant sa limite élastique et sa résistance a la rupture [5].

I.A.2.b. Déformation plastique sévère

Les processus de déformation plastique sévère (SPD) ont acquis une grande importance cette dernière décade non seulement pour leur grand potentiel à inflige des déformations significatives aux alliages et matériaux métallique, mais aussi pour leur potentiel dans la production de microstructures à grains ultrafins (submicroniques à nanométriques) et à dureté élevée comparant aux procédés de déformation conventionnelles [6].

La faible taille de grains ainsi que la grande quantité de défauts présents dans ces matériaux leurs confèrent une grande résistance mécanique. L'intérêt que pouvait présenter ces matériaux pour des applications à hautes résistances mécaniques a fait qu'ils ont été particulièrement étudiés ces vingt dernières années Plusieurs nouveaux procédés d'hyper-déformations ont été proposés :

1-Extrusion coudée à aires égales (EqualChannelAngular Extrusion, ECAE) [7].

2-Torsion sous haute pression (High Pressure TorsionHPT) [8].

3- Laminage accumulé (Accumulated Roll Bonding, ARB) [9].

I.A.2.b.1. Laminage accumulé (ARB)

La **figure I.5** illustre le principe de ce processus. Dans ARB, le matériau est découpé en deux morceaux de lames, placé l'une sur l'autre puis laminé à 50% de réduction pour être égal à l'épaisseur initiale. Par conséquent, la déformation réalisée est illimitée dans ce procédé parce qu'on peut répéter ce processus théoriquement sans fin.

Pour réaliser la bonne liaison, la surface des feuilles est traitée par des processus comme dégraissage et wire-brushing. Les feuilles sont alors empilées ensemble. Le roulement à la température élevée est utile pour joindre les feuilles, Néanmoins, il faut bien choisir les conditions et les paramètres du procédé afin d'éviter les processus de restauration et recristallisation dynamique qui diminue la force matérielle.

La déformation équivalente est exprimée en fonction du nombre de cycle de laminage N . Pour une réduction d'épaisseur des feuilles de 50 % lors du laminage, le taux de déformation vaut $\varepsilon_N = 0.8N$.

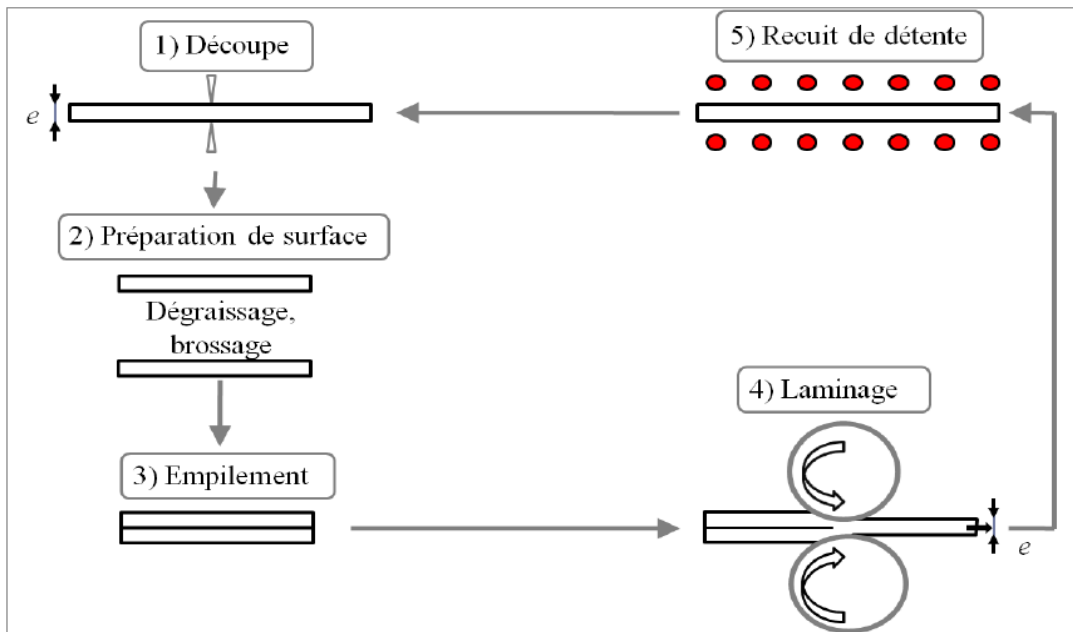


Figure I.5: Protocole d'un cycle de la technique du laminage accumulé (ARB).

I.A.3 Evolution microstructurale des alliages lors de la déformation

La déformation plastique à froid d'un matériau polycristallin entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau. Au début de la déformation plastique les dislocations sont assez mobiles et glissent sur de longues distances. Elles ont néanmoins des problèmes à franchir les joints de grains et les précipités et s'empilent devant ces obstacles.

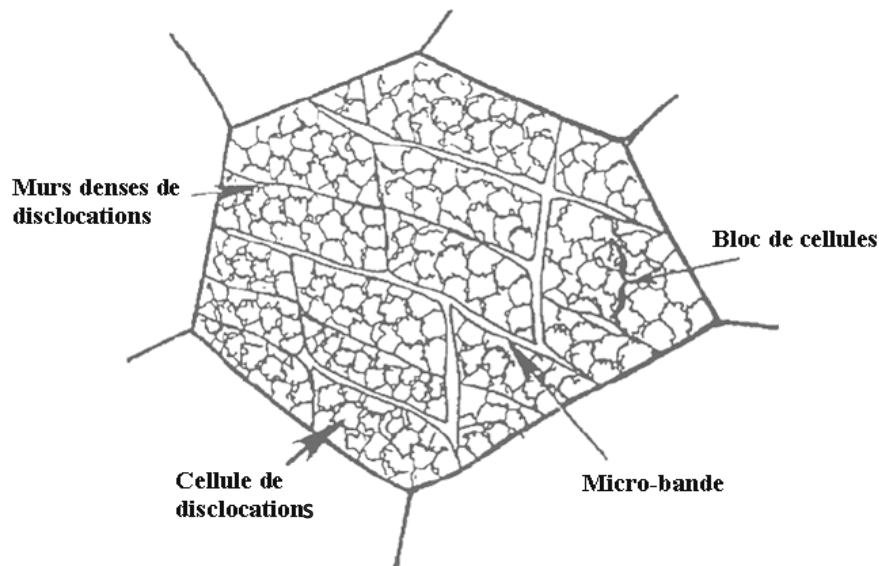


Figure I.6 : Blocs de cellules et murs denses de dislocations [10].

Au fur et mesure le taux de déformation augmente les dislocations commencent à s'arranger en une structure cellulaire (voir **Figure I.6**). A ce stade, les dislocations se concentrent au bord de ces cellules et vont former leurs parois (voir **Figure I.6**). L'intérieur des cellules, par contre, s'appauvrit en dislocations mais reste le seul endroit où les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité. La **Figure I.7** montre la structure cellulaire des dislocations dans le cuivre pur obtenue par microscope électronique à transmission lors d'un essai de fatigue. Vers la fin de ce stade, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints. Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [11] ainsi que par une augmentation progressive de leur désorientation (1 à environ 5°). Les joints des blocs de cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations (Dense Dislocations Walls DDW) [12, 13].

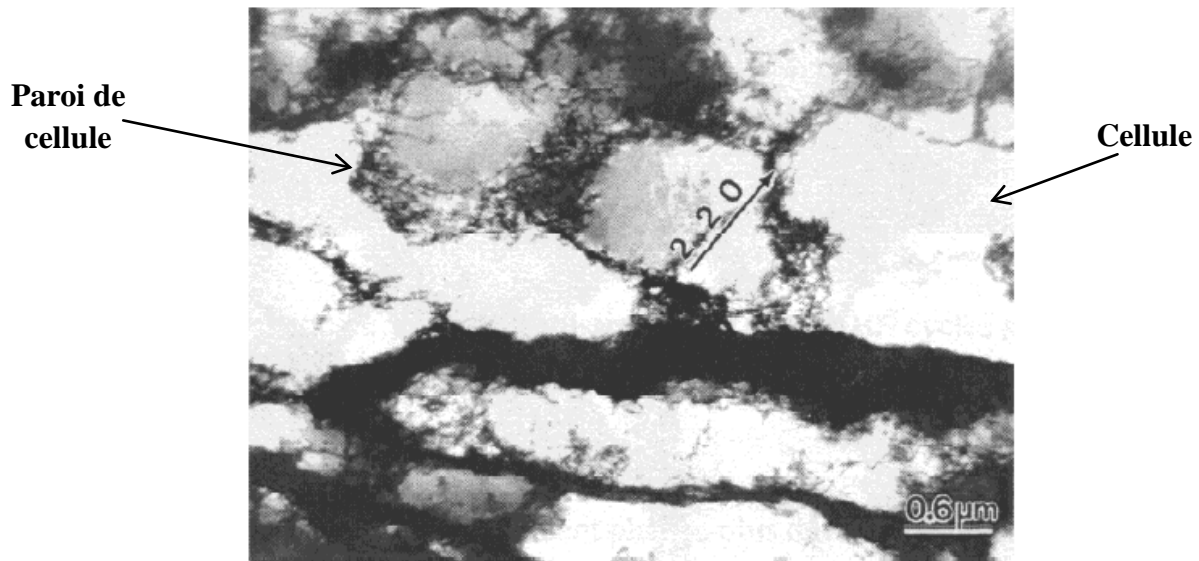


Figure I.7: Structure cellulaire des dislocations dans le Cu écroui par fatigue.

Il est à noter qu'à plus forts taux de déformation, ces DDW se développent en bandes caractéristiques de dislocations, pouvant être des microbandes, des bandes de cisaillement ou encore des bandes de transition (voir **Figure I.6**).

I.A.4. Energie stockée

L'énergie stockée représente la quantité d'énergie mécanique retenue dans le matériau après une déformation plastique. Elle est de l'ordre de 10 % de la force appliquée, le surplus étant évacué sous forme de chaleur durant le processus de déformation [14] L'énergie stockée joue un rôle primordial dans les mécanismes de recristallisation ; en particulier, elle influe considérablement la mobilité des joints de grains lors de recuits thermiques.

Cette quantité d'énergie emmagasinée au sein du matériau varie en fonction d'un certain nombre de facteurs tels que la pureté du matériau, la taille des grains, ainsi que le mode, le taux et la température de déformation. Celle-ci peut varier de façon significative en fonction de la texture globale et plus encore à l'échelle microscopique de l'orientation cristalline des grains comme il a été montré par Etter et al. [15] pour un alliage Fe-53%Ni déformé à froid par laminage (**Figure I.8**). La texture cristallographique est présentée dans la partie B.

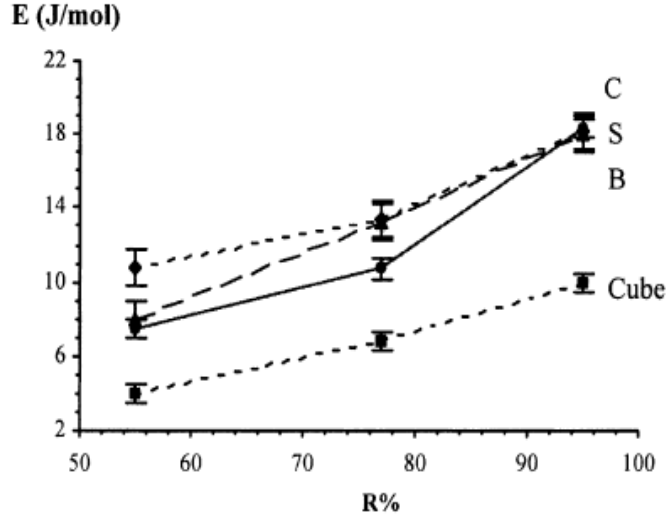


Figure I.8 : Evolution de l'énergie stockée dans les principales composantes de la texture, mesurée par diffraction des neutrons, en fonction du taux de réduction par laminage à froid de l'alliage Fe-53%Ni [15].

L'énergie stockée est principalement issue de l'accumulation et l'organisation des dislocations au cours de la déformation plastique [14]. Compte tenu de l'organisation des dislocations au cours de la déformation cité plus haut, les dislocations peuvent se classer en deux types : les dislocations dans les parois (sous-joints) des sous-structures (cellule ou bloc de cellules) et celles qui ne sont pas dans les parois. L'énergie stockée est approximativement donnée par l'équation suivante [14]:

$$E = E_{dislacatios} + E_{sous-joint} \quad (I.2)$$

Avec :

$$E_{dislacatios} = c \cdot \rho \cdot G \cdot b^2 \quad (I.3)$$

Où ρ est la densité de dislocations, G le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, c une constante sans dimension de l'ordre de 0.5.

$$E_{sous-joint} = \alpha \gamma_s / R \quad (I.4)$$

Où R est le rayon des sous-grains, α un facteur géométrique et γ_s l'énergie des sous-joints. Cette dernière est directement liée à la désorientation θ entre les sous-grains par l'équation de Read-Shockley [16] :

$$\gamma_s = \gamma_m (\theta / \theta_m) [1 - \ln(\theta / \theta_m)] \quad (I.5)$$

Où γ_m et θ_m sont respectivement l'énergie de joint de grains et la désorientation maximale pour un joint à faible angle ($\theta_m \leq 15^\circ$).

Il est à noter que les deux termes $E_{dislocations}$ et $E_{sous-joint}$ sont des énergies intragranulaires. Il existe également un autre terme $E_{intergranulaire}$ qui représente l'énergie intergranulaire. Cette dernière est liée aux hétérogénéités de déformation plastique entre les grains. Finalement, l'expression de l'énergie stockée totale contient trois termes. Mais, comme l'énergie intergranulaire est faible par rapport à l'énergie intragranulaire, le troisième terme est souvent négligé dans les études sur la recristallisation.

La détermination de l'énergie stockée est très importante pour comprendre les mécanismes de recristallisation. Il existe deux méthodes pour la mesure de cette énergie : une méthode directe et l'autre indirecte. La première méthode directe, et certainement la plus simple à mettre en œuvre, est la calorimétrie différentielle à balayage DSC (Differential Scanning Calorimetry). Cette méthode permet de donner une estimation globale de l'énergie stockée. La deuxième méthode indirecte utilise les mesures d'élargissement des pics de diffraction de rayons X ou neutrons et permet d'accéder à l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique des grains.

Partie B : Texture cristallographique dans les matériaux à structure C.F.C.

I.B.1. Définition de la texture cristallographique

Un matériau présente une anisotropie cristallographique ou texture lorsque les cristallites ne sont pas orientées au hasard, mais possèdent une ou plusieurs orientations préférentielles. La texture cristallographique, qui représente la statistique d'orientations des grains, est un paramètre microstructural déterminant pour les propriétés mécaniques et physiques des alliages métalliques par l'anisotropie cristalline (dépendance des propriétés avec la direction cristallographique). La texture prend naissance au cours de la solidification. Ensuite, elle se transforme lors d'une déformation en texture de déformation puis en texture de recristallisation et de revenu lors des recuits. Il s'agit donc de comprendre les mécanismes de filiation entre ces différentes textures pour pouvoir les modifier éventuellement.

I.B.2. Représentation de l'orientation cristallographique des cristallites

La caractérisation de la texture consiste à définir l'orientation g des cristallites définie par rapport à un référentiel lié à l'échantillon. Ce dernier est déterminé en fonction de la géométrie et de l'historique mécanique de l'échantillon. Par convention dans le cas d'une tôle laminée (voir **Figure I.9**), il est défini par les trois directions suivantes :

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

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

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

Le référentiel lié au cristallite (Oxyz) est déterminé en fonction de la symétrie cristallographique (voir **Figure I.9**). Dans le cas d'un cristallite de symétrie cubique, son trièdre de référence Oxyz dont les axes sont parallèles aux axes de type $\langle 100 \rangle$ du métal, soit : Ox// [100]; Oy// [010] et Oz // [001].

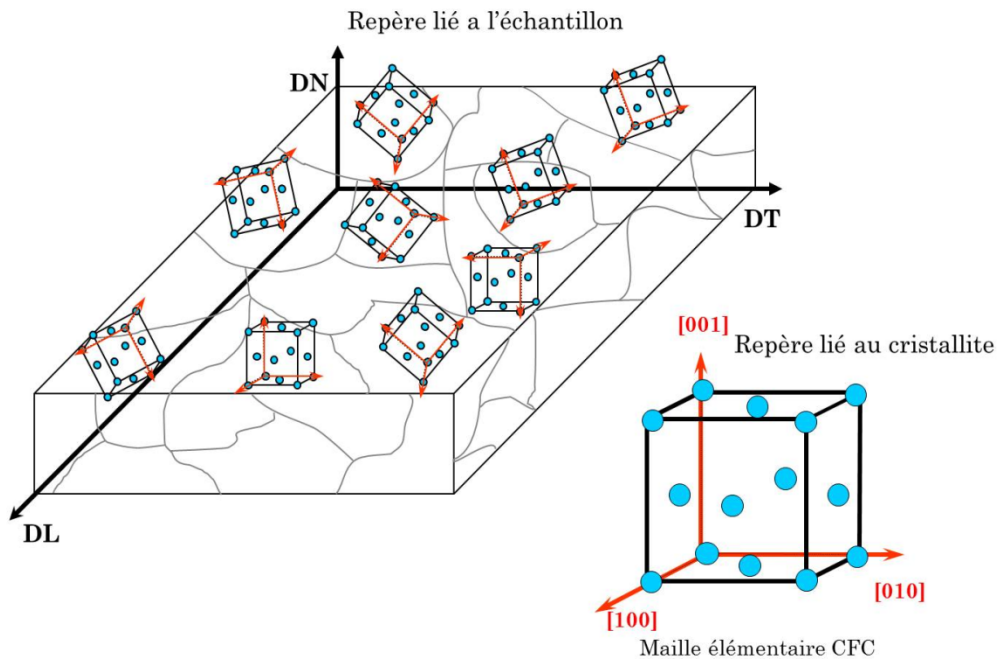


Figure I.9 : Définition des repères liés à l'échantillon et au cristallite dans le cas d'une structure cubique.

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

I.B.2.a.Représentation à l'aide des angles d'Euler

Dans notre étude, nous caractérisons l'orientation du réseau en utilisant les angles d'Euler qui sont spécifiquement mentionnés par Bunge, qui est la description la plus fréquemment utilisée dans la texture.

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

Figure I.10:

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

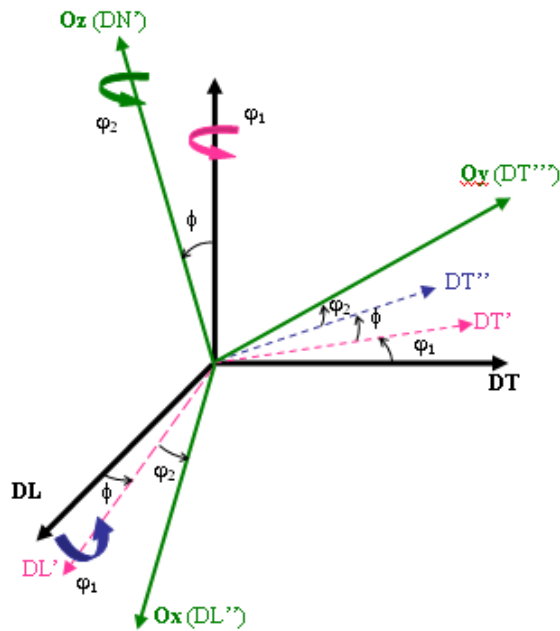


Figure I.10 :Représentation schématique des rotations d'Euler.

Une orientation cristalline exprimée en termes d'angles d'Euler peut être représentée sans ambiguïté par un point dans un système tridimensionnel de coordonnées cartésiennes ; l'espace ainsi défini est appelé espace d'Euler (ou espace des orientations), dont les axes sont donnés par les trois angles d'Euler comme la montre la **Figure I.11** suivante :

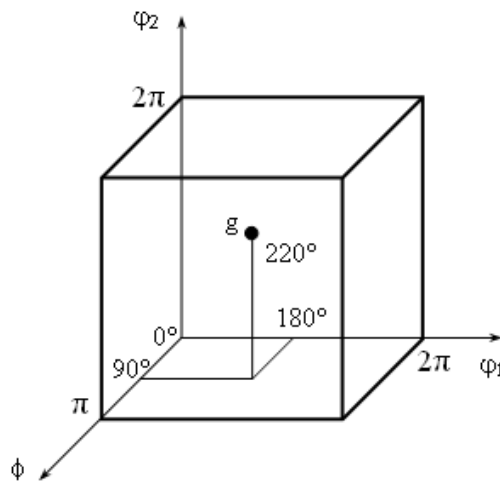


Figure I.11 : Représentation schématique de l'orientation $g(180^\circ, 90^\circ, 220^\circ)$ dans l'espace d'Euler.

I.B.2.b.Représentation à l'aide des indices de Miller

En cristallographie, on représente souvent une composante de texture présente dans le matériau par son plan et sa direction cristallographique respectivement parallèles à un plan et à une direction caractéristiques de l'échantillon :

- la texture des tôles est souvent décrite par des orientations idéales

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

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

- la texture des fils est donnée par les familles d'orientations $\langle hkl \rangle // DN$ (texture de fibre), car une direction cristallographique $\langle hkl \rangle$ a dans chaque grain tendance à s'aligner avec l'axe du fil. Nous rappelons que pour un cristal de structure cubique de paramètre de maille "a", les directions $\langle hkl \rangle$ représentent l'ensemble des directions perpendiculaires aux plans réticulaires $\{hkl\}$ parallèles et équidistants.

I.B.2.c.Représentation des orientations par les figures de pôles

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

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

Un exemple des figures de pôles (111) issues des mesures de textures par diffraction des rayons X des métaux cfc laminés à froid 96 % est présenté dans la Figure I.4. Une figure de pôles comporte des lignes de niveaux qui relient les points possédant une même intensité (iso-intensité), c'est-à-dire les orientations suivant lesquelles la densité des plans (hkl) est identique.

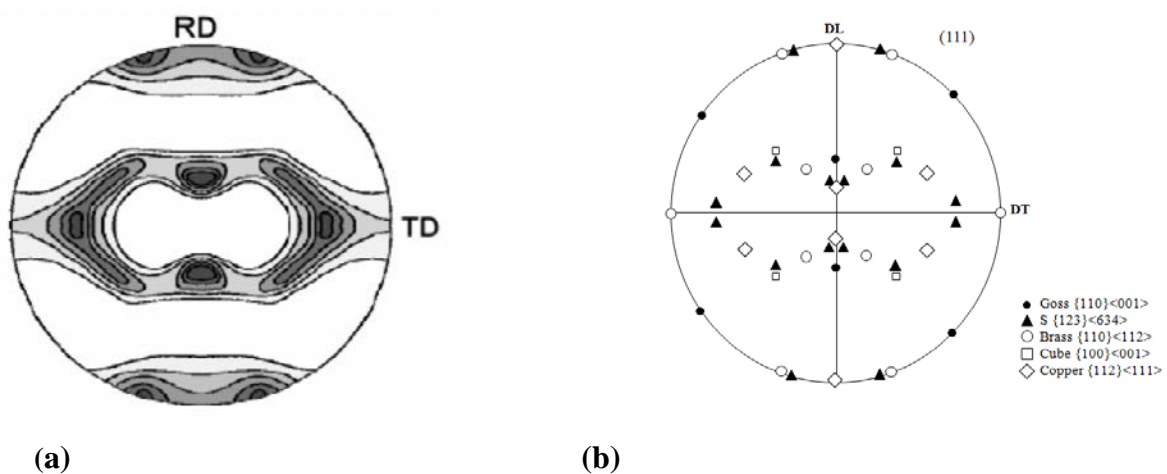


Figure I.12: (a)Figures de pôles (111) issues des mesures de textures par diffraction des rayons X des métauxcfc laminés à froid 96 % et (b)positions des différents composants de texture observée dans les matériaux c.f.c.

Les orientations cristallographiques les plus importantes dans la texture des matériaux et alliages c.f.c sont montrées à travers la figure de pole (111) et leurs symboles et leurs angles d'Euler sont regroupés dans le **Tableau I.3**.

En général, il existe deux types de texture dans les matériaux et alliages de symétrie c.f.c. ayant été déformés pas laminage ; la texture de type *laiton*[17] et la texture de type *cuivre*[18]. Ces textures sont nommées d'après le métal et l'alliage dans lesquels elles ont été observées pour la première fois.

La texture de type laiton est caractérisée par la présence des orientations proches des composantes idéales : Brass {110}<122>, S {623}<634> et la Goss {110}<001>. Cette texture se développe principalement dans l'argent[19] et dans les alliages comme le laiton[17].

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

Tableau I.3: composant des textures observées dans les métaux CFC laminés.

Composante de texture	{hkl}<uvw>	Angle d'Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2)
S ▲	{123}<634>	(59, 29, 63)
Cube □	{001}<100>	(0, 0, 0)
Copper ◇	{112}<111̄>	(90, 35, 45)
Goss ●	{011}<100>	(0, 43, 0)
Brass ○	{011}<112>	(35, 45, 0)

I.B.3. Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC)

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

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

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

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

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

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

La FDOC donne une description quantitative et complète de la texture. Elle n'est pas mesurée directement par l'expérience, mais elle doit être calculée à partir des figures de pôles expérimentales.

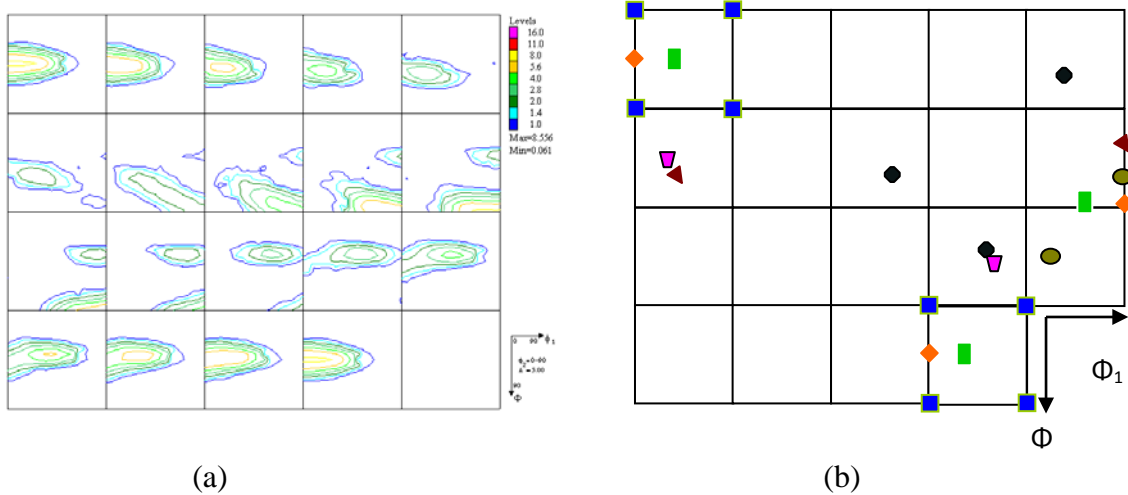


Figure I.13 :(a) ODF complètes de l'alliage Cu-15Ni-8Sn (% en poids) après déformation à froid par laminage avec un taux de réduction de 70% et (b) Positions dans l'espace d'Euler des orientations idéales considérées (coupes à φ_2 constante) comme suit :

- $\{110\}\langle 1-12\rangle$ B, ◆ $\{110\}\langle 001\rangle$ G, ● $\{213\}\langle -3-64\rangle$ S, ▲ $\{112\}\langle 11-1\rangle$ C
- $\{525\}\langle 1-51\rangle$ Rot C, ■ $\{100\}\langle 001\rangle$ Cube, ▼ $\{122\}\langle 2-21\rangle$ Twin cube

Chapitre II

Techniques expérimentales

II. 1. Matériau étudié

L'alliage Fe-36%Ni connu sous le nom industriel « *Invar* » a été gracieusement fourni par la société française « APERAM alloys ». Le Tableau II.1 donne la composition chimique de l'alliage (% en poids).

Tableau II.1 : Composition chimique de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.)

Ni	Si	Mn	autre	Fe
36.05	0.11	0.32	<0.25	Balance

II.2. Déformation plastique

L'alliage Fe-36%Ni a subi une hyper déformation par laminage accumulé croisé (Cross Accumulated Roll Bonding, CRARB). C'est une nouvelle technique introduit par Kaneko et al. [20] inspiré de la technique ARB cité dans le chapitre I. La seule différence entre les deux techniques est qu'entre chaque CARB cycle la plaque est tournée de 90° dans le sens inverse des aiguilles d'une montre (CCW) autour de la direction normale (voir **Figure II.1**).

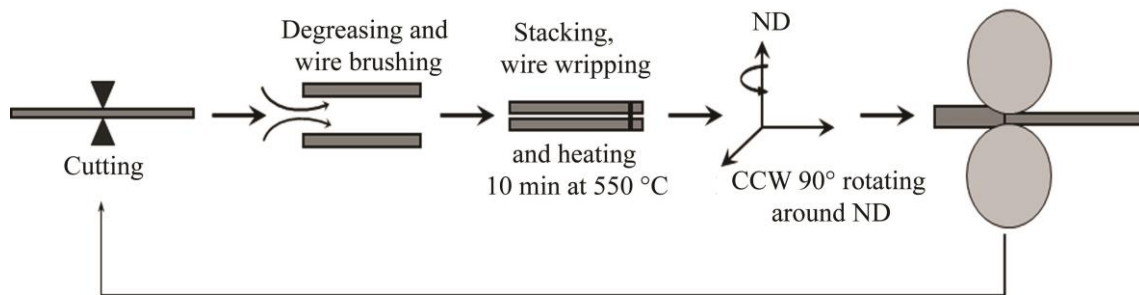


Figure II.1 : Protocole d'un cycle de la technique du laminage accumulé croisé (CARB).

Comme illustré dans la Figure II.1, au début de l'expérience, l'échantillon est chauffé à 550 °C pendant 10 minutes puis laminé à 50% de réduction d'épaisseur. Un CARB cycle consiste à découper l'échantillon en deux morceaux et leurs surfaces sont dégraissées avec de l'acétone et brossées électriquement afin de créer une surface rugueuse pour faciliter le collage. Par la suite, ils sont chauffés à 550 °C pendant 10 min et laminé jusqu'à 50 % de réduction d'épaisseur (obtention du 1^{er} cycle). Avant de faire passer l'échantillon au laminoir, il est tourné de 90° autour de la direction normale. Cette procédure a été répétée 4 fois, ce qui

nous donne 4 CARB cycles. Plus de détaille sont présentés dans la thèse de Doctorat de Kamel Tirsatine [21]. Le protocole de laminage est montré dans le tableau II.2.

Le nombre de couche obtenue pour chaque cycle peut être calculé en utilisant la formule suivante :

$$N = 2^n \quad (\text{II.1})$$

ou n est le nombre de cycle.

La réduction d'épaisseur pour chaque cycle est donnée par l'équation :

$$r = 1 - \frac{1}{2^n} \quad (\text{II.2})$$

Tableau II.2 : Protocole de laminage durant le processus CARB.

Nombre de cycle	1	2	3	4
Nombre de couche	2	4	8	16
Réduction total (%)	50	75	87.5	93.8

II.3. Mesure de la texture par diffraction des Neutrons

Des séries d'échantillons de 1 cm^3 de volume, comme montrer dans la **Figure II.2**, ont été préparés après hyper déformation afin de réaliser des mesures de texture.



Figure II.2 : Blocs d'échantillons empilés 1 cm^3 pour la diffraction de neutrons.

La texture a été déterminée par la mesure des figures de pôles complète sur le diffractomètre à quatre cercles "6T1" au laboratoire Léon Brillouin, (CEA, Saclay, France). Le diffractomètre est équipé d'un monochromateur en cuivre $\{111\}$ dont la longueur d'onde est $\lambda=1,159 \text{ \AA}$. La taille maximale du faisceau a pour dimension $2 \times 2 \text{ cm}^2$. Les neutrons diffractés par l'échantillon sont recueillis par un compteur à hélium (3He).

Une série de trois figures de pôles {111}, {110}, et {100} ont été mesurées pour calculer la fonction de distribution des orientations (ODF) en utilisant le logiciel MTEX [22].

La **Figure II.3** montre comment s'opère une mesure de texture par diffraction de neutrons. Pour déterminer une orientation cristalline l'échantillon subi des rotations autour des deux angles α et β . Ainsi tous les plans réticulaires satisfont la condition de réflexion décrite par la loi de Bragg :

$$\lambda = 2.d.\sin\theta \quad (\text{II.3})$$

Où λ est la longueur d'onde des neutrons, d est la distance interréticulaire et θ est l'angle de diffraction.

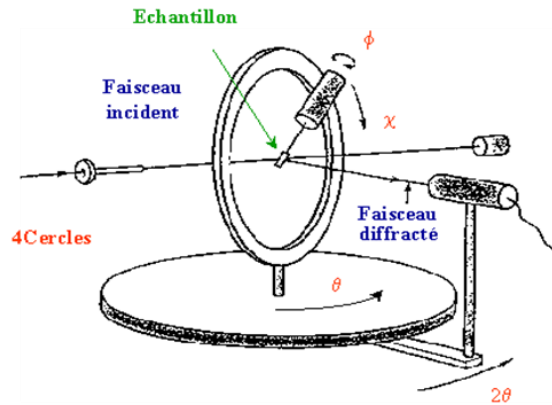


Figure II.3 : Schéma du berceau d'Euler 4-cercles.

II.4. Calcul de l'énergie stockée des composantes de texture

L'énergie stockée est liée à l'élargissement des pics de diffraction mesurés par diffraction des neutrons. L'élargissement du pic est principalement dû à la modification locale de la distance inter-réticulaire. Cette modification peut être liée aux dislocations et à la distribution hétérogène des éléments chimiques dans le matériau. Ainsi, l'élargissement permet directement la mesure de la déformation élastique dans réseau cristallin, ce qui conduit à la mesure de l'énergie stockée.

Les mesures de l'énergie stockée des orientations cristallographiques g ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) ont été effectuées sur le quart des figures de pôles en raison de la symétrie orthorhombique comme illustré à **Figure II.4**. De nombreux balayages ont été réalisés dans chaque quart de figure de pôle pour obtenir l'énergie stockée pour un grand nombre d'orientations et en particulier pour plus de précision.

Les scans $(\theta-2\theta)$ ont été mesurés pour des différentes valeurs de (α, β) sur chaque quart de figure de pôle [(111), (110) et (100)] en utilisant une grille de $5 \times 5^\circ$ et elles sont complétées par des positions où l'intensité diffractée est significative.

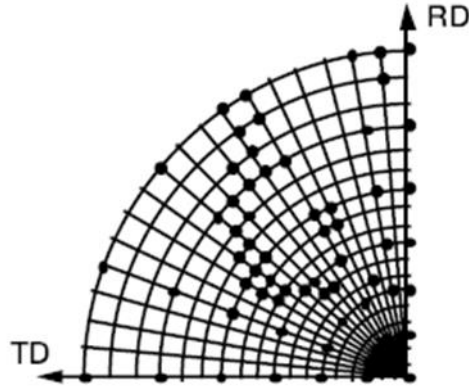


Figure II.4 : mesure de figures de pôles d'élargissement de pics de diffraction.

L'élargissement des pics est obtenu à partir du calcul de leur largeur intégrale normalisée $b_m(s)$ donné par l'équation:

$$b_m^2(s) = \frac{1}{D^2} + 2\pi \langle \varepsilon \rangle s^2 \quad (\text{II.4})$$

ou D est la taille des domaines diffractant et ε est de la microdéformation et s est le vecteur de diffraction qui est égal à $\frac{2 \sin \theta}{\lambda}$.

En supposant que pour une déformation donnée, le terme de microdéformation $\langle \varepsilon^2 \rangle$ reste constant pour la même famille de plans et que D est constant quelle que soit la famille de plans $\{hkl\}$, la taille moyenne du domaine diffractant s'en déduit facilement à partir de deux ordres successifs d'une même famille de plans, comme $\{111\}$ et $\{222\}$ pour les matériaux c.f.c.

Pour une orientation cristallographique j diffractée dans une position (α, β) l'énergie stockée $E_j(\alpha, \beta)$ est donné par l'équation suivante pour chaque position dans la figure de pôle [23] :

$$E_j(\alpha, \beta) = \frac{3}{2} \frac{y_{hkl}}{(1+2v_{hkl}^2)} \langle \varepsilon^2 \rangle j(\alpha, \beta) \quad (\text{II.5})$$

y_{hkl} et v_{hkl} sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson pour le plan $\{hkl\}$.

Chapitre III

Résultats et discussions

Partie A : Evolution de la texture après hyper déformation par laminage accumulé croisé (CARB)

III.A.1. Evolution de la texture obtenue par diffraction des Neutrons

La **Figure III.1** montre les sections en $\varphi_2=0^\circ$, 45° et 65° de la FDOC (pour Fonction de Distribution des Orientations Cristallines) de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.) à l'état initial. La texture obtenue est typiquement une texture de recristallisation dans les matériaux CFC [14], où la composante Cube $\{001\}\langle 100\rangle$ est dominante (8.6 mrd). Néanmoins, une faible intensité (2.3 mrd) de l'orientation $(45^\circ, 72^\circ, 45^\circ) \{221\}\langle 1\bar{2}2\rangle$ peut être remarquée dans les sections en $\varphi_2=45^\circ$ et 65° . Cette dernière composante est associée à la composante Cube comme déjà observé dans le même alliage par Julliard [24]. Elles sont reliées par une relation de rotation de 60° autour de l'axe $[111]$. $60^\circ \langle 111\rangle$ c'est une macle connu aussi sous le nom de $\Sigma 3$ est largement rapportée dans la littérature après un laminage classique et recuit des matériaux c.f.c [25].

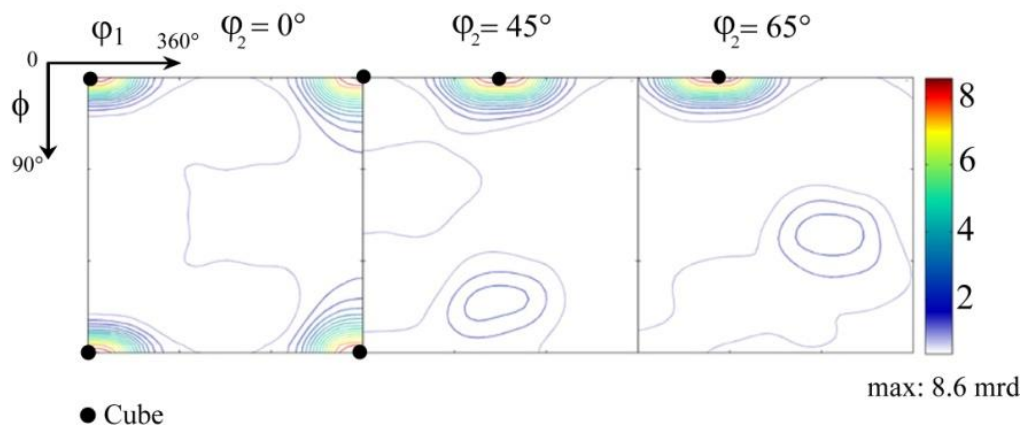


Figure III.1 : Section en $\varphi_2=0^\circ$, 45° , 65° de la FDOC de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.) à l'état initial.

La **Figure III.2** montre les sections en $\varphi_2=0^\circ$, 45° et 65° des FDOC de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds) après hyper-déformation par CARB de 1 jusqu'à 4 cycles. Les positions idéales des différentes composantes de texture généralement observées dans les matériaux CFC sont aussi représentées dans la même figure. Après seulement 1 cycle, les composantes de la texture de déformation Brass, Copper, et S se sont développées à côté des composantes Cube et R-Cube. Il est intéressant de noter que la R-Cube est une composante de cisaillement et elle a été observée dans la texture mesurée en surface des échantillons [26, 27]. Il est bien connu que la composante R-Cube provient principalement des cisaillements qui se produisent

sur la surface des échantillons dues au contact et le frottement entre l'échantillon et les rouleaux du laminoir. Dans le second cycle (**Figure III.2.b**) ou l'échantillon a été tourné 90° autour de DN (direction normale), on peut remarquer que la composante Goss a disparu et une fibre continue a été formé entre la Cube et la R-Cube ($\varphi_1 = 0-90^\circ$, $\Phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$). Une nouvelle fibre ($\varphi_1 = 45^\circ$, $\Phi = 0-90^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$) se développe après le 3^{ème} cycle et reste présente après le 4^{ème} cycle. Il est à remarquer que l'intensité de la composante Copper et S augmente considérablement après le 4^{ème} cycle. La domination de la composante Copper et S permet le développement d'une texture type Copper [28].

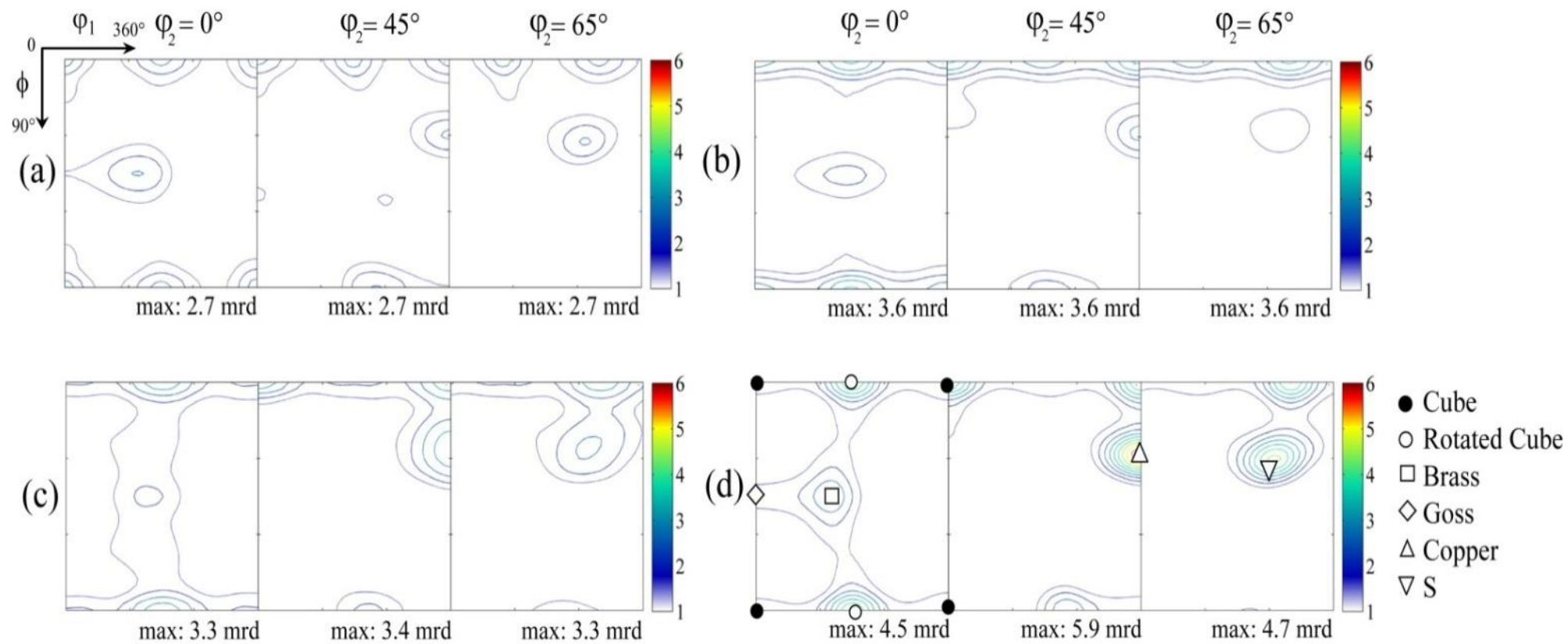


Figure III.2 : Sections en $\varphi_2=0^\circ, 45^\circ, 65^\circ$ des FDOC de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.) après hyper-déformation par CRARB : a) 1 cycle, b) 2 cycles, c) 3 cycles et d) 4 cycles. Texture obtenue par diffraction des Neutrons.

L'évolution de la texture de déformation peut être mieux visualisée à travers la représentation des fibres durant l'hyper déformation CARB .La Figure **III.3** présente les densités des orientations le long des fibres α , β , θ et M de l'alliage Fe-36%Ni (en pds.) après l'hyper déformation par CARB jusqu'à 4 cycles. Avant d'analyser leur évolution, nous allons définir ces différentes fibres fréquemment observées dans les matériaux de structure CFC :

- La fibre α ($\varphi_1 = 0-90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$) passe de la composante Goss vers la composante Brass.
- La fibre β contient la Copper, Brass et la S ($\varphi_1 = 90-35^\circ$, $\Phi = 35-45^\circ$, $\varphi_2 = 45-90^\circ$).
- La fibre θ va de la Cube vers la R-Cube, ces coordonnées sont ($\varphi_1 = 0-90^\circ$, $\Phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$).
- La fibre M passe de la composante R-Cube vers la composante Brass donc ($\varphi_1 = 45^\circ$, $\Phi = 0-90^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$).

L'évolution de la fibre α (**1** en l'orientation Brass après déformation [26]). La variation de la fibre β en fonction du nombre cycle CARB montrée sur la **Figure III.3.b** indique que les composantes de texture dominantes sont la Copper et Brass. Les intensités de ces composantes augmentent entre le **1^{ere}** et **4^{eme}** cycle.

L'évolution de la fibre θ en fonction du nombre de cycle CARB (**Figure III.3.c**) montre que l'intensité de la composante Cube diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. Alors que l'intensité de la composante de cisaillement R-Cube augmente avec le nombre de cycles. La variation de la fibre M en fonction du nombre de CARB cycle est montrée dans la **Figure III.3.d**. On voit clairement que la composante R-Cube est dominante R-Cube et la composante Brass reste stable avec une intensité inférieure à celle de la composante R-Cube.

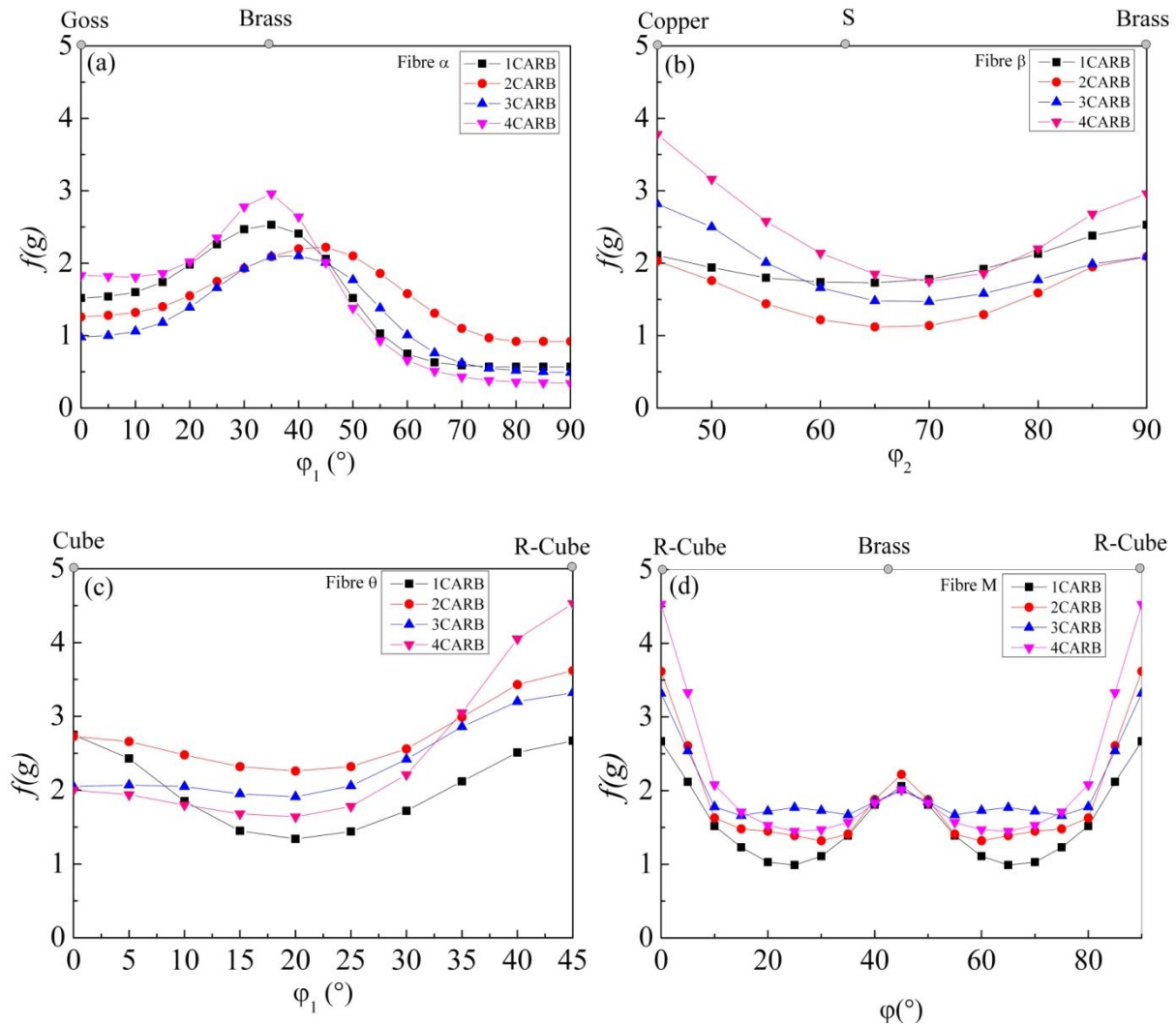


Figure III.3: Développement des fibres durant l’hyper déformation CARB de l’alliage Fe-36%Ni (% en pds) : a) fibre- α , b) fibre- β , c) fibre- θ et d) fibre-M.

La **Figure III.4** présente l’évolution de la fraction volumique des composantes de texture en fonction du nombre de cycles de l’alliage Fe-36%Ni (%. pds). L’évolution de la fraction volumique confirme les précédentes observations tirées des FDOC et des différentes fibres. La fraction volumique de la composante Brass, Copper et S montre que ces composantes sont dominantes. Une analyse profonde montre que toutes trois voient leur intensité baisser entre 1 et 2 cycles et re-augmentent entre 2 et 4 cycles. L’explication de cette évolution dépasse le cadre de ce travail de Master et semble être associée à l’évolution de la microstructure (fragmentations en sous-grains et productions de dislocations). Alors que la fraction volumique de la Cube diminue en fonction du nombre de cycle car elle passe de 3 %

après 1 cycle à 2% après 4 cycles. Par contre, la fraction volumique de la R-cube augmente et vaux 5% après 4 cycles.

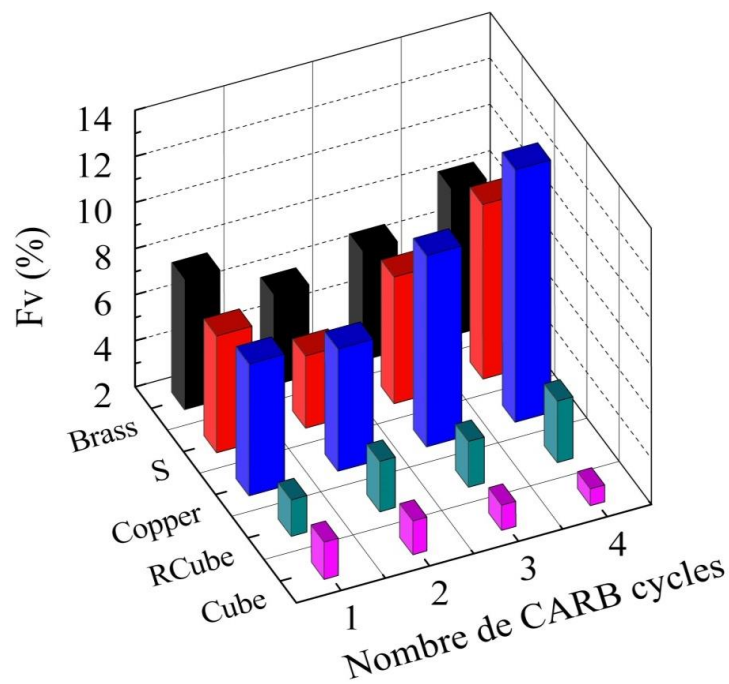


Figure III.4 : Fraction volumique des composantes de la texture en fonction du nombre de cycles de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.).

III.A.2. Etude comparative entre la mesure de la texture par rayons X et par neutrons

La **Figure III.5** montre l'évolution de la texture obtenue par diffraction de rayons X (DRX) en terme de sections $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ et 65° de l'alliage Fe-36%Ni (% en pds.) après hyperdéformation CRARB jusqu'à 6 cycles publié récemment par Azzeddine et al. [27]. Il est visiblement clair que la texture obtenue par diffraction des neutrons est qualitativement différente de celle obtenue par DRX. En effet, comme le montre **la Figure III.5**, la texture obtenue par DRX semble cyclique. Au cours des cycles pair (2, 4 et 6 cycles) la texture est typique des alliages CFC, ou les composantes majoritaires sont respectivement la Copper, la S et la Brass. Alors qu'au cours des cycles impairs (3 et 5 cycles) une nouvelle composante apparait nommée H ($\{012\}\langle 2\bar{2}1\rangle$) à la place de la Brass. Cette évolution cyclique de la texture peut être attribuée à la nature cyclique de la déformation imposée (la rotation de 90° au tour de ND entre chaque cycle). Une autre différence importante est l'apparition de la

composante R-Cube dans la texture obtenue par diffraction des Neutrons (Figure III.2) et non pas dans la texture obtenue par DRX (**Figure III.5**). L'apparition ou non de ces composantes de texture (R-Cube et H) semble être explicables par la nature même, les caractéristiques propres des deux techniques d'analyse par diffraction des rayons X et des neutrons. Les deux techniques sont classées dans le domaine de l'Interaction Rayonnements/ Matière, mais diffèrent fondamentalement par la nature de ces interactions. Le volume d'interaction est aussi très différent aussi bien que la profondeur de pénétration.

Il est connu que les techniques DRX et EBSD sont caractérisées par une faible pénétration dans le matériau étudié des rayons X et des électrons (typiquement de l'ordre de couches entre respectivement 10–100 μm and 50 nm). Ces faibles pénétrations peuvent être utilisées pour estimer la texture de surface ou bien la texture des matériaux ayant de fort gradient à travers l'épaisseur. Dans ce sens, les deux techniques dépendent beaucoup de la préparation et de l'état de surface des échantillons analysés.

Le principal avantage de la diffraction de neutrons par rapport à la diffraction des rayons X pour l'analyse des textures résulte dans le fait que les coefficients d'absorption des neutrons thermiques pour les matériaux étudiés sont en général beaucoup plus faibles que ceux relatifs aux rayonnements X (dans un rapport 10^3 à 10^4), ce qui permet une forte pénétration dans la matière. Cette caractéristique est très intéressante, car elle permet d'analyser des échantillons massifs de quelques centimètres cube, et donc obtenir des résultats statistiquement représentatifs d'un nombre important de grains.

Ceci amène donc à conclure que l'analyse par DRX est une analyse « **locale** » et très réduite dans le volume de l'échantillon alors que l'analyse par diffraction des neutrons est plutôt plus « **globale** ». C'est ce qui explique par exemple le fait que la composante R-cube soit mise en évidence globalement par ND alors que localement elle semble être absente par DRX.

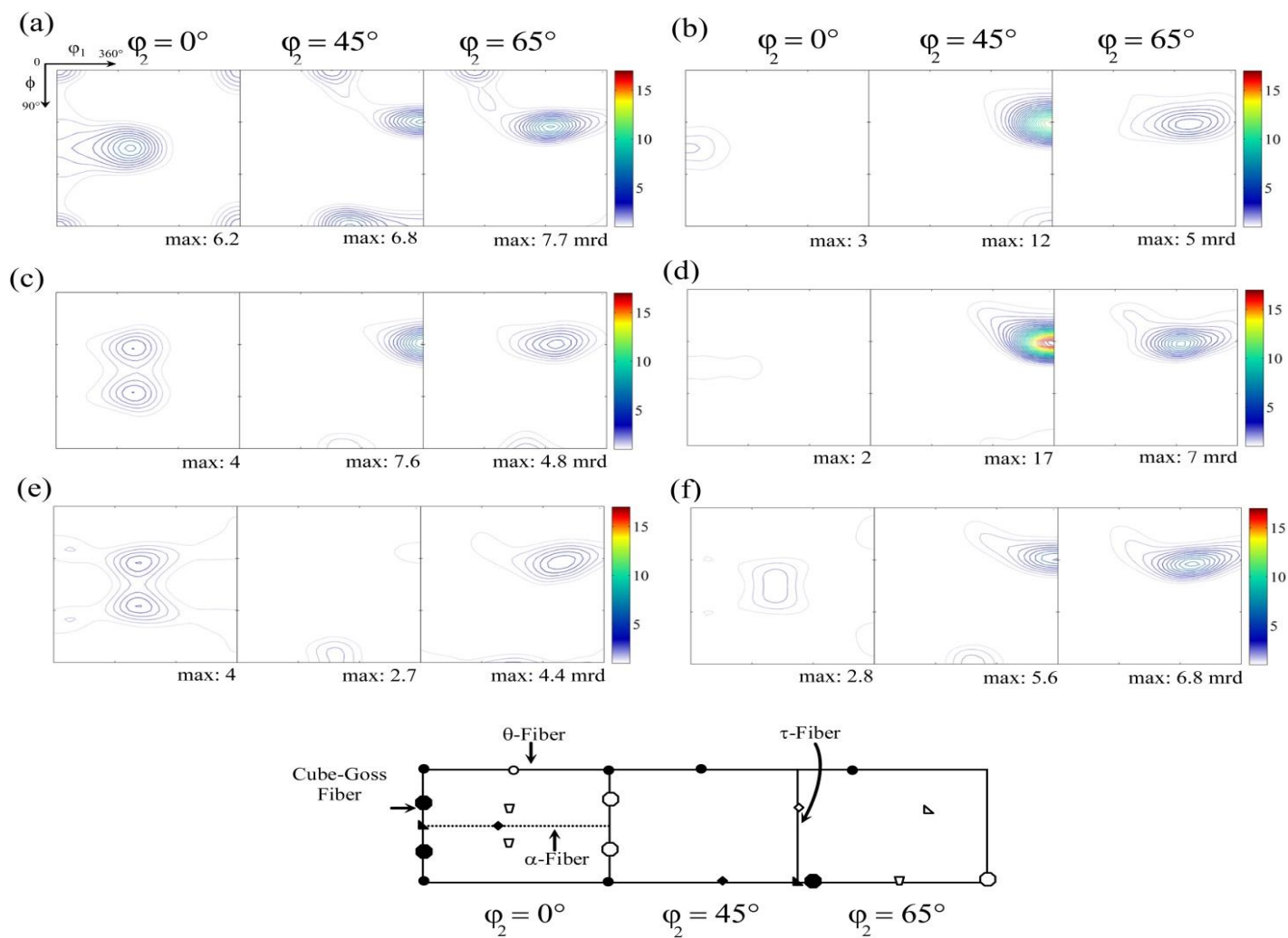


Figure III.5: Texture mesurée par DRX. Sections en $\phi_2 = 0^\circ$, 45° et 65° des FDOC expérimentales à mi- épaisseur de l'alliage Fe-36%Ni après hyper-déformation CRARB à 1^{ère} jusqu'à 6^{ème} cycle [27].

Partie B : Evolution de l'énergie stockée après hyper déformation par laminage accumulé croisé (CARB)

La **Figure III.6** montre l'évolution de l'énergie stockée associée aux composantes de texture R-Cube, Copper, Brass, S et Cube en fonction du nombre de cycles CARB. Selon cette figure, L'énergie stockée des différentes composantes de texture varie comme: $E_S > E_{\text{Copper}} > E_{\text{Brass}} > E_{\text{Cube}} > E_{\text{R-Cube}}$. Il est clairement observé que l'énergie stockée de toutes les composantes de texture suit la même évolution ou elle augmente entre le 1^{er} et le 3^{eme} cycle puis elle diminue après le 4^{eme} cycle. La diminution de la densité de dislocation a été déjà démontrée dans plusieurs matériaux CFC après hyper déformation [29, 30]. Il est bien connu que pendant le premier stade de déformation, la densité de dislocation augmente et une microstructure de cellules, séparées de joints de grains à faible angle de désorientation (LAGB pour Low Angle Grain Boundary), se développe. Au fur à mesure la déformation augmente, cette microstructure de dislocation peut évoluer vers une microstructure dite sous-grain par un processus de restauration dynamique ou de recristallisation partielle [14].

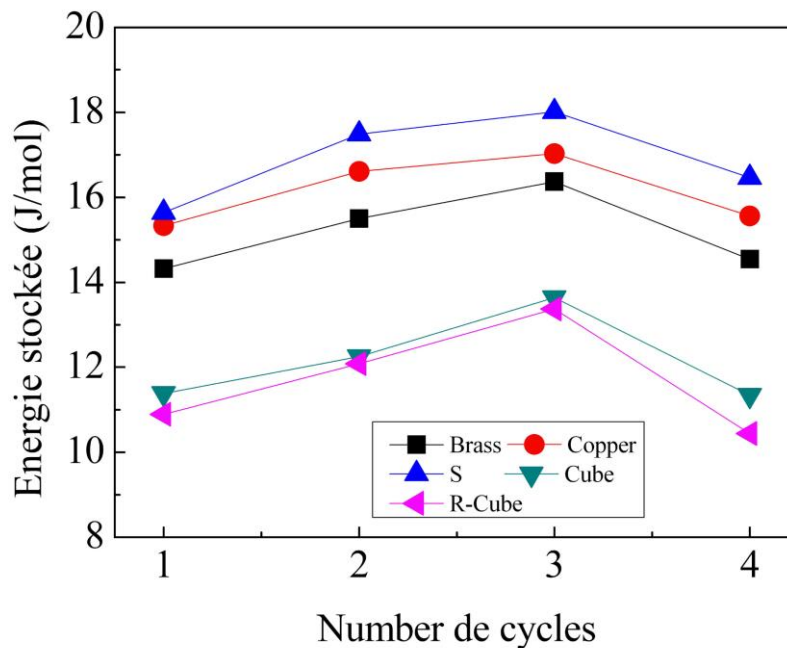


Figure III.6 : Evolution de l'énergie stockée des composantes de texture en fonction nombre des cycles.

Les grains déformés qui ont une orientation Cube ou R-Cube ont les énergies stockées les plus faibles ce qui les rendent moins « consommables » lors de la recristallisation par

rapport aux autres grains. Par contre, les grains ayant la valeur la plus élevée de l'énergie stockée comme S et Copper grains sont préférentiellement consommés pendant le recuit. Des résultats similaires ont été rapportés par Guiglionda et al. [31] pour un alliage Al-2.5Mg (% en poids) déformé à chaud et par Etter et al. [15]. Les résultats d'Etter et al. [15] ont suggéré que l'écart d'énergie entre les orientations Cube et S, Copper and Brass augmente sensiblement à forte déformation (un laminage à froid pour une réduction de l'épaisseur supérieure à 80%). Une augmentation aussi forte favorise la croissance de la Cube lors de la recristallisation en fournissant la force motrice appropriée pour la migration des joints des grains Cube qui envahit la matrice voisine [15].

Conclusion

Les conclusions les plus importantes de ce travail de Master sont comme suit :

- La texture initiale de l'alliage Fe-36%Ni avant hyper déformation est typiquement une texture de recristallisation de matériaux CFC formée par les composantes dominante Cube $\{001\}\langle 100\rangle$ et secondaire $\{221\}\langle 1\bar{1}2\rangle$.
- Après seulement 1 cycle d'hyper déformation par CARB, les composantes de la texture de déformation Brass, Copper, et S se sont développées à côté des composantes Cube et R-Cube.
- Au-delà d'un cycle, la variation de la fibre β en fonction du nombre cycle CARB montre que les composantes de texture dominantes sont la Copper et Brass. Les intensités de ces composantes augmentent entre le 1^{ère} et 4^{ème} cycles. L'intensité de la composante Goss décroît considérablement puis re-augmente au 4^{ème} cycle.
- La texture déterminée par diffraction des rayons X (DRX) et des neutrons (ND) aboutit aux mêmes résultats légèrement différents par l'absence de la composante R-Cube pour la première. Ces différences sont imputées au caractère local de cette dernière contrairement au caractère global de la technique de diffraction des neutrons.
- L'évolution de l'énergie stockée associée aux composantes de texture R-Cube, Copper, Brass, S et Cube en fonction du nombre de cycles CARB varie comme suit : $E_S > E_{\text{Copper}} > E_{\text{Brass}} > E_{\text{Cube}} > E_{\text{R-Cube}}$. Elle augmente entre le 1^{er} et le 3^{ème} (avec un minimum et maximum compris entre 10 et 18 mJ/mol) cycle puis elle diminue après le 4^{ème} cycle.
- Les grains déformés qui ont une orientation Cube ou R-Cube ont les énergies stockées les plus faibles par contre, les grains ayant la valeur la plus élevée de l'énergie stockée comme S et Copper grains sont préférentiellement consommés pendant le recuit.

Références

- [1] F. Duffaut, R. Cozar, Les alliages de Fer et Nickel : Cent ans après la découverte de l'Invar, G. Béranger, J. Morlet, J.F. Thiers, Tee & Doc Lavoisier, 1996.
- [2] Thiebaud Richeton, these de Doctorat : Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique, France 2006.
- [3] Hiba Azzeddine, thèse de Doctorat : Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg : Microstructure et Texture cristallographique, USTHB 2012.
- [4] J. Bénard, A. Michel, J. Philibert et J. Talbot ; Métallurgie Générale, Masson et Cie, Paris, (1969), p.158.
- [5] D. Clausthal, C. ESLING. Technique d'ingénieur.
- [6] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. 45 (2000) 103.
- [7] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskij, V.I. Kopylov, Metally. 1 (1981) 115.
- [8] A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B.K. Kim, M.D. Baro, J.A. Szpunar, T.G. Langdon, Acta Mater. 51 (2003) 753.
- [9] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Saikai, Acta Mater. 47 (1999) 579.
- [10] B. Bay, N. Hansen, D.A Hughes, D. Kulhmann-Willsdorf, Acta Metallurgica and Materialia, 40 (1992) 205.
- [11] M. Hatherly, A.S. Malin. Metals Tech., 6 (1979) 308.
- [12] N. Hansen. Materials Science and Technology, 6 (1990) 1039.
- [13] N. Hansen. Scripta Metallurgica and Materialia, 27 (1992) 1447.
- [14] F.J. Humphreys, M. Hatherly. Recrystallisation and related Annealing Phenomena, Pergamon, Oxford, UK (1995).
- [15] A.L. Etter . M.H. Mathon . T. Baudin . V. Branger .R. Penelle Scripta Materialia 46 (2002) 311.
- [16] W.T. Read, Dislocation in Crystals, McGraw-Hill, New York, 1953.
- [17] K.H. Virinich, K. Lucke, Proceeding Textures of Materials (1978) 397.
- [18] G. Wasserman, J. Greven, Texturen-Metallischer Werkstoffe , Berlin, Springer Verlag, 1962
- [19] H. Hu, R.S. Cline. J. Appl. Phys. 32 (1961) 760.
- [20] S. Kaneko, K. Fukuda, H. Utsunomiya, T. Sakai, Y. Saito, N. Furushiro. Mater. Sci. Forum 426–432 (2003) 2649.
- [21] Kamel Tirsatine, Thèse de Doctorat, Etude par diffraction des rayons X des paramètres microstructuraux de l'état sévèrement déformé de l'alliage Fe-Ni, USTHB 2014.

- [22] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, *Solid. State. Phenom.* 160 (2010) 63.
- [23] N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Szpunar, J.H. Root, *Acta Mater.* 45(1997) 2485.
- [24] Franck Julliard, thèse de Doctorat, Etude des mécanismes de recristallisation dans l'invar, alliage Fe-36%Ni, France 2001.
- [25] P. Lin, G. Palumbo, K.T. Aust, *Scripta Mater.* 10 (1997) 1145.
- [26] K. Tirsatine, H. Azzeddine, T. Baudin, A-L Helbert, F. Brisset, B. Alili, D. Bradai. *Journal of Alloys and Compounds*, 610 (2014) 352.
- [27] H. Azzeddine, K. Tirsatine, T. Baudin, A-L. Helbert, F. Brisset, Djamel Bradai. *Materials Characterization*. 97 (2014) 140.
- [28] S. Zaeferrer, T. Baudin, R. Penelle, *Acta Mater.* 49 (2001) 1105.
- [29] Y. Murata, I. Nakaya, M. Morinaga: *Mater. Trans.* 49 (2008) 20.
- [30] W. Wei, K.X. Wei, G.J. Fan: *Acta Mater.* 56 (2008) 4771.
- [31] G. Guiglionda, A. Borbely, J.H. Driver. *Acta Mater.* 52 (2004) 3413.

الملخص :

أشعة الانعراج النيوترون تستخدم لتحليل تطور النسيج البلوري للسبيكة الحديد Fe-36%Ni، تشوه البلاستيك الشديد نوع (CARB) تصل إلى 4 دورات . يتميز نسيج البلورات بمكوناته مثل Copper مع وجود عنصر R-Cube {001} <110>. وقدرت الطاقة المخزنة على أساس قمم التوسعات العناصر من Brass {110} <112>، S {231} <346>، Copper {112} <111>، Cube {001} <100> و R-Cube {001} <110>. وأظهرت النتائج أن تغير الطاقة المخزنة للمكونات S و Copper أعلى بكثير من الطاقة المخزنة على Cube و R-Cube .

كلمات المفتاحية : Fe-36 Ni/Alliage، (CARB)، نسيج، الطاقة المخزنة .

Résumé

La diffraction des neutrons a été utilisée pour analyser l'évolution de la texture cristallographique et l'énergie stockée de l'alliage Fe-36Ni (% en pds.) hyper déformé par laminage accumulé croisé (CARB) jusqu'à 4 cycles. La texture cristallographique est caractérisée par une texture type Copper avec la présence de la composante R-Cube {001}<110>. L'énergie stockée a été estimée sur la base des élargissements des pics de diffraction pour les composantes Brass {110}<112>, S {231}<346>, Copper {112}<111>, Cube {001}<100> et R-Cube {001}<110>. Les résultats ont montré que les composantes S et Copper développent des énergies stockées significativement plus élevées que Brass, Cube et R-Cube.

Mots clés : Alliage Fe-36%Ni, laminage accumulé croisé, texture, énergie stockée

Abstract

Neutron diffraction has been used to analyse the crystallographic texture and stored energy evolution of a Fe-36%Ni (wt. %) alloy processed by cross accumulative roll-bonding (CARB) up to 4 cycles. The crystallographic texture was characterized by the typical Copper-type texture together with a R-Cube {001}<110> component. The stored energy have been estimated based on the diffraction peak broadening measurement for Brass {110}<112>, S {231}<346>, Copper {112}<111> and Cube {001}<100> texture components. First analysis shows that the S and Copper components develop significantly higher stored energies than the Brass and Cube components.

Keywords: Fe-36%Ni alloy, cross accumulative roll bonding, texture, stored energy.