PSL UNIVERSITÉ PARIS

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES Paris

Extension d'un modèle de recristallisation dynamique discontinue à champ moyen vers les hautes vitesses de déformation sur un acier 316L

Soutenue par

Marion ROTH

Le 6 Février 2024

École doctorale n°364

Sciences Fondamentales et Appliquées

Spécialité

Mécanique Numérique et Matériaux

Composition du jury :

Frank Montheillet Docteur émérite, CNRS, France	*Président*
Laurent Delannay Professeur, UCL, Belgique	*Rapporteur*
Roland Logé Professeur, EPFL, Suisse	*Rapporteur*
Julien Favre Docteur, Mines Saint-Etienne, France	*Examinateur*
Marc Moreno Docteur, Transvalor, France	*Examinateur*
Aurélien Helstroffer Docteur, Framatome, France	*Invité*
Emmanuel Rigal Ingénieur, CEA, France	*Invité*
Baptiste FLIPON Docteur, Mines Paris, France	*Maître de thèse*
Nathalie BOZZOLO Professeur, Mines Paris, France	*Directrice de thèse*
Marc BERNACKI Professeur, Mines Paris, France	*Directeur de thèse*

MINES PARIS | PSL

Remerciements

Je tiens en premier lieu à remercier l'ensemble de mon jury de thèse pour avoir accepté de prendre le temps de lire mes travaux et les rapporteurs de l'avoir analysé. Je les remercie également pour les nombreux échanges constructifs lors de la soutenance de thèse.

Je tiens ensuite à remercier le consortium DIGIMU et la chair industrielle RealIMotion de m'avoir permis de prendre part à ce projet passionnant qu'est la simulation des microstructures à l'échelle microscopique. Mais également à tous les partenaires industriels de la chair que j'ai eu l'occasion de côtoyer au fil des réunions pour m'avoir apporté leurs remarques pertinentes sur mon travail. Je tenais également à dire merci aux Mines de Paris pour m'avoir offert un cadre de travail très sympathique tant au niveau de la localisation que des différentes personnes avec qui j'ai pu échanger. Merci également de m'avoir laissé présider l'association des sports MSV conjointement avec Marion Negrier avec qui j'ai eu l'occasion d'organiser des activités qui m'ont laissé de très bons souvenirs.

Je remercie avec la plus grande sympathie mes trois directeurs de thèse Marc Bernacki, Nathalie Bozzolo et Baptiste Flipon pour toute l'aide apportée, les remarques pertinentes sur mon travail ainsi que tous les bons conseils qui m'ont permis de m'améliorer et de mener à bien ce projet. Je vous remercie également d'avoir pris le temps de corriger et de m'aiguiller dans mes divers travaux de rédaction. Je remercie tout particulièrement Baptiste d'avoir toujours pris le temps de répondre à mes nombreuses questions quotidiennes et d'avoir toujours été ouvert à la discussion sur les différents sujets que l'on a pu aborder ensemble. Je remercie toute l'équipe MSR et notamment Gilbert et Cyrille pour leur aide et les formations apportées pour la réalisation des données expérimentales. Je tiens également à remercier tous mes collègues doctorants de l'équipe avec qui j'ai pu lier des liens d'amitiés. Tout particulièrement à mon collègue de bureau Nitish avec qui j'ai pu partager le bureau pendant ces trois années de thèse. J'ai passé de très bons moments en ta compagnie tant pendant les pauses que lors du travail où ton aide m'a pour certaines choses été précieuses. Je tiens également à remercier l'Université de Mondragon pour sa collaboration et pour avoir réalisé une campagne d'essais avec leur machine à haute vitesse de déformation, ainsi que le détail du rapport fourni.

Je remercie tous les copains que je me suis fait au sein des différents laboratoires des Mines avec qui j'ai pu créer de vrais liens d'amitié et avec qui j'ai eu l'occasion de découvrir cette belle région. Merci pour tous les bons moments que l'on a partagé ensemble qui ont amplement contribué à ma bonne humeur au fil de ce projet.

Je tiens à remercier également mon copain Thibaut avec qui j'ai pu partager les différentes

émotions que sont le parcours de la thèse. Merci d'avoir été présent pour m'épauler. Un immense merci également à ma famille, mes parents et frère et sœur qui ont toujours soutenu mon projet malgré la distance.

Abréviations et liste de symboles

Abréviations

DRX Dynamic Recrystallization – Recristallisation dynamique

$EBSD$ Electron BackScattered Diffraction – Diffraction d'électrons rétrodiffusés

G Germes

$GAKAM$ Grain Averaged KAM – Valeurs de KAM moyennées par grain

GOS Grain Orientation Spread – Écart de la désorientation intragranulaire à l'orientation moyenne du grain considéré

$HAGBs$ High Angle Grain Boundaries – Joints de grains fortement désorientés

HEM Homogeneous Equivalent Medium – Milieu homogène équivalent

IPF Inverse Pole Figure – Figure de pôles inverse

KAM Kernel Average Misorientation – Valeur moyenne de la désorientation entre un pixel et ses voisins

$LAGBs$ Low Angle Grain Boundaries – Joints de grains faiblement désorientés

MEB Microscope Électronique à Balayage

MGS Mean Grain Size – Taille de grains moyenne

NR Non recristallisé

RX Recristallisé

SFE Stacking Fault Energy – Énergie de faute d'empilement

$SIBM$ Strain Induced (grain) Boundary Migration – Migration d'un joint de grains associée à une différence d'énergie stockée

SM Statistical Medium – Milieu statistique

SN Specific Neighborhood –Voisinage spécifique

STD Standard Deviation – Écart-type

Symboles

$(1 - \theta(i))$ Fraction surfacique générale des grains non recristallisés

$\bar{R}$ Taille de grains moyenne (m)

ΔG Énergie libre liée à la germination (J)

$\dot{\varepsilon}$ Vitesse de déformation (s^{-1})

η_i Fréquence en nombre de la classe de grains i

γ Énergie de joints de grains ($J.m^{-2}$)

γ_{cr} Énergie d'un HAGB ($J.m^{-2}$)

γ_{LAGBs} Énergie d'un LAGB ($J.m^{-2}$)

κ Rayon de courbure (m^{-1})

μ Module de cisaillement (MPa)

ρ Densité de dislocations (m^{-2})

ρ_{cr} Densité de dislocations critique pour déclencher la germination (m^{-2})

ρ_{LAGBs} Densité de dislocations des LAGBs (m^{-2})

ρ_{NR} Densité de dislocations dans un grain non recristallisé (m^{-2})

σ Contrainte (MPa)

σ_0 Limite élastique (MPa)

σ_s Contrainte de saturation extrapolée ne tenant pas compte de la recristallisation (MPa)

σ_{ss} Contrainte macroscopique à l'état stable (MPa)

$\sum_{t=t_c}^{t_n} V_{nucl_{(i,t)}}^{disp}$ Volume de germes créé à partir de la classe de grains i depuis sa création jusqu'au temps courant t_n (m^{-3})

τ Énergie par unité de dislocation ($J.m^{-1}$)

$\theta(i)$ Fraction surfacique générale des grains recristallisés

Θ Taux d'écrouissage (MPa)

θ Angle de désorientation (°)

$\theta_a(i)$ Fraction spécifique de germes

$\theta_b(i)$ Fraction spécifique de grains recristallisés

θ_{cr} Seuil de désorientation d'un HAGB (°)

ε Déformation

ε_p Niveau de déformation au pic de recristallisation

ε_{cr}^{DRX} Seuil de déformation pour déclencher la recristallisation dynamique

ε_{cr}^{SRX} Seuil de déformation pour déclencher la recristallisation statique

b norme du vecteur de Burgers (m)

d Dimension spatiale (2D ou 3D)

$D_{eq(i)}^{V}$ Diamètre équivalent calculé à partir du volume équivalent (m)

D_i^{rep} Diamètre du grain représentatif d'une classe de grains (m)

h Paramètre lié à l'écrouissage

K_1 Paramètre d'écrouissage (de la loi de Yoshie–Laasraoui–Jonas) (m^{-2})

K_2 Paramètre de restauration (de la loi de Yoshie–Laasraoui–Jonas)

k_b Constante de Boltzmann ($m^2.kg.s^{-2}.K^{-1}$)

K_g Paramètre de germination modulant le nombre de germes global par unité de temps ($m.s^{-1}$)

K_s Paramètre de restauration statique

M Mobilité d'un joint de grains ($m^4.J^{-1}.s^{-1}$)

$M\gamma$ Mobilité réduite ($m^2.s^{-1}$)

M_0 Facteur pré-exponentiel de la loi d'Arrhenius décrivant la dépendance en température de la mobilité de joints de grains ($m^4.J^{-1}.s^{-1}$)

M_T Facteur de Taylor

M_{HAGBs} Mobilité d'un HABG ($m^4.J^{-1}.s^{-1}$)

M_{LAGBs} Mobilité d'un LAGB ou d'un sous-joint de grains ($m^4.J^{-1}.s^{-1}$)

N Nombre de germes par unité de temps

P Somme des pressions qui s'exercent sur un joint de grains ($N.m^{-2}$)

P_c Pression motrice capillaire ($N.m^{-2}$)

P_e Pression motrice liée à l'énergie stockée ($N.m^{-2}$)

p_j Probabilité de contact de la classe j

$p_{(i,j)}$ Probabilité de contact entre une classe de grains i et une classe de grains j

P_{cs} Pression motrice liée à la capillarité associée à un sous-grain ($N.m^{-2}$)

P_{en} Pression liée aux effets d'ancrage ($N.m^{-2}$)

Q_D Énergie d'activation apparente liée à la déformation ($J.mol^{-1}$)

Q_M Énergie d'activation apparente de la mobilité de joints de grains ($J.mol^{-1}$)

R Constante des gaz parfaits ($J.K^{-1}.mol^{-1}$)

R Rayon d'un grain (m)

r Paramètre lié à la restauration

r Rayon d'un sous-grain (m)

r_0 Taille du sous-grain initiale (m)

R_{cr} Rayon critique de germination (m)

r_{cr} Rayon critique de sous-grains (m)

S_i Surface d'une classe de grains i (m^2)

$S_{c(i,j)}$ Surface de contact entre une classe de grains i et une classe de grains j (m^2)

S_{cr} Surface de joints de grains des grains ayant atteint la densité de dislocations critique ρ_{cr} (m^2)

S_{R_i} Surface restante (disponible) pour l'ajout de voisins de la classe de grains i (m^2)

T Température (K ou °C)

T_m Température de fusion (K ou °C)

v Vitesse de déplacement d'un joint de grains ($m.s^{-1}$)

$V_{eq(i)}$ Volume équivalent de la classe de grains i (m^3)

$V^{disp}_{nucl_{(i,t)}}$ Volume disponible à la germination sur la classe de grains i au temps t (m^{-3})

$V^{disp}_{nucl_{(t)}}$ Volume général disponible à la germination sur toute la microstructure au temps t (m^{-3})

W Travail mécanique (J)

$W_{1-\theta}(i)$ Poids topologique lié aux grains non recristallisés

$W_{\theta_a}(i)$ Poids topologique spécifique lié aux germes

$W_{\theta_b}(i)$ Poids topologique spécifique lié aux grains recristallisés

$W_{RX}(i)$ Poids topologique général des grains recristallisés

X Fraction recristallisée

Z Le paramètre de Zener–Hollomon (temperature compensated strain rate) (s^{-1})

Introduction

Les métaux sont des matériaux omniprésents dans notre vie quotidienne, utilisés pour une multitude d'applications, des constructions domestiques aux moyens de transport. Chaque utilisation exige des performances spécifiques compte tenu des diverses conditions de température, de contraintes mécaniques et d'environnements auxquels ces métaux sont exposés. Pour répondre à ces divers besoins, les fabricants d'alliages métalliques peuvent utiliser différents leviers, notamment faire varier la composition chimique de l'alliage ou piloter les évolutions microstructurales intervenant durant la mise en forme du produit final.

Dans le cas des alliages métalliques, une microstructure se définit comme une structure cristalline dans laquelle les atomes sont ordonnés parfaitement suivant un schéma qui se répète. Toutefois, cette organisation parfaite peut être perturbée par la présence de défauts. Ces défauts apparaissent généralement dans la microstructure formant, selon la dimension considérée, une vacance ponctuelle d'atomes dans le réseau, une ligne de vacances appelée dislocation se traduisant comme une ligne le long de laquelle se produit une translation d'une partie du cristal par rapport à une autre selon un vecteur dit de Burgers ou des empilements de dislocations pouvant mener à la création d'interfaces entre cristaux d'orientation différente nommé sous-joint ou joint de grains en fonction du degré de désorientation.

Ces défauts créent alors une fragmentation de la microstructure, donnant naissance à des régions ordonnées appelées "grains" entourées par les joints de grains, zones de transitions avec les grains voisins. On obtient alors une structure polycristalline. Cette structure évolue lors de la mise en forme sous l'effet des conditions thermomécaniques imposées au travers du mouvement, de l'annihilation ou de la création de défauts supplémentaires. Ces évolutions atomistiques peuvent être traduites à l'échelle mésoscopique par la mise en place de mécanismes microstructuraux par exemple pour un matériau monophasé : la croissance de grains, l'écrouissage, la restauration ou la recristallisation. Une microstructure peut être simplement définie par la taille moyenne de ces grains $\bar{D}$. Cette information mésoscopique est souvent corrélable à certaines propriétés macroscopiques des alliages métalliques telles que leur résistance mécanique ou à la corrosion ainsi que leur ductilité. Par exemple, la loi décrite par Hall–Petch [1, 2] a permis de formaliser, dans les années 50, un lien direct entre la contrainte d'écoulement et la taille moyenne des grains :

$$\sigma_p = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{\bar{D}}}, \tag{1}$$

avec σ_p la contrainte d'écoulement, σ_0 la limite élastique et k une constante.

Une grande partie des mécanismes métallurgiques à l'œuvre lors de la mise en forme des

matériaux métalliques sont assez bien compris depuis 70 ans et ont été traduits, à l'échelle mésoscopique, par des équations physiques aujourd'hui largement acceptées par la communauté [3]. Cela a ainsi permis le développement de stratégies de modélisation dédiées à cette problématique. Par conséquent, l'industrie s'intéresse de plus en plus à l'utilisation de modèles numériques pour prédire les microstructures résultantes lors de leurs procédés de mise en forme, permettant d'économiser du temps et des ressources lors du développement et/ou l'optimisation des gammes de fabrication.

Dans ce contexte, trois types de modèles sont couramment utilisés :

- Les modèles phénoménologiques : ces modèles se basent sur des tendances mathématiques extraites de données expérimentales. Toutefois, leur utilisation reste limitée à des conditions thermomécaniques spécifiques et au matériau testé expérimentalement.
- Les modèles à champ-complet : plus complexes, ces modèles décrivent la microstructure et son évolution de manière explicite. Chaque grain de la microstructure évolue à l'aide d'équations physiques. Cependant, leur principale limitation réside dans les temps de calcul importants en raison de leur haute résolution.
- Les modèles à champ moyen : cette troisième catégorie de modèles se situe entre les modèles phénoménologiques et ceux à champ-complet. Ils utilisent une description implicite de la microstructure en représentant celle-ci par ses caractéristiques statistiques. Des équations physiques, similaires à celles utilisées en champ-complet, servent ensuite à modéliser les évolutions microstructurales.

Ces travaux se concentrent sur cette dernière catégorie de modèle. La grande majorité de la littérature propose des modèles à champ moyen permettant des prédictions de tailles de grains de la microstructure et de fraction recristallisée validées en laboratoire pour des vitesses de déformation autour de 0,01-0,1 s^{-1}. La vitesse de déformation dans les procédés industriels de forgeage ou de laminage à chaud des métaux, peut cependant atteindre plusieurs dizaines par seconde. Le fort écrouissage et l'auto-échauffement qui en découle peuvent impacter de manière significative les évolutions microstructurales. L'intérêt principal de ce travail de thèse est de proposer un modèle à champ moyen capable de prédire les évolutions microstructurales sur la plage de vitesses utilisée au cours des procédés de mise en forme à chaud industriels à partir du modèle développé au sein de l'équipe MSR du CEMEF dont les derniers développements sont issus des travaux de Maire *et al.* [4]. Dans ces travaux, L.Maire a proposé un modèle avec une description de la microstructure novatrice utilisant un voisinage spécifique construit de manière hybride à mi-chemin entre des modèles statistiques [5] et un nombre de voisins défini de manière déterministe, à la manière d'un modèle à champ-complet, en imposant une bijectivité dans l'assignation du voisinage. L'acquisition de données expérimentales est nécessaire à la fois pour la calibration et la validation du modèle.

Ce projet est une composante de la chaire industrielle RealIMotion et du consortium Digimu menés en collaboration avec le CEA et des entreprises de renom telles que Safran, Aubert

& Duval, Framatome, Timet, ArcelorMittal, Constellium, Aperam, Ascometal et Transvalor.

Ces travaux s'articulent autour du plan ci-dessous :

- Le chapitre 1, présente et définit les différents phénomènes microstructuraux ayant lieu au cours d'un procédé de mise en forme à chaud d'un matériau monophasé. L'ensemble des notions, des caractéristiques microstructurales et des équations physiques usuelles reliées à l'évolution des grandeurs associées à ces phénomènes sont abordés.

- Le chapitre 2 réalise un état de l'art centré sur la modélisation à champ moyen des phénomènes de recristallisation dans le contexte des procédés de mise en forme. L'objectif de cette bibliographie est de comparer les différents types de description de microstructure existants et les équations associées. Un travail d'homogénéisation des notations entre les différents modèles de la littérature est ici réalisé.

- Le chapitre 3 est consacré à la présentation et à l'analyse de toutes les données expérimentales obtenues sur le matériau d'étude : l'acier inoxydable austénitique 316L. Il fournit également une description détaillée des protocoles d'essais en laboratoire, des paramètres d'acquisition des données, ainsi que des méthodes de post-traitement employées pour la préparation de ces données.

- Le chapitre 4 propose une comparaison et une validation du modèle de Maire *et al.* sur le phénomène de croissance de grains, ce qui n'avait pas été réalisé lors des travaux précédents sur le modèle. Cette comparaison est réalisée en confrontant le modèle sélectionné avec d'autres modèles de croissance de grains de la littérature, tout en le comparant également avec les données expérimentales pour évaluer son caractère prédictif.

- Le chapitre 5 aborde un diagnostic des résultats obtenus avec le modèle de Maire *et al.* pour la modélisation du phénomène de recristallisation dynamique discontinue sur la plage étendue de vitesses de déformation définie dans le chapitre 3. Des comparaisons avec les données expérimentales et avec un modèle employant une description de la microstructure purement statistique sont réalisées. Ce chapitre montre les limites de ce modèle sur la plage des vitesses de déformation les plus élevées dues à la description de la germination utilisée.

- Le chapitre 6 propose une méthode de modélisation visant à résoudre le problème de germination identifié dans le chapitre précédent lors de la modélisation de la recristallisation dynamique discontinue. Cette étude offre une explication approfondie de la méthode et de sa justification physique, suivie de son application concrète dans le cadre du modèle précédemment présenté sur différents chemins thermomécaniques industriellement représentatifs, *i.e.* couvrant une large plage de vitesses de déformation.

Chapitre 1

Phénomènes et mécanismes microstructuraux lors d'un procédé de déformation à chaud sur un alliage monophasé

Résumé Ce chapitre décrit les phénomènes physiques intervenant à l'échelle de la microstructure lors d'un procédé de mise en forme à chaud sur matériau monophasé. Ces différents phénomènes reposent sur des mécanismes physiques qui peuvent intervenir séquentiellement ou bien de manière concomitante. La croissance de grains survient lors de l'exposition d'un matériau à une température élevée. Dans un matériau polycristallin, les grains sont séparés par des défauts planaires du réseau cristallin : les joints de grains. Sur ces joints de grains une pression motrice associée à la courbure locale tend à mettre en mouvement ces interfaces vers le centre des courbures des grains. Pour un volume de matière donné, le nombre de grains tend à diminuer et donc leur taille moyenne à augmenter. La surface de joints de grains diminue ce qui réduit également la densité de défauts dans le volume considéré et donc l'énergie globale du polycrystal. Lors de la déformation, un matériau s'écrouit : afin d'accommoder la déformation plastique, des défauts cristallins linéaires se créent, les dislocations. Sous l'effet couplé de la température et de la déformation ces défauts peuvent interagir entre eux. Une partie de ces dislocations s'annihilent et se réarrangent : c'est le phénomène de restauration. Localement un ensemble de dislocations peuvent se réarranger et former une sous-structure intragranulaire. Lorsque la désorientation entre deux entités intragranulaires atteint un seuil suffisamment élevé (souvent fixé à $\theta = 15°$), elles sont alors considérées comme des nouveaux grains. Il s'agit du phénomène de recristallisation dynamique qui peut être qualifié de continu lors d'une désorientation progressive et de discontinu lors d'une désorientation qui semble instantanée à l'échelle d'observation considérée en temps et en espace. La recristallisation et la restauration sont deux phénomènes qui répondent à la même pression motrice au travers de l'énergie stockée associée aux dislocations. À la suite d'une déformation à chaud et lors d'un maintien en température, on observe le phénomène de recristallisation post-dynamique. On associe à cette terminologie à la fois la notion de recristallisation métadynamique ou statique. Dans le premier cas, les grains recristallisés pendant la déformation continuent à consommer l'énergie stockée dans les grains écrouis pendant le maintien en température afin de conduire à un matériau complètement recristallisé. Dans le second cas, la germination de nouveaux grains est également observée au cours de cette étape post-dynamique. La compréhension fine

de tous ces phénomènes et des mécanismes associés ayant lieu pendant un procédé de mise en forme à chaud est essentielle afin de pouvoir les modéliser physiquement.

Abstract This chapter presents the state of the art of all the phenomena occurring during the implementation of a hot forming process. In a polycrystalline material, grains are separated by surface defects in the crystalline lattice : the grain boundaries. The interactions between different phenomena can be competitive, favorable, or concurrent, depending on the nature of the energy influencing them. Grain growth occurs during the heating of a material. It is driven by the minization of the total interface energy, leading to a curvature flow mechanism where the driving pressure is correlated to the grain boundary energy and the local curvature. This pressure puts the grain boundary in motion towards the center of curvature of the grains and leads to a general increase of the mean grain size. The straining of a material involving its deformation results, at the mesoscopic scale, in the phenomenon of work hardening, creating dislocations, linear crystalline defects. These dislocations have the ability to move within the crystalline lattice, thus allowing the accommodation of the material to the deformation. The presence of intragranular dislocations, and therefore defects, is not thermodynamically advantageous for the material. The recovery phenomenon tends to reduce this stored energy by annihilating the dislocations either between themselves and by creating intragranular sub-structures. The accumulation of dislocations occurs preferentially at grain boundaries, acting like a driving pressure for the apperance of new grains. This is the phenomenon of dynamic recrystallization, which can be continuous or discontinuous. Recrystallization and recovery are two phenomena that, depending on the conditions, can be competitive or supportive, as they depend of the same driving pressure through the stored energy linked to the dislocations. Recrystallization can also be defined as post-dynamic if it occurs after deformation during annealing. One can differentiate two regimes : meta-dynamic recrystallization, where the nucleation of new grains appeared during deformation and finalize consuming the work-hardened part during the annealing, and static recrystallization, where the nuclei appear after deformation. The latter significantly benefits from the assistance of recovery. A detailed understanding of all these phenomena and the associated mechanisms occurring during a hot forming process is important to be able to physically model them.

1.1 Introduction

Ce chapitre a pour objectif de définir les phénomènes et les mécanismes associés apparaissant au cours d'un procédé de mise en forme à chaud pour des alliages monophasés.
Ces phénomènes seront traités sous deux angles : i-l'approche thermodynamique qui définira énergétiquement leur nature ainsi que ii-leur signature à l'échelle mésoscopique qui utilise des grandeurs spécifiques pour mesurer et rendre compte expérimentalement de ces phénomènes.
Les matériaux monophasés présentent des microstructures polycristallines composées d'un agrégat de cristaux de même structure cristalline, de même composition chimique mais dont l'orientation cristalline varie. Toute structure cristalline expérimentale est imparfaite, car elle contient des défauts pouvant être de types différents [6] :

- Les défauts ponctuels appelés lacunes représentent une vacance d'atome dans la structure cristalline (cf. figure 1.1a).
- Les défauts linéaires selon lesquels se produit une translation d'une partie d'un cristal par rapport à un autre sont appelés dislocations. Ils correspondent à des lignes d'atomes manquants à la structure et sont généralement définis par deux paramètres [6] : la direction de la dislocation dans le cristal et le vecteur de Burgers b associé à celle-ci (cf. figure 1.1b).
- Les joints de grains, défauts surfaciques, sont composés de rangées de dislocations ou plus communément appelés vecteurs de dislocations. À l'échelle du polycristal où l'épaisseur du joint de grains est négligée, cinq degrés de liberté mésoscopiques définissent un joint de grains : deux degrés sont associés à l'inclinaison du joint de grains et trois degrés à la désorientation entre les deux grains séparés par ce joint de grains. (cf. figure 1.1c).
- Un autre type de défaut planaire que l'on peut considérer comme un joint de grains particulier peut être introduit : le défaut d'empilement. Les plans atomiques composant un réseau cristallin suivent généralement une séquence d'enchaînement logique du type ABCABCABC, où A, B et C sont trois plans atomiques distincts (cf. figure 1.1d). Un défaut d'empilement correspond à une anomalie dans la séquence d'alternance des plans (par l'ajout ou le retrait d'un plan correspondant respectivement à une faute d'empilement intrinsèque ou extrinsèque) [6]. Il provient des dislocations linéaires initialement parfaites ayant la capacité de se dissocier en deux dislocations partielles, créant ainsi cette faute d'empilement. L'énergie associée à ce défaut est connue sous le nom d'énergie de faute d'empilement. Elle est liée à la distance entre les dislocations partielles : plus la distance est élevée plus l'énergie de faute d'empilement sera faible. À l'inverse, plus l'énergie de faute d'empilement est élevée, plus la recombinaison de dislocations partielles sera aisée, facilitant notamment la formation de sous-structures de dislocations.

En outre, l'aspect de texture cristallographique ne sera pas abordé dans ces travaux. En effet, dans le cas de l'alliage monophasé étudié dans ce travail, aucune texture spécifique n'est observée dans l'état initial ni ne se développe au cours des différents chemins thermomécaniques d'intérêt ici.

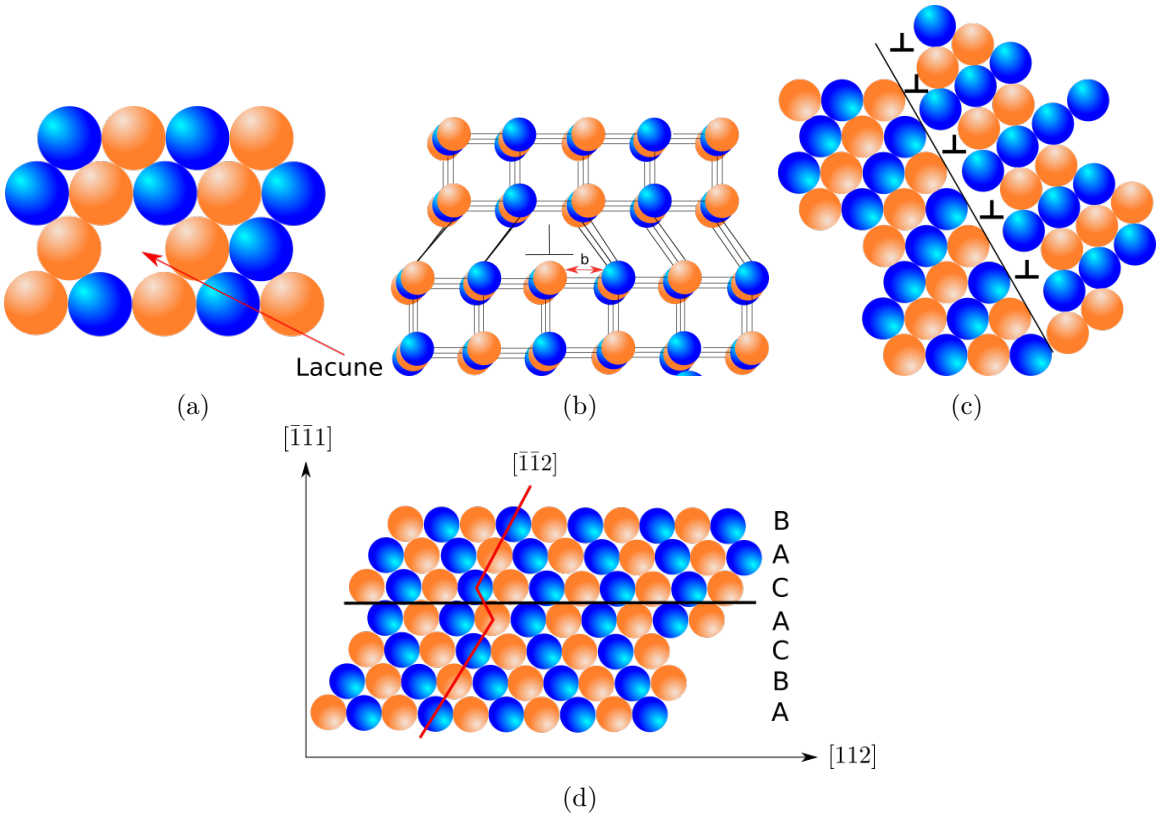


Figure 1.1 – Représentation schématique (a) d'une lacune, (b) d'une dislocation coin, (c) d'un joint de grains, (d) d'une faute d'empilement intrinsèque d'une structure CFC BACACB correspondant au retrait d'un plan.

Un polycristal est donc composé de cristaux également nommés grains, séparés par des défauts bidimensionnels que sont les joints de grains. Un grain 1 que l'on choisira comme la référence est séparé d'un grain 2, d'orientation différente, par un joint de grains. Le grain 2 est donc relativement désorienté par rapport au grain 1. La désorientation entre les deux grains est définie par le tenseur de désorientation $T_{(1/2)}$ correspondant à une matrice de rotation. Elle peut être représentée par un angle de rotation et un axe de rotation. La présence de nombreuses symétries dans le réseau cristallin entraîne la possibilité d'avoir plusieurs tenseurs $T_{(1/2)}$ pour passer de l'orientation du grain 1 à celle du grain 2. Pour revenir à l'unicité physique de la désorientation, on considère le tenseur de rotation permettant d'obtenir l'angle de rotation le plus faible θ. Cette représentation permet alors de définir deux types de joints de grains : les joints faiblement désorientés, nommés LAGBs (Low Angle Grain Boundaries) avec un angle de désorientation inférieur à un seuil $\theta_{cr} = 15°$, dont les propriétés sont fortement dépendantes de l'angle de désorientation et les joints fortement désorientés HAGBs (High Angle Grain Boundaries) d'angle de désorientation supérieur à θ_{cr}. Outre les 3 degrés de liberté décrits par l'angle/axe de désorientation, un joint de grains comporte à l'échelle mésoscopique deux degrés de liberté supplémentaires définis par l'inclinaison du joint de grains, *i.e.* sa normale unitaire.

D'un point de vue thermodynamique, un cristal parfait est stable. L'introduction de défauts perturbe cet état de stabilité. Un bilan des énergies libres de Gibbs permet de mesurer cette stabilité. Une lacune dans un réseau cristallin se crée par un apport d'énergie E_l afin de casser les liaisons entre l'atome se détachant et ses voisins du cristal. Le bilan thermodynamique du système devient alors positif avec un apport d'énergie nE_l, avec n le nombre de lacunes introduites dans le réseau [6]. Un joint de grains est donc un "objet" du polycristal possédant un excès d'énergie par unité de surface. Le polycristal aura donc tendance à vouloir réduire cette énergie pour retrouver un état "méta-stable" (avec le moins de défauts possible) et donc un bilan d'énergie tendant vers un minimum.

Les propriétés d'un matériau sont à la fois liées aux propriétés de son réseau cristallin, mais également à celles des joints de grains composant sa microstructure. L'énergie d'interface et la mobilité sont deux grandeurs intrinsèques aux joints de grains. L'énergie de joints de grains est souvent définie en fonction de l'angle de désorientation. Celle-ci peut varier d'un type de joints de grains à un autre. Les travaux de Read et Shockley [7] proposent un modèle permettant d'estimer le niveau d'énergie des joints de grains faiblement désorientés :

$$\gamma(\theta) = \begin{cases} \gamma_{cr}\left(\frac{\theta}{\theta_{cr}}\right)\left(1 - ln\left(\frac{\theta}{\theta_{cr}}\right)\right), \text{ si } \theta < \theta_{cr} \\ \gamma_{cr}, \text{ si } \theta \geq \theta_{cr} \end{cases} \tag{1.1}$$

avec γ_{cr} l'énergie des joints de grains fortement désorientés (HAGB).

La seconde propriété du joint de grains est la mobilité. Cette propriété du matériau est difficilement mesurable expérimentalement, car largement influencée par les impuretés telles que les solutés [8].

Classiquement, un joint de grains évolue dynamiquement en réponse à une pression motrice générale. La vitesse de migration des joints de grains est directement proportionnelle à la mobilité traduisant la facilité du joint de grains à se mouvoir :

$$v = \frac{dR}{dt} = MP, \tag{1.2}$$

avec M la mobilité des joints de grains et P la somme des pressions s'exerçant sur le joint de grains.

Cette équation a depuis 70 ans été largement validée à l'échelle mésoscopique même si elle est de plus en plus discutée à l'échelle des joints de grains eux-mêmes [9]. La dépendance de la mobilité M à la température est souvent décrite par une loi d'Arrhenius [8] :

$$M = M_0 e^{\frac{-Q_M}{RT}}, \tag{1.3}$$

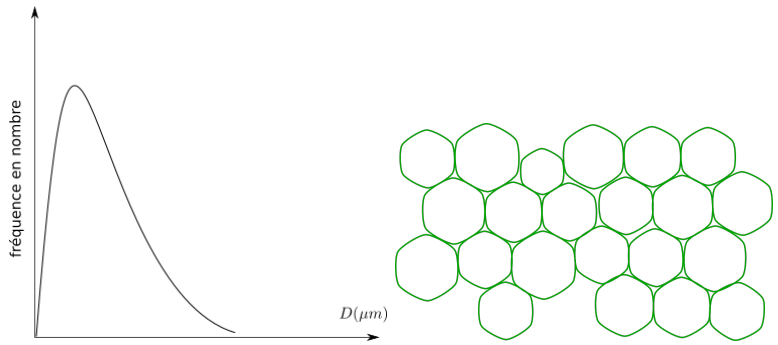
avec M_0 un facteur pré-exponentiel, Q_M une pseudo énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température. Pour des températures typiques de la mise en forme à chaud, M_0 est généralement supposé constant.

1.2 La croissance de grains

Lors d'un procédé de mise en forme à chaud, les matériaux sont d'abord mis en température. Cette étape a pour but de rendre le matériau plus ductile et faciliter sa déformation. Cependant, cela a des conséquences sur la microstructure avec notamment, la mise en place du phénomène de croissance de grains. La croissance de grains dans les polycristaux monophasés peut être définie comme un phénomène impliquant une augmentation de la taille de grains par migration des joints de grains sans énergie stockée et régie par l'équation (1.2). Ce phénomène est piloté par la minimisation de l'énergie d'interface. Deux types de croissance de grains sont définis dans la littérature : la croissance de grains normale et la croissance de grains anormale.

La première se caractérise mésoscopiquement comme une croissance uniforme et homogène formant une microstructure équiaxe avec une faible dispersion de la taille de grains (cf. figure 1.2a)[10]. Une représentation de la microstructure sous forme de tesselation bombée a été choisie pour être en accord avec la représentation décrite par Smith [11] par la suite. Ce type de croissance atteint un état quasi stationnaire après une période de croissance [12] donnant lieu à des distributions auto-similaires (la distribution de tailles de grains divisée par la taille moyenne devenant invariante dans le temps).

La croissance normale se traduit comme le résultat de l'interaction entre deux concepts [13] : la minimisation des énergies de surfaces et la théorie du remplissage topologique [11]. La minimisation des énergies répond au besoin thermodynamique de stabilité de la microstructure. Un polycristal composé de grains et de joints de grains présente un bilan thermodynamique d'énergie de Gibbs positif dû à la présence de ces défauts. La réduction de l'énergie totale liée à cette surface de défauts permet donc de se ramener à un bilan énergétique plus favorable. La microstructure va donc tendre à réduire le nombre de joints de grains



(a) (b)

Figure 1.2 – (a) Représentation d'une distribution d'une microstructure uniforme dans le cas de croissance de grains normale en fonction de la fréquence en nombre, (b) Représentation de la microstructure dans le cas de croissance de grains normale selon la représentation décrite par Smith dans [11].

par migration de ces derniers (HAGBs), conduisant à la disparition de certains grains et à la diminution du nombre de grains de la microstructure. Par conséquent la microstructure voit une augmentation globale de sa taille de grains.

La croissance anormale se présente sous la forme d'une microstructure où quelques grains vont croître bien plus vite que la moyenne par avantage énergétique et/ou topologique et donnant souvent lieu à des distributions bimodales marquées (cf. figure 1.3).

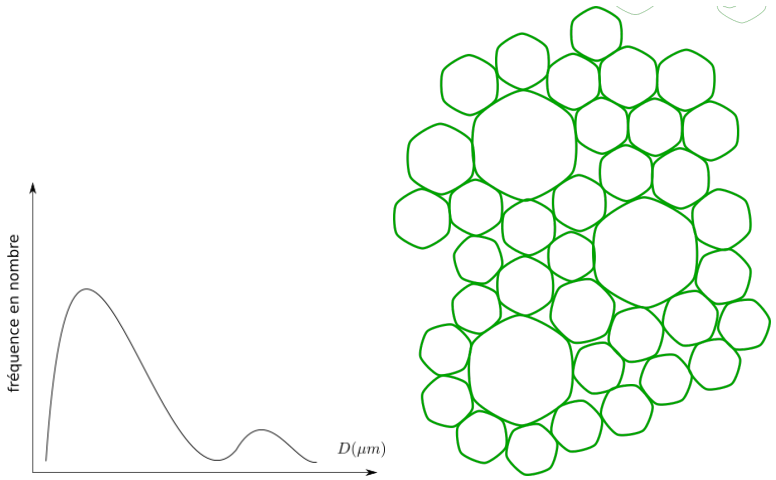
Cependant, la frontière entre ces deux types de croissance est floue, certains auteurs comme Kim *et al.* [14] ont proposé une manière de discerner ces deux catégories en définissant un critère. Selon lui, la croissance peut être considérée comme anormale lorsque :

$$\frac{d}{dt}\left(\frac{R}{\bar{R}}\right) > 0, \tag{1.4}$$

avec R la taille de grains d'un gros grain spécifique et $\bar{R}$ la taille de grains moyenne de la microstructure.

La croissance de grains est un phénomène thermiquement activé. La température est donc un facteur de premier ordre. Cela se réflète dans l'équation (1.2) dans laquelle la migration des joints de grains est directement proportionnelle à la mobilité. Cette dernière étant dépendante de la température.

L'influence de la taille de grains peut être déterminée par l'analyse suivante. Dans son article de 1952 [11], Smith fait un état des lieux de toutes les considérations faites dans la littérature jusqu'alors pour tenter de décrire le phénomène de croissance de grains. Il explique que les travaux les plus anciens décrivent la croissance de grains comme un phénomène purement mathématique et géométrique [15, 16]. Ces théories de remplissage de l'espace (space filling) démontrent que le nombre moyen de voisins par grain (ou entité considérée) pour remplir un espace est de 6 en moyenne en 2D. Smith, notamment influencé par des travaux sur des systèmes différents comme les bulles de savon, propose une approche alternative de la



(a) (b)

Figure 1.3 – (a) Représentation d'une distribution de tailles de grains bimodale en fonction de la fréquence en nombre, (b) Schématisation d'une structure bimodale selon la représentation décrite par Smith dans [11].

croissance de grains. Comme dans la physique des liquides, à la jonction triple entre 3 grains, un bilan stable des forces en jeu doit être établi. À la manière d'un bilan de forces mécaniques et d'application de la seconde loi de Newton, l'équilibre se trouve à l'équité des ratios des tensions interfaciales et des angles occupés par les surfaces liquides. L'équation du triangle de force nous donne :

$$\frac{\gamma_{23}}{\theta_1} = \frac{\gamma_{13}}{\theta_2} = \frac{\gamma_{12}}{\theta_3}, \tag{1.5}$$

avec γ_{23} la tension interfaciale entre le liquide 2 et 3 et θ_1 l'angle occupé par la surface du liquide 1.

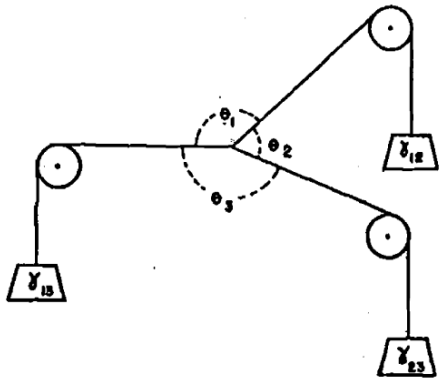


Figure 1.4 – Représentation d'un bilan de forces mécaniques sur des interfaces liquides [17].

Pour des tensions interfaciales égales ($\gamma_{23} = \gamma_{13} = \gamma_{12}$) l'équilibre est atteint pour une séparation entre les liquides avec un angle de 120° sans tenir compte des considérations géométriques énoncées précédemment. Dans le cas des métaux, la tension interfaciale est nommée

énergie aux joints de grains γ. La théorie de 1952 de Smith propose de tenir compte de ces deux aspects de manière concomitante. Les polygones géométriques (hexagone en moyenne) se trouvent déjà à l'équilibre avec des angles de 120°. Cependant pour pallier la variation du nombre de côtés des polygones de manière locale (5, 6, 7, ou 8 côtés par exemple), leurs faces doivent se courber pour concilier les contraintes de tensions de surface imposées avec le nombre de côtés. Cette courbure entraîne donc un déséquilibre dans le bilan des forces. D'autres facteurs influents peuvent modifier la position de stabilité comme les inclusions dans le cristal ou l'anisotropie des énergies de joints de grains. Cette dernière est dépendante de l'orientation et permet une stabilité à des angles différents de 120°. La position de déséquilibre due au rayon de courbure est alors responsable de la force motrice du phénomène de croissance de grains. Celui-ci crée alors un différentiel de pression lié à la capillarité pouvant être représenté comme dans la figure 1.5 et par l'équation :

$$P_c = -\gamma\kappa,\ \vec{v} = MP_c\vec{n} = -M\gamma\kappa\vec{n}, \tag{1.6}$$

avec κ la courbure moyenne (courbure en 2D et trace du tenseur de courbure en 3D) , γ l'énergie de joints de grains et $\vec{n}$ la normale unitaire sortante du joint de grain.

Dans le cas de la croissance de grains, le paramètre de mobilité réduite $M\gamma$ est souvent employé pour les mesures expérimentales [18].

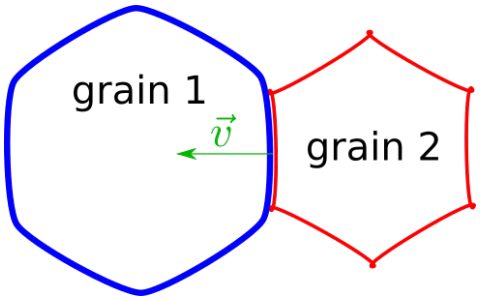


Figure 1.5 – Représentation de la pression motrice capillaire P_c entre deux entités.

Le mécanisme de croissance de grains

Le mécanisme associé à cette croissance de grains est en réalité lié plus directement à la migration des joints de grains. Les HAGBs délimitant les grains sont responsables de la croissance de grains car ce sont eux qui se déplacent à travers la structure. En l'absence de contraintes mécaniques, la seule énergie disponible est l'énergie thermique apportée par la chauffe du matériau. Le mécanisme privilégié pour la croissance de grains réside dans la migration par transfert d'atomes entre les grains adjacents modélisé selon la théorie des sauts atomiques thermiquement activés [19]. Elle stipule que des atomes se trouvant proches de la zone de joints de grains, où la structure cristalline est perturbée, ont une barrière énergétique plus faible (cf. figure 1.6). Les vecteurs de dislocations composant les joints de grains sont des sites favorables d'accueil [13, 19]. Ce sont donc ces atomes qui se déplaceront dans les lacunes formant le joint de grains et de ce fait déplaceront ce dernier.

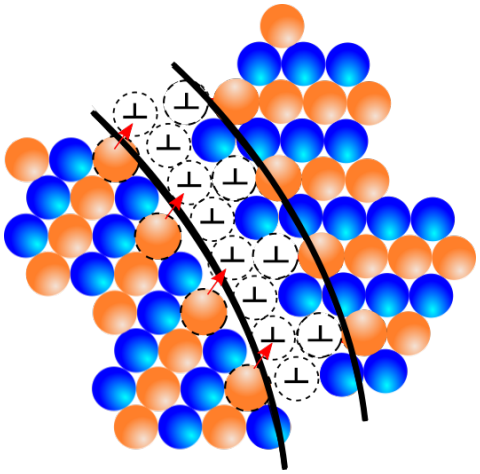


Figure 1.6 – Représentation du mécanisme des sauts atomiques thermiquement activés.

1.3 L'écrouissage

En plus d'être chauffé, le matériau peut être mis sous contrainte. L'accommodation de ce matériau à une source de contraintes extérieures est la déformation. À l'échelle mésoscopique, cette déformation se traduit par des mécanismes de glissement des défauts linéaires. Lors de la déformation plastique une dislocation se déplacera dans un premier temps selon un plan de glissement. Ce dernier correspond à un plan atomique énergétiquement favorable du réseau cristallin de par sa forte densité atomique. Dans ces plans, la distance entre les atomes est donc minimale, le coût de déplacement est alors réduit pour les dislocations. L'association d'une dislocation et d'un plan de glissement détermine un système de glissement. Une déformation plastique homogène nécessite l'utilisation d'un minimum de cinq systèmes de glissement indépendants. Ceci s'explique par la symétrie du tenseur des déformations et l'emploi d'un volume constant menant à cinq composantes indépendantes de déformation pour obtenir une déformation plastique [20, 21]. Taylor, par ses travaux [22], a proposé par exemple une manière de sélectionner ces cinq systèmes de glissement entre les 384 systèmes disponibles pour un matériau cubique faces centrées. Cette méthode consiste à déterminer la combinaison de systèmes affichant la plus faible valeur de travail interne. La contrainte d'activation d'un système de glissement pour un grain considéré est dépendante de l'orientation du plan de glissement. Celle-ci est donnée par le facteur de Taylor comme étant le ratio de la contrainte externe σ_E sur la scission critique résolue (τ_{CRSS}) :

$$M_T = \frac{\sigma_E}{\tau_{CRSS}}. \tag{1.7}$$

Le facteur de Taylor pour un polycristal correspond à la moyenne des facteurs de Taylor pour chaque grain le composant. Sa valeur moyenne est de 3,06 pour un matériau cubique à faces centrées.

Cependant, ces déplacements de dislocations peuvent être gênés par tous les défauts présents dans la microstructure (lacunes, joints de grains, forêt de dislocations, inclusions, etc..). Le phénomène d'écrouissage illustre la difficulté grandissante des dislocations à se déplacer

pendant la déformation plastique en raison de l'augmentation du nombre de défauts se trouvant sur leur passage [23]. Le phénomène d'écrouissage est également associé à l'augmentation de la densité de dislocations. Le taux d'accumulation des dislocations avec la déformation se définit sous la forme [24, 25] :

$$\frac{d\rho^{+}}{dt} = \frac{\dot{\varepsilon}}{bL}, \tag{1.8}$$

avec L le libre parcours moyen des dislocations et $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation.

Lorsqu'une dislocation se retrouve dans l'impossibilité de se mouvoir de ses zones d'ancrage, celle-ci se courbe et permet aux deux parties de la dislocation de se rejoindre créant ainsi une boucle de dislocation selon la théorie de Frank et Read [26] (cf. figure 1.7). Cette dislocation se sépare donc en 2 segments. Une partie se propage dans le cristal et permet d'accommoder la déformation plastique à laquelle le matériau est soumis. La seconde partie de ce segment, toujours ancrée, va répéter ce processus et devenir une source de création de dislocations.

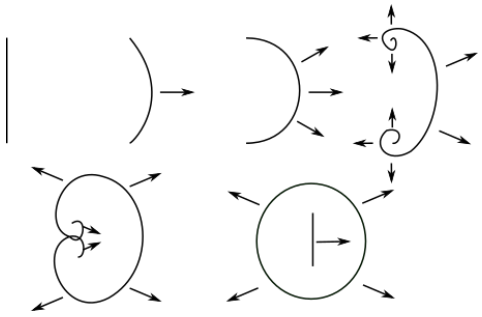


Figure 1.7 – Représentation d'une source de dislocations selon la théorie Frank et Read [26].

D'un point de vue macroscopique, l'écrouissage est décrit par l'augmentation de la contrainte d'écoulement au cours de la déformation. On peut définir le taux d'écrouissage tel que :

$$\Theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}, \tag{1.9}$$

avec σ la contrainte d'écoulement qui sera définie comme la contrainte reliée aux déformations plastiques uniquement et ε la déformation associée.

La théorie plastique des dislocations proposée par Taylor en 1934 [27] qui relie la contrainte d'écoulement et la densité de dislocations est valide pour tous les arrangements de dislocations lorsque la contrainte est uniquement dirigée par des interactions entre dislocations (interactions de la dislocation avec la forêt de dislocations) :

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha\mu b\sqrt{\rho}, \tag{1.10}$$

avec σ_0 la limite élastique [28], μ le module de cisaillement et b la norme du vecteur de Burgers.

1.4 La restauration

Au cours de la déformation à chaud ou à la suite de celle-ci, lorsqu'un maintien en température est effectué, le phénomène de restauration peut se mettre en place. Ce phénomène graduel agit au travers de plusieurs microphénomènes dirigés par différents mécanismes. La restauration se caractérise par un déplacement ou une réduction du nombre de dislocations ou lacunes par annihilation dans le but de restaurer de manière partielle les propriétés mécaniques du matériau comme avant sa déformation [29, 30]. En comparaison aux autres phénomènes intervenant pendant la mise en forme à chaud, la restauration est le phénomène à la cinétique la plus modérée [31].

Il existe deux types de restauration [30] :

- La restauration statique ayant lieu à la suite d'une déformation pendant un maintien en température.
- La restauration dynamique qui apparaît au cours de la déformation.

Le tableau 1.1 regroupe dans l'ordre chronologique d'apparition, les microphénomènes ayant lieu au cours de la restauration et leurs mécanismes associés [29, 30].

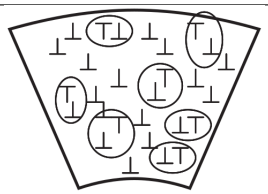
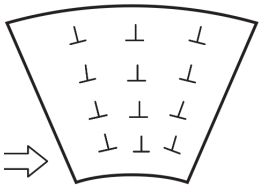
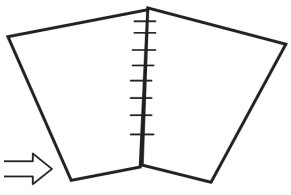
Microphénomènes	Mécanismes	Paramètres influents	Illustration
Annihilation des défauts ponctuels (lacunes, interstitiels)	• Diffusion atomique	• Température de recuit • Température de déformation	
Annihilation des dislocations en opposition (dipôles)	• Montée de dislocations • Glissements déviés • Glissements	• Température de recuit • Température de déformation • SFE • ε	
Réarrangement des dislocations libres en sous-structures cellulaires (polygonisation)	• Montée de dislocations • Glissements déviés • Glissements	• Température de recuit • Température de déformation • SFE • ε	
Croissance des sous-grains	• Diffusion atomique • Glissements	• Température	

Table 1.1 – Tableau des différents microphénomènes ayant lieu pendant la restauration, images tirées de [29], SFE : énergie de faute d'empilement.

Les premiers effets de la restauration ont lieu à basse température ($0.3T_m$ où T_m est la

température de fusion du matériau considéré) par annihilation des défauts ponctuels [29]. À cette même température, l'annihilation de dipôles de dislocations peut avoir lieu pendant la déformation. L'annihilation de dislocations correspond à une recombinaison de dislocations de signes opposés sur un même plan de glissement permettant de recréer un réseau cristallin continu (sans défaut). À plus haute température (0.6 T_m), l'annihilation peut également avoir lieu par le mécanisme de montée de dislocations *i.e.* une des dislocations va changer de plan de glissement grâce à l'énergie apportée thermiquement et se retrouver dans le même plan qu'une dislocation de signe opposé. Le glissement dévié permet également d'atteindre cette configuration. Celui-ci permet à une dislocation vis de se déplacer d'un type de plan à un autre à la condition que la direction du vecteur de Burgers de cette dislocation soit également contenue dans ce type de plan [6].

L'énergie de faute d'empilement joue un rôle tout aussi important que la température, permettant de réduire l'énergie nécessaire à l'occurrence du mécanisme de glissements déviés des dislocations. Un matériau à haute énergie de faute d'empilement favorise alors le phénomène de restauration.
Le nombre de dislocations générées par la déformation se trouve rarement dans une configuration de parité et de signes opposés parfaits [30]. De ce fait, les dislocations ne pouvant pas s'annihiler, elles se réarrangent dans le grain pour atteindre une configuration de plus basse énergie comme illustré dans le tableau 1.1. Lorsque ce phénomène a lieu avec des dislocations de vecteurs de Burgers identiques on parle de polygonisation, le rassemblement de ces dislocations forme alors des LAGBs [30]. Il est parfois difficile de dissocier le phénomène de restauration et celui de recristallisation, car ces derniers dépendent de la même pression motrice (énergie stockée sous forme de dislocations). De ce fait ils sont à la fois en concurrence et bénéfique l'un pour l'autre. En effet, la création de sous-structures dans les alliages à haute énergie de faute d'empilement (SFE) favorise le phénomène de recristallisation continue. A l'inverse, dans les alliages à basse et moyenne SFE, la restauration réduit la quantité d'énergie stockée disponible pour la recristallisation discontinue.
La dernière étape de la restauration consiste à faire croître les sous-structures créées précédemment. Décrire ce microphénomène comme appartenant au cadre de la restauration ou à celui de la recristallisation fait débat dans la littérature [25]. La croissance des sous-grains est généralement représentée par un modèle proche de celui de la croissance de grains [30] :

$$dr = M_{LAGBs} P_{cs} dt, \tag{1.11}$$

avec P_{cs} la pression motrice liée à la capillarité associée à un sous-grain :

$$P_{cs} = \frac{\alpha \gamma_{LAGBs}}{r}$$

avec M_{LAGBs} la mobilité des sous-joints de grains, α une constante géométrique valant 1.5, r le rayon d'un sous-grain et γ_{LAGBs} l'énergie des sous-joints de grains.

Le phénomène de restauration peut aussi être associé phénoménologiquement à une baisse

de la densité de dislocations [24] :

$$\frac{d\rho^-}{d\varepsilon} = -r\rho, \tag{1.12}$$

où r est une constante reliée au phénomène de restauration.

Il est difficile de tenir compte de la restauration de manière analytique à partir d'une unique formule dû aux multiples phénomènes en jeu. À ce jour, il n'existe pas de formule générale permettant de décrire l'ensemble des microphénomènes correspondants. Cependant deux types de relations empiriques retraçant la cinétique de restauration globale sont utilisés dans l'état de l'art [29, 30].

L'approche de type 1 semble être utilisée dans des cas de restauration d'alliages complexes en faisant jouer tous les microphénomènes de la restauration :

$$\frac{dX_R}{dt} = \frac{-k_1}{t} \text{ donnant } X_R = k_2 + k_1 \ln(t), \tag{1.13}$$

avec X_R la fraction de restauration, k_1 une constante déterminée à partir de l'énergie d'activation d'auto-diffusion et k_2 une constante ≥ 1.

L'équation de type 2 semble restreinte aux matériaux de structures monocristallines uniformes et limitée aux mécanismes de glissements :

$$\frac{dX_R}{dt} = -k_1 X_R^m \text{ donnant } X_R^{1-m} - X_{R_0}^{1-m} = (m-1)k_1 t, \tag{1.14}$$

avec t le temps de traitement thermique, k_1 une constante déterminée à partir de l'énergie d'activation d'auto-diffusion et m une constante > 1.

1.5 La recristallisation

Un matériau déformé plastiquement accommode la déformation à l'échelle microscopique par la création et le mouvement de dislocations, créant ainsi une énergie stockée associée à ces défauts. Le phénomène de recristallisation peut être défini comme la formation de nouveaux grains sans dislocations intragranulaires dans la structure d'un matériau écroui par la formation et la migration de HAGBs pilotées par l'énergie stockée. Contrairement au phénomène de restauration, la recristallisation est très facilement observable expérimentalement. Elle présente un aspect hétérogène associé au champ de densité de dislocations lui aussi hétérogène à l'échelle de la microstructure. Elle se définit classiquement comme un processus en deux étapes [25, 32] : une étape de germination où des nouveaux grains sont créés et une étape de croissance de ces nouveaux grains. Cependant, pour des matériaux à haute énergie de faute d'empilement et/ou pour certaines conditions thermomécaniques, la distinction de ces deux étapes peut s'avérer difficilement décelable. Un germe est considéré comme les prémices d'un nouveau grain créé, libre de toutes dislocations. Cependant, sa définition est une notion fortement débattue dans la littérature et sera discutée dans les sections 1.5.1.1 et 1.5.1.2.
La seconde étape de ce processus vise à retrouver une configuration d'énergie minimale par croissance des grains.
Différents types de recristallisation sont considérés dans l'état de l'art en fonction de la temporalité du phénomène par rapport à la déformation :

- La recristallisation dynamique dont les mécanismes associés ont lieu pendant le temps de déformation.
- La recristallisation post-dynamique prend en compte tous les phénomènes se développant après la déformation.

Historiquement, le phénomène de recristallisation dynamique est dissocié en deux terminologies :

- La recristallisation dynamique continue
- La recristallisation dynamique discontinue

Cette différenciation vient dans un premier temps des observations expérimentales. Pour des matériaux à hautes énergies de fautes d'empilement, la formation de sous-structures est observée par les effets de restauration favorisés dans ces derniers. Ces observations conduisent aux théories de germination par désorientation progressive des LAGBs en HAGBs formant ainsi des germes selon les critères de désorientations des joints de grains. À l'inverse, dans les matériaux à faibles énergies de fautes d'empilement, la formation de sous-structures est plus coûteuse et n'est donc pas privilégiée. Expérimentalement, uniquement la présence de nouveaux grains déjà recristallisés est observée. Ces théories sont donc décrites comme discontinues de par l'apparition "instantanée" à l'observation de nouveaux grains libres de dislocations. Ces terminologies historiques issues de ces observations tendent à considérer ces deux types de recristallisation de manière distincte. Or, certains matériaux observés, présentent, selon les conditions thermomécaniques employées, l'occurrence de ces deux phénomènes [25, 33–36]. L'énergie de faute d'empilement et les conditions thermomécaniques peuvent alors favoriser ou non l'un ou l'autre de ces phénomènes. Ceci laisse à penser que la recristallisation pourrait être décrite de manière unifiée. La différenciation de ces états est dictée par le choix des échelles spatio-temporelles d'observation. L'état de l'art de ces deux appellations est détaillé dans la section suivante.

L'étape de croissance de grains semble très peu dépendante du type de recristallisation ou du mécanisme de germination associé à celle-ci. En premier lieu, la croissance est pilotée par la pression motrice liée à l'énergie stockée sous forme de dislocations, puis par la croissance liée à la capillarité détaillée dans la section 1.2. Le nouveau terme lié à l'énergie stockée peut être défini comme le produit du gradient de densité de dislocations par τ l'énergie par unité de ligne de dislocations :

$$P_e = \tau(\rho_2 - \rho_1), \text{ donc } \vec{v} = M\left(P_e + P_c\right)\vec{n} = M\left(\tau\left(\rho_2 - \rho_1\right) - \gamma\kappa\right)\vec{n}, \tag{1.15}$$

avec ρ_2 et ρ_1 les densités de dislocations des grains de part et d'autre du joint de grains.

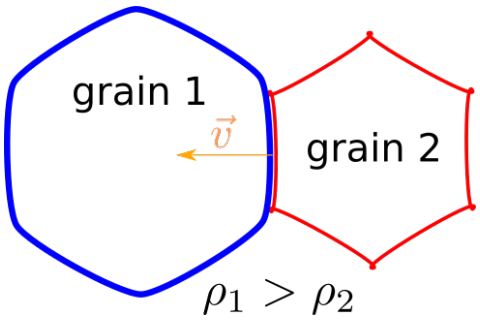


Figure 1.8 – Représentation de la pression motrice liée à l'énergie stockée P_e entre deux entitées.

1.5.1 La recristallisation dynamique

1.5.1.1 La recristallisation dynamique discontinue

Le phénomène de recristallisation dynamique discontinue est le processus de recristallisation le plus discuté dans la littérature. Il est observé dans des matériaux de faible à moyennes énergies de fautes d'empilement et a la particularité de présenter les deux étapes de germination et de croissance de manière très distincte. Il est difficile de définir sur quels critères baser l'apparition des germes dans une représentation discontinue. À partir de quel moment considère-t-on qu'il s'agit d'un germe ? Quelles différences fait-on entre un germe et un grain recristallisé ? En effet, expérimentalement, sur la base d'essais interrompus, il reste difficile d'observer l'apparition d'un germe ou un germe juste après son apparition. Seuls des grains recristallisés de petites tailles sont visualisables. Les métallurgistes ont donc défini différents critères se basant sur des mesures de grandeurs macroscopiques ou microscopiques afin de déterminer des seuils à partir desquels il y a création de germes. Deux de ces critères sont détaillés ci-après.

1.5.1.1.1 Les critères de germination Un des critères les plus utilisés se base sur les courbes contrainte-déformation macroscopiques du matériau comme décrit dans la figure 1.9. La recristallisation est identifiée via le pic de contrainte observé sur la courbe. La déformation au pic ε_p désigne la déformation à partir de laquelle la recristallisation influe sur la contrainte ce qui se traduit par un adoucissement à l'échelle macroscopique. Huang et Logé dans leur review sur la recristallisation dynamique [25] ajoute que cette valeur de déformation ne correspond pas à l'apparition du premier germe mais plutôt aux premiers pourcentages de recristallisation. Une seconde grandeur ε_{cr}^{DRX} peut être définie comme la valeur de déformation à partir de laquelle la recristallisation est initiée à l'échelle microscopique. Ces deux grandeurs peuvent être reliées de manière empirique par une équation du type [37] :

$$\varepsilon_{cr}^{DRX} = A\varepsilon_p, \tag{1.16}$$

avec A une constante (< 1)

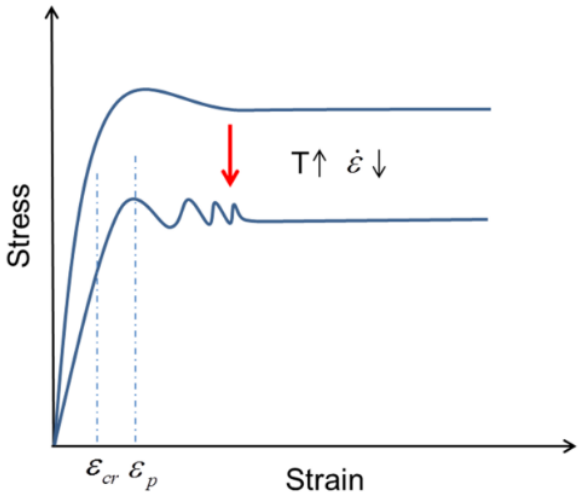


Figure 1.9 – Représentation des courbes contrainte-déformation macroscopiques pour définir un critère de germination [25].

Des méthodes plus analytiques sont également utilisées dans la littérature comme par Roberts et Ahlblom [38] qui déterminent une condition critique pour des alliages sans particules de seconde phase dans le cas où la restauration ne serait pas prise en compte. Une valeur de densité de dislocations critique peut être estimée comme critère de germination locale. La figure 1.11a montre la migration d'un HAGB vers le matériau non recristallisé de densité de dislocations ρ_{NR} à une vitesse de migration v [38]. La densité de dislocations au niveau du front du joint de grains est représentée par un gradient entre la valeur très faible du germe potentiel et celle élevée du grain écroui suivant une fonction $\rho(x)$ qui tend vers la valeur de densité de dislocations critique ρ_{cr}. Celle-ci peut être déterminée à partir du bilan d'énergies libres reliées à la germination et à l'équation d'évolution de la densité de dislocations.

$$\Delta G(r) = -\frac{4}{3}\pi r^3 \frac{\tau}{r} \int_0^r (\rho_{NR} - \rho(x))dx + 4\pi r^2 \gamma, \tag{1.17}$$

où le premier terme présente le différentiel d'énergie dû à l'élimination de dislocations et de joints de grains existants et le second terme correspond à l'apport d'énergie pour la création d'une nouvelle interface autour du germe en formation.

L'équation d'évolution de $\rho(x)$ est une combinaison de l'équation de migration des joints de grains (1.15) et de l'équation de description de la densité de dislocations lors de l'écrouissage (1.8) :

$$\rho(x) = \frac{\dot{\varepsilon}}{bLM\tau\rho_{NR}}. \tag{1.18}$$

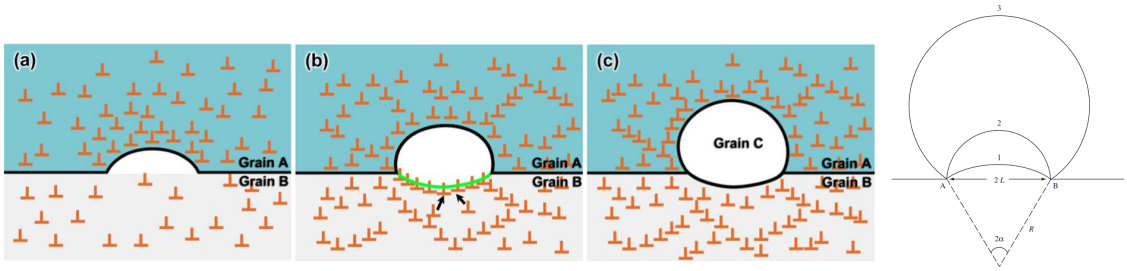
La densité de dislocations critique est atteinte pour la valeur de rayon critique définie par la théorie classique de germination présentée dans la figure 1.11b déterminant le rayon à partir duquel le nouveau grain formé sera viable dans la microstructure.

La densité de dislocations critique se définit à partir du maximum du différentiel d'énergies libres et de l'équation (1.18) :

$$\rho_{cr} = \left(\frac{16\dot{\varepsilon}\gamma}{3bLM\tau^2}\right)^{\frac{1}{3}}. \tag{1.19}$$

Si toutefois la restauration est prise en compte, il n'est plus possible de faire une estimation analytique de cette densité de dislocations critique du fait de la complexité des phénomènes mis en jeu, dans ce cas une approche itérative pourra être adoptée [39, 40].

1.5.1.1.2 Le mécanisme de germination Le mécanisme de germination le plus commun en recristallisation dynamique discontinue correspond à la migration des joints de grains par déformation induite (ou SIBM) décrite initialement par Beck and Sperry [41]. La figure 1.10a illustre ce mécanisme. Ce dernier se caractérise par le gonflement local du joint de grains (bulging en anglais). Le front de recristallisation avance dans la matrice écrouie en laissant derrière lui des régions avec une densité de dislocations faible (cf. la figure 1.10a). Ce mécanisme est favorable lorsque la baisse de l'énergie stockée par élimination des dislocations due aux déplacements du joint de grains et l'augmentation de la surface totale de joints de grains par renflement s'équilibrent. [42].



(a) (b)

Figure 1.10 – (a) Représentation du mécanisme de germination par SIBM [43], (b) Représentation de la création d'un germe par gonflement du joint de grains. [42, 44]

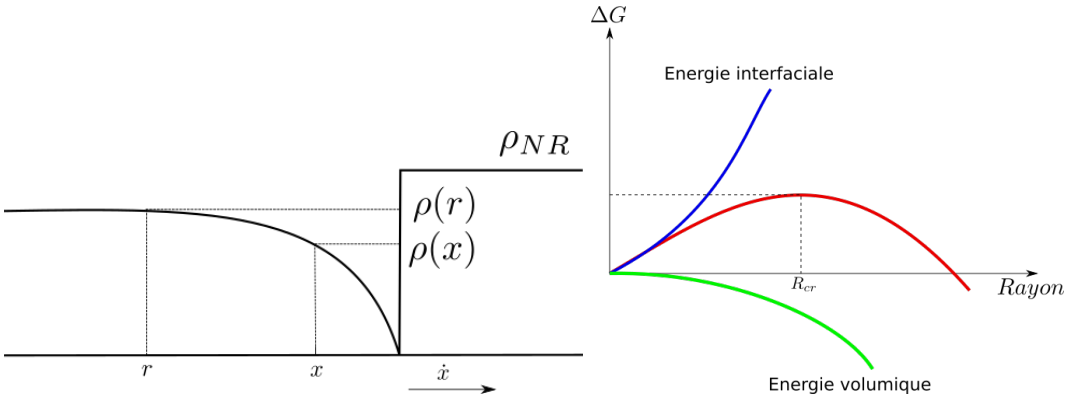
1.5.1.1.3 Le critère de taille de germe Une fois le critère de germination défini, il faut alors également décrire la taille du germe. Bailey et Hirsch se sont penchés sur cette question et ont déterminé un critère qui est très largement utilisé dans la littérature [44]. Issu du bilan thermodynamique du mécanisme de germination SIBM, le rayon critique détermine la valeur de rayon pour laquelle l'énergie stockée E_e est suffisante pour contrebalancer l'énergie interfaciale E_i tel que $\frac{dE_e}{dR} > \frac{dE_i}{dR}$ [32, 44] comme illustré dans la figure 1.10b :

$$4\pi R^2 \Delta\rho > 8\pi R\gamma \tag{1.20}$$

Le rayon critique associé est donc :

$$R_{cr} > \frac{2\gamma}{\tau\Delta\rho}. \tag{1.21}$$

avec $\Delta\rho$ le différentiel de densité de dislocations entre deux entités. Cette formule peut également être établie en considérant l'inéquation $P_e > P_c$ en 3D pour des germes sphériques, *i.e.* $\tau\Delta\rho > \gamma\kappa_{cr} = \frac{2\gamma}{R_{cr}}$.



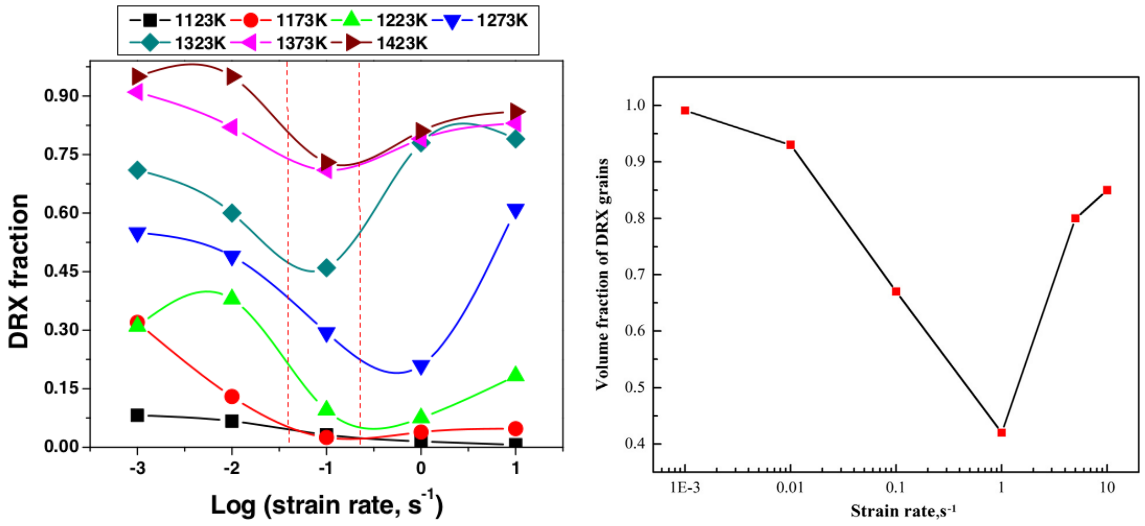
(a) (b)

Figure 1.11 – (a) Représentation de la condition critique de densité de dislocations pour la germination. [45], (b) Représentation de la théorie classique de germination.

1.5.1.1.4 Les conditions thermomécaniques d'influence sur la germination La recristallisation dynamique discontinue est influencée par de nombreux paramètres. Le niveau de déformation impacte fortement la recristallisation. Une déformation minimale critique ε_{cr}^{DRX} est requise pour déclencher la recristallisation et se traduit par la quantité nécessaire de défauts introduits par la déformation pour déclencher le phénomène.

La température est également un paramètre de premier ordre pour la recristallisation. Comme les autres phénomènes ayant lieu pendant la mise en forme, la recristallisation est également thermiquement activée par l'impact de la mobilité sur la migration des joints de grains. La température de déformation joue un rôle sur la cinétique de la recristallisation. La figure 1.12a montre l'accélération de la cinétique de recristallisation lorsque la température de déformation passe de 850°C à 1150°C [46].

La vitesse de déformation influence également la cinétique de recristallisation. Comme le montrent les figures 1.12a et 1.12b la fraction de grains recristallisés n'a pas une évolution monotone avec la vitesse de déformation. L'augmentation de la vitesse de déformation entre 0,001 s^{-1} et 0,1 s^{-1} tend à faire baisser la fraction de grains recristallisés. Cependant, il a souvent été constaté [46–48] qu'au-dessus de 0,1 s^{-1}, on observe une tendance inverse pour la cinétique de recristallisation. Cet effet de la vitesse de déformation a été étudié par Nicolaÿ *et al.* [48]. Son étude montre que certains travaux [47] considèrent la cinétique de recristallisation globale de la microstructure comme étant la cinétique de recristallisation dynamique discontinue. Cette hypothèse est acceptable dans le cas de vitesses de déformation en dessous de 0,1 s^{-1} que l'on qualifiera pour ce manuscrit de faibles vitesses de déformation. Pour les vitesses à partir de 0,1 s^{-1}, que l'on qualifiera de hautes vitesses, cette approximation n'est plus valable. En effet, Nicolaÿ *et al.* ont montré que la fraction recristallisée observée après une opération de compression est composée d'une fraction de grains recristallisés dynamiquement (représentée en orange dans la figure 1.13) et d'une fraction de grains recristallisés post-dynamiquement (représentée en bleu) apparaissant pendant le temps irréductible de quelques secondes entre la fin de la déformation et la trempe appelé temps de trempe ou délai de trempe.



(a) (b)

Figure 1.12 – (a) Représentation de l'évolution de la fraction de grains recristallisés selon la température et la vitesse de déformation sur du 316L amélioré à l'azote à ε=0.69 [46], (b) Effet de la vitesse de déformation sur la cinétique de recristallisation pour un super alliage base nickel à ε=0.7 [47].

La dissociation entre ces deux proportions est possible par la distinction des désorientations intragranulaires par analyse EBSD avec une amélioration de la résolution angulaire [48]. La cinétique de recristallisation post-dynamique est très sensible à l'augmentation de la vitesse de déformation comme le montre la zone bleue de la figure 1.13. La cinétique de recristallisation post-dynamique et le temps de trempe sont donc deux éléments importants à prendre en compte pour un travail à hautes vitesses de déformation.

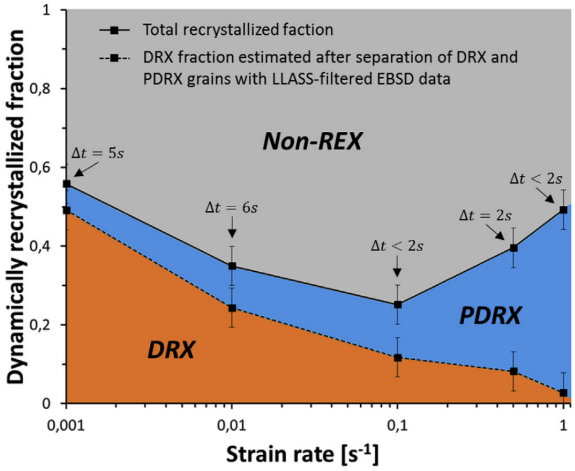


Figure 1.13 – Représentation de l'évolution des fractions recristallisées dynamique et post-dynamique en fonction de la vitesse de déformation pour de l'Inconel 718 [48].

La température peut être couplée à la vitesse de déformation au travers du paramètre de

Zener–Hollomon Z [49] afin d'étudier la recristallisation dynamique :

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q_D}{RT}\right), \tag{1.22}$$

avec Q_D l'énergie d'activation liée à la déformation, R la constante des gaz parfaits et T la température considérée isotherme au cours de la déformation. Ce paramètre traduit le fait que deux couples $(\dot{\varepsilon}, T)$ distincts peuvent fournir un écrouissage similaire lors de la déformation. L'augmentation de $\dot{\varepsilon}$ et la diminution de T ont en effet tous deux tendance à augmenter l'écrouissage du matériau pour un même niveau de déformation.

Comme illustré dans la figure 1.9, les conditions thermomécaniques (température / vitesse de déformation) agissent également sur les courbes macroscopiques. L'augmentation de la vitesse de déformation et la baisse de température favorisent l'apparition d'un pic de recristallisation net. Dans la configuration opposée, la contrainte d'écoulement tend à osciller, alternant entre des phases d'écrouissage et des phases d'adoucissement associées à des cycles de recristallisation [25].

1.5.1.2 La recristallisation dynamique continue

La recristallisation dynamique continue est favorisée pour des matériaux à haute énergie de faute d'empilement comme l'Aluminium ou le Zirconium et généralement pour de fortes déformations [42]. Une recristallisation relativement homogène se forme comparée à la recristallisation en collier associée à la recristallisation discontinue. Dans ce contexte, la distinction entre les étapes de germination et de croissance est difficilement perceptible. Longtemps, la recristallisation continue a été confondue avec une restauration prolongée donnant lieu à de la recristallisation statique [25]. En effet, la restauration permet dans les alliages favorables à ce type de recristallisation la mise en place de sous-structures délimitées par des LAGBs. Lors de la déformation, différents mécanismes comme l'augmentation homogène de la désorientation [42] ou la rotation progressive des réseaux proches des sous-joints de grains [42] s'activent pour atteindre la recristallisation. Les observations des courbes macroscopiques montrent qu'il n'y a pas de pic lié à la recristallisation dynamique continue aussi significatif qu'en recristallisation dynamique discontinue.

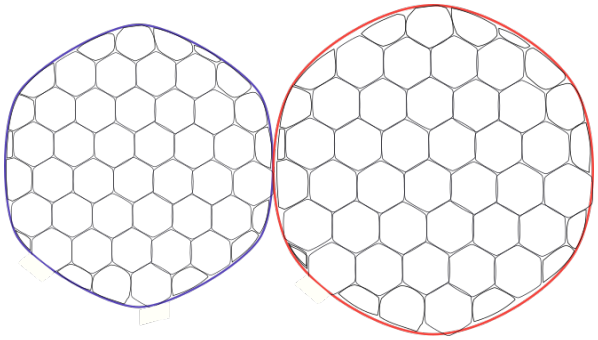
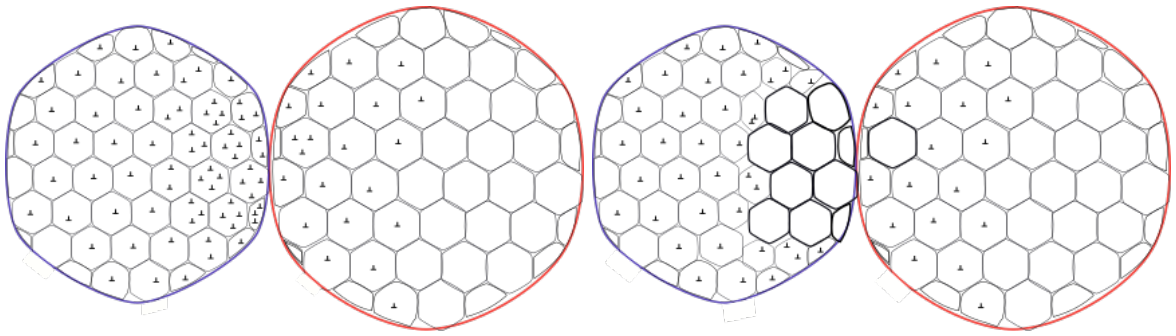


Figure 1.14 – Représentation de la microstructure avec son réseau de sous-joints de grains favorisant la recristallisation dynamique continue.

1.5.1.2.1 Les mécanismes de germination Deux mécanismes de recristallisation principaux sont observés en recristallisation dynamique continue. Un premier modèle proposé par Beck [50] et Cahn [51] se base sur la polygonisation (cf. section 1.4). Les sous-grains vont croître par migration suivant l'équation (1.11). Les dislocations générées par la déformation se trouvant dans la trajectoire de déplacement des LAGBs mobiles seront donc absorbées par ceux-ci. Une augmentation progressive de leur désorientation se met alors en place jusqu'à atteindre pour certains d'entre eux un angle $\theta_{cr} = 15°$. Ces sous-grains deviennent désormais des germes, car entourés de joints fortement désorientés HAGBs comme représenté dans la figure 1.15b.



(a) (b)

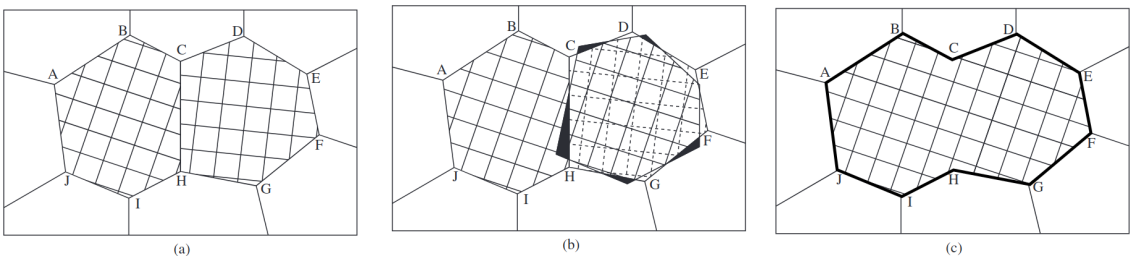
Figure 1.15 – (a) Création de dislocations à l'intérieur de la sous-structure des grains avec une augmentation progressive de l'angle de désorientation des LAGBs associés, (b) Certains LAGBs ont absorbé suffisamment de dislocations pour présenter une désorientation avec un angle égal à $\theta_{cr} = 15°$ et devenir des germes représentés par les sous-structures à traits noirs plus épais dans la figure 1.15b.

Le second mécanisme induit par la déformation correspond à la coalescence de sous-grains entre eux. Il peut également être assimilé à la rotation des sous-grains se trouvant proches des joints de grains déjà existants. Cette rotation permet la coïncidence des réseaux cristallins entre ces deux entités (cf. Figure 1.16b) mais également d'augmenter la désorientation permettant d'atteindre l'état de HAGBs. Ce mécanisme permet donc la disparition d'un certain nombre de LAGBs. Il est généralement favorisé à basse température et dans des matériaux où le mouvement des dislocations est ralenti par la présence de peu de systèmes de glissements ou d'effets d'ancrage [42]. Ce mécanisme est cependant de moins en moins évoqué dans l'état de l'art et correspond probablement à des événements très peu fréquents.

1.5.1.2.2 Le critère de germination Le critère de germination en recristallisation continue se base sur l'angle de désorientation entre les sous-grains. Pour une valeur d'angle de désorientation inférieure à 15° les sous-grains ne changent pas de statut. En revanche, si l'angle de désorientation dépasse 15°, considéré comme le seuil critique pour transformer un LAGB en HAGB, le sous-grain devient alors un germe de la microstructure.

1.5.2 La recristallisation post-dynamique

La recristallisation post-dynamique regroupe les modes de recristallisation agissant principalement après la déformation. Deux types de recristallisation post-dynamique existent :



(a) (b) (c)

Figure 1.16 – (a) Présentation de deux sous-grains non cohérents avec une orientation différente, (b) Rotation du réseau cristallin d'un des deux sous-grains et augmentation progressive de la désorientation par rapport aux sous-grains qui l'entourent, (c) Le sous-grain qui a pivoté se trouve dans la même orientation que son voisin de gauche et ils forment alors un germe [42].

- La recristallisation statique, dont les deux étapes, germination et croissance, ont lieu après la déformation.
- La recristallisation métadynamique pour laquelle les germes se forment pendant la déformation et leur croissance se poursuit pendant le temps de maintien en température suivant cette déformation.

1.5.2.1 La recristallisation statique

La recristallisation statique se démarque par la nécessité d'un temps d'incubation pouvant être décrit comme le temps nécessaire avant le déclenchement de la recristallisation. Ce phénomène peut s'observer dans deux cas de figure. Lors de mise en forme à froid, aucun phénomène thermiquement activé n'a alors lieu. L'énergie est uniquement stockée sous forme de dislocations dans le matériau. La recristallisation statique peut également se produire lors de faibles déformations à chaud qui n'atteignent pas la déformation critique pour déclencher la recristallisation dynamique ε_{cr}^{DRX}. L'énergie stockée après ce procédé de mise en forme à chaud est beaucoup plus faible que lors d'une déformation à froid. La déformation critique de déclenchement de la recristallisation statique ε_{cr}^{SRX} est autour de 0,1 soit 3 à 9 fois plus faible que pour de la recristallisation dynamique [52]. Dans les deux cas, lors de cette phase de traitement thermique à haute température $(0,6T_m)$, l'énergie stockée sous forme de dislocations se réarrange selon différents mécanismes pouvant être similaires à la restauration et la recristallisation continue telle que la polygonisation (cf. section 1.4) ou la coalescence de sous-grains (cf. section 1.5.1.2).

La recristallisation statique est sensible à la déformation impactant le nombre de sites de germination qui seront créés.
La recristallisation statique est très sensible à la température. Celle-ci affecte le nombre de germes par unité de temps et la mobilité des joints de grains [53, 54]. En revanche, la vitesse de déformation a un impact beaucoup moins marqué qu'en recristallisation dynamique. En effet, les niveaux de déformation donnant lieu à de la recristallisation statique sont faibles. La

quantité d'énergie stockée est donc très faiblement liée à la vitesse de déformation.

1.5.2.2 La recristallisation métadynamique

Le pré-requis à la recristallisation métadynamique [55] se déroule dans un premier temps pendant la phase de déformation. La microstructure est suffisamment déformée pour atteindre la déformation macroscopique de déclenchement de la recristallisation dynamique ε_{cr}^{DRX}. Contrairement à la recristallisation statique, aucun temps d'incubation n'est constaté. En effet, le germe étant déjà présent, la phase de croissance post-déformation est immédiate. La cinétique de recristallisation est alors plus rapide que dans le cas de la recristallisation statique. Pendant ce temps de maintien post-dynamique, des grains d'historique thermomécanique variés vont évoluer : des grains recristallisés dynamiquement qui seront en fin de croissance (selon la vitesse de déformation appliquée), des germes issus de l'étape dynamique entamant leur croissance par un procédé métadynamique ainsi que des grains très déformés appartenant à la microstructure initiale [56]. La présence de ces grains à des stades bien différents donne lieu à des cinétiques de recristallisation et des distributions de tailles de grains souvent complexes. Contrairement à la recristallisation statique, l'impact de la température et de la déformation sont relativement faibles. Cependant, cette recristallisation est beaucoup plus sensible à la vitesse de déformation. En effet comme discuté dans la section 1.5.1.1, la cinétique métadynamique est responsable de l'augmentation de la fraction recristallisée pour des vitesses supérieures à 0,1 s^{-1} dans les figures 1.12.

1.6 Conclusion

Ce chapitre a résumé les phénomènes microstructuraux intervenant au cours de procédés de mise en forme à chaud de matériaux monophasés. Les phénomènes physiques, les mécanismes associés ainsi que l'impact des conditions thermomécaniques sur les évolutions microstructurales avant, pendant et après la déformation à chaud ont été introduits. Un ensemble de phénomènes complexes apparaît lors des procédés de mise en forme à chaud. Ceux-ci peuvent être concomitants ou consécutifs et travailler ensemble ou interagir entre eux. La figure 1.17 décrit un chemin thermomécanique simple suivi par un matériau durant un procédé de mise en forme à chaud. Elle regroupe également la temporalité de l'apparition de ces phénomènes les uns par rapport aux autres ainsi que les évolutions microstructurales associées. Les phénomènes de croissance de grains et d'écrouissage sont toujours actifs sans dépendance au matériau analysé. Ceci est représenté par des lignes continues dans la figure 1.17. À l'inverse, certaines conditions thermomécaniques et le type de matériau impactent le type de phénomène observé. C'est le cas de la recristallisation dynamique, post-dynamique et de la restauration. La recristallisation dynamique continue et discontinue sont substituables l'une par rapport à l'autre et seront observables selon le niveau d'énergie de faute d'empilement du matériau, l'échelle spatio-temporelle considérée et les conditions thermomécaniques employées. La restauration est un phénomène en concurrence avec la recristallisation. En effet, la pression motrice provient de l'énergie stockée sous forme de dislocations pour ces deux phénomènes. La recristallisation statique et métadynamique sont toutes les deux des phénomènes

post-dynamiques, mais ces phénomènes n'ont pas forcément lieu dans le même type de matériaux ou favorisés par les mêmes conditions thermomécaniques. La plupart de ces phénomènes impactent directement la microstructure en lui imposant d'évoluer. Seule la restauration ne modifie pas les HAGB. Toutes ces évolutions sont schématisées et légendées dans la figure 1.17.

Ces différents phénomènes peuvent parfois comporter plusieurs étapes et recourir à des mécanismes atomiques et mésoscopiques variés. Ceux-ci sont répertoriés dans le tableau 1.2. La recristallisation dynamique discontinue présente deux étapes bien distinctes comparés à son homonyme continue où cette distinction est difficile. Les mécanismes de recristallisation dynamique se mettant en place diffèrent également. En recristallisation dynamique discontinue, une migration des joints de grains induite par la déformation (SIBM) est l'acteur majeur de la recristallisation. En revanche, en recristallisation continue l'augmentation homogène de la désorientation des LAGBs est privilégiée. Cependant, il est important de noter que la séparation de ces phénomènes de recristallisation est plus basée sur une terminologie historique que sur des considérations physiques. Les différences entre recristallisation continue et discontinue sont surtout liées à l'échelle spatio-temporelle considérée pour les observations microstructurales. De hautes énergies de faute d'empilement et des conditions thermomécaniques en grandes déformations vont avoir tendance à favoriser la recristallisation dynamique continue. La cinétique rapide du phénomène de recristallisation ne permet pas avec la grande majorité des outils actuels de discerner le moment exact de formation d'un germe en recristallisation dynamique. Certains matériaux présentent les deux types de recristallisation dynamique au cours de leur mise en forme [33, 34] soutenant la possibilité d'un phénomène unique de recristallisation dont l'expression diffère selon les caractéristiques citées précédemment.

La déformation et la température ont un impact sur le déclenchement de la recristallisation. La température joue un rôle important en accélérant la cinétique de recristallisation. Enfin, la vitesse de déformation est également un paramètre d'importance dans ces travaux et a un impact non négligeable sur la cinétique. En effet, lorsque la vitesse de déformation augmente et dépasse 0,1 s^{-1} les travaux de Nicolaÿ *et al.* [48] ont montré que la fraction recristallisée est répartie entre une fraction issue de la recristallisation dynamique et une autre issue de la recristallisation post-dynamique. La recristallisation post-dynamique apparait à la suite de la déformation souvent pendant le temps de trempe du matériau. La proportion de grains recristallisés post-dynamiquement augmente avec la vitesse de déformation de manière non négligeable jusqu'à devenir la fraction principale de recristallisation à des vitesses au-dessus de 0,1 s^{-1}. Dans le cas de notre étude, l'effet de la vitesse de déformation sur la cinétique de recristallisation est donc un élément important à prendre en compte.

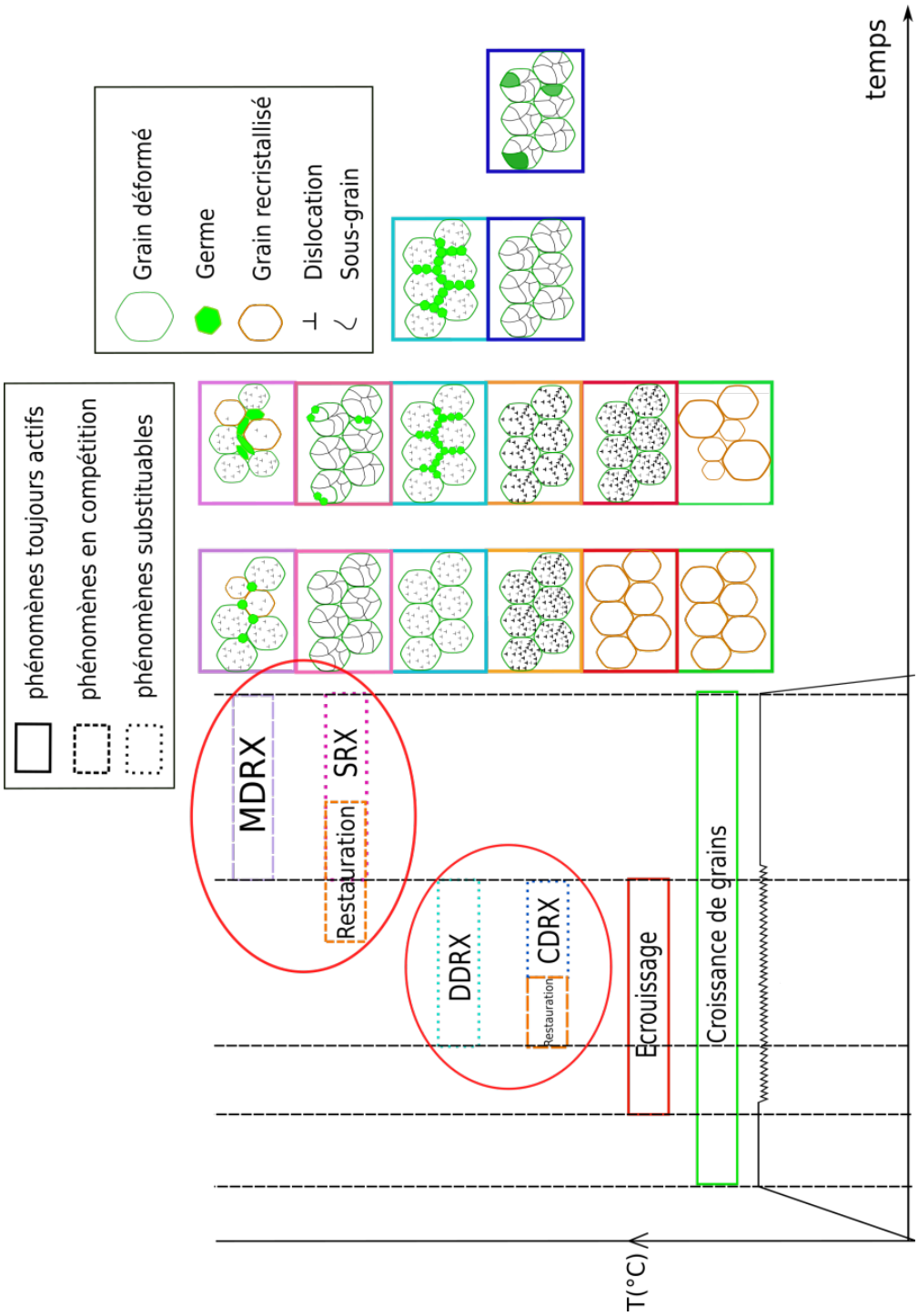


Figure 1.17 – Schéma bilan représentant l'ensemble des phénomènes apparaissant lors d'un procédé de mise en forme à chaud.

Phénomènes	Étapes	Mécanismes	Paramètres	Loi importante	Phénomènes concurrents	Paramètres forces motrices
GG	Croissance des grains	Diffusion atomique thermiquement activée	T, D	$\frac{dR}{dt} = -M\gamma\kappa$	Ancrage de Smith-Zener, Traînage de solutés	courbure, Énergie d'interface
Écrouissage	4 stades de déformation	Création de dislocations par boucle de dislocations, déplacement des dislocations par glissement sur les plans favorables	$\varepsilon, \dot{\varepsilon}$	$\frac{d\rho^+}{dt} = \frac{\dot{\varepsilon}}{bL}$	Ancrage de Smith-Zener	Contrainte
RV	Annihilation des défauts ponctuels, Annihilation des dislocations en opposition, Ré-arrangement des dislocations libres en sous-structures, polygonisation, Croissance des sous-grains	Montée de dislocations, Glissement, Glissement dévié, Diffusion atomique	T_R, T_D, SFE, ε	$\frac{d\rho^-}{dt} = -r\rho$	DDRX	Température
DDRX	Germination, Croissance de grains	SIBM	ε, T, $\dot{\varepsilon}$	$\frac{dR}{dt} = M(\tau\Delta\rho)$	RV	Énergie stockée sous forme de dislocations
CDRX	1 étape (germination, croissance des grains)	Augmentation homogène de la désorientation des LAGBs, Rotation progressive des sous-grains	$\varepsilon, T, \dot{\varepsilon}$	-	RV	Énergie stockée sous forme de dislocations
SRX	Ré-arrangement des dislocations, Germination	Polygonisation, Coalescence de sous-grains, Augmentation de la désorientation des LAGBs	ε, T	-	MDRX	Énergie stockée sous forme de dislocations
MDRX	Germination dynamique, Croissance post-déformation	Germination par SIGM ou désorientation des LAGBs selon le type de recristallisation , croissance des grains par diffusion atomique et énergie stockée	$\dot{\varepsilon}$	-	SRX	Énergie stockée sous forme de dislocations

Table 1.2 – Tableau regroupant les points importants définissant un phénomène pendant un procédé de mise en forme à chaud. GG : Croissance de grains, RV : Restauration, DDRX : Recristallisation dynamique discontinue, CDRX : Recristallisation dynamique continue, SRX : Recristallisation statique, MDRX : Recristallisation métadynamique, LAGBs : Joints de grains faiblement désorientés, SIBM : Migration des joints de grains induite par la déformation, T : Température, T_R : Température de recuit, T_D : température de déformation, D : taille de grains

Chapitre 2

État de l'art des modèles à champ moyen pour les procédés de mise en forme à chaud sur des alliages monophasés

Résumé Ce chapitre présente un état de l'art des modèles à champ moyen pour la prédiction des microstructures lors des procédés de mise en forme à chaud. Ces modèles sont introduits par phénomène intervenant au cours du processus de mise en forme, à savoir les modèles de croissance des grains, de recristallisation statique puis les modèles de recristallisation dynamique continue ou discontinue. Chaque modèle est accompagné de la description de la microstructure employée au travers de schémas qui reprennent également les caractéristiques microstructurales considérées. Les équations constitutives pour l'évolution des microstructures sont également présentées. On distingue trois catégories de représentation de la microstructure en fonction de leur complexité :

- Les modèles à valeurs moyennes qui décrivent l'évolution moyenne d'une ou plusieurs caractéristiques microstructurales.
- Les modèles à milieu homogène équivalent (HEM) : ces modèles utilisent une représentation où un grain est situé au sein d'un milieu homogène équivalent, caractérisé par les propriétés moyennes de la microstructure. Dans cette configuration, les grains interagissent uniquement avec cet environnement homogène équivalent au cours de leur évolution.
- Les modèles à voisinage : les descriptions les plus élaborées impliquent l'utilisation d'un voisinage. Ce voisinage peut être statistique, déterministe ou mixte. Dans ce cadre, les grains interagissent avec des voisins qui leur sont assignés. Cette hypothèse permet de se rapprocher des données expérimentales et des modèles à champ complet pour lesquels la topologie est explicitement modélisée.

Pour chaque modèle, trois équations constitutives fondamentales sont également présentées : l'équation de migration des joints de grains qui modélise l'évolution de la taille des grains ; l'équation de l'évolution de la densité de dislocations et l'équation du nombre de germes par unité de temps (ces deux dernières équations se rapportent à la recristallisation uniquement).

L'objectif principal de ce chapitre est de se focaliser sur une comparaison des différentes descriptions de la microstructure et des lois constitutives associées.

Abstract This chapter offers a state of the art of mean-field models used to describe microstructure evolution during hot metal processes. These models are presented by phenomenon occurring during the forming process, including grain growth, static recrystallization, and continuous or discontinuous dynamic recrystallization models. Each model comes with a detailed description of the microstructure, through schematics, associated state variables and constitutive laws. There are three categories of microstructure representation based on their complexity :

- Mean-value models focus on average behavior without representing the microstructure itself.
- Homogeneous Equivalent Medium (HEM) models : These models use an implicit microstructure representation where a grain is placed within an homogeneous equivalent medium characterized by average properties of the microstructure. In this perspective, grains interact only with this homogeneous environment during their evolution.
- Models with neighborhood : Most advanced descriptions involve the use of a specific neighborhood, whether statistically, in a deterministic way or a mix of both. In this framework, grains interact only with their assigned neighbors. This approach aims to get closer to experimental data and full-field simulations where the topology is explicitly described.

For each model, the three fundamental constitutive laws are also presented : the grain boundary migration equation, which models grain size evolution ; the dislocation density evolution equation and the nucleation rate equation (these last two are only related to recrystallization).

The aim of this chapter is to focus on the comparison of the different existing approaches concerning the microstructure description and the associated constitutive laws.

2.1 Introduction aux modèles à champ moyen

Ce chapitre a pour but de présenter un état de l'art des modèles à champ moyen de la littérature et de discuter de leurs spécificités. Nous nous attarderons en particulier sur la manière dont est représentée la microstructure ainsi que sur les équations constitutives utilisées afin de décrire les mécanismes physiques à l'origine des évolutions microstructurales lors des procédés de mise en forme à chaud. Le cadre de cette thèse se limite aux alliages monophasés dont les phénomènes physiques d'intérêt sont la croissance de grains et la recristallisation. Ce chapitre, au travers de cet état des lieux des modèles existants dans la littérature, permettra de définir le cadre de travail utilisé dans cette thèse afin d'étendre le domaine de validité concernant la vitesse de déformation. Les modèles sélectionnés ont été choisis pour leur valeur historique en tant que modèles de référence établis dans le domaine des modèles à champ moyen, ainsi que pour leur pertinence. Certains sont des modèles de référence historiques qui ont marqué des avancées significatives dans le domaine, tandis que d'autres sont des modèles historiques à l'échelle du laboratoire et dont notre modèle actuel a hérité certaines de ses caractéristiques.

Les modèles à champ moyen se définissent par une représentation implicite de la microstructure. Contrairement à un modèle champ complet dans lequel on représente explicitement la microstructure, les modèles à champ moyen limitent la description de la microstructure à une représentation simplifiée ou statistique. L'intérêt de ces modèles est, en revanche, de conserver la description physique des phénomènes métallurgiques contrairement à des modèles purement phénoménologiques tout en proposant des simulations à faible complexité comparativement à des simulations à champ complet.

Nous allons à présent détailler les différentes simplifications les plus couramment employées dans ces modèles de la littérature. Une première hypothèse commune aux modèles à champ moyen présentée dans ces travaux est de choisir une représentation simplifiée de la forme des grains, la plupart du temps considérés sphériques [39, 57–66].
Expérimentalement, un grain peut être caractérisé par un certain nombre de grandeurs tel que son rayon équivalent, sa densité de dislocations moyenne, son orientation cristallographique ou l'énergie de surface de ses joints de grains. Une majorité de ces modèles réduisent le nombre de grandeurs qui caractérisent un grain à son rayon équivalent et à sa densité de dislocations [57, 58, 64–67]. Ces grandeurs peuvent être moyennées sur l'ensemble de la microstructure donnant accès à des cinétiques ou tendances moyennes de l'évolution du polycristal [68].
Une représentation fréquente est de schématiser la microstructure comme un grain entouré d'un milieu homogène équivalent (HEM pour "Homogeneous Equivalent Medium") ayant pour caractéristiques les grandeurs moyennes de la microstructure [57, 61, 64]. D'autres modèles ont une approche plus statistique en considérant que chaque grain de la microstructure est statistiquement entouré par tous les autres et interagissent avec ce grain proportionnellement à leur taille [58, 69]. Des modèles à topologie plus développés tiennent compte d'interactions exclusives entre un grain et un voisinage spécifique composé d'un nombre fini de grains [66, 67].
Les faibles temps de calcul sont un atout des modèles à champ moyen. Cet atout vient du

fait qu'une grande majorité des modèles utilisent des distributions de tailles de grains permettant de limiter le nombre d'entités dans le modèle [39, 58, 63, 67]. Ainsi, l'ensemble des grains initiaux du polycristal sont répartis dans une distribution avec un nombre limité de classes "n" comme présenté dans la figure 2.1 où la distribution est limitée à 5 classes de tailles de grains. Tous les grains de la microstructure sont rangés dans ces n classes de grains auxquelles sont associées des fréquences. Ces fréquences correspondent au nombre de grains de la microstructure ayant une taille de grains telle que $D_i^{rep} - \varepsilon < D < D_i^{rep} + \varepsilon$ où 2ε est la largeur de la classe de grains i. D_i^{rep} correspond au diamètre du grain représentatif de la classe de grains i. Les grains d'une même classe sont alors tous équivalents (possédent des caractéristiques communes) et auront donc une réponse mécanique et thermique identique.

Pour alléger l'écriture, mais par abus de langage, le mot "grain" sera utilisé pour définir une classe de grains dans ces travaux. Dans les cas spécifiques où cette définition est modifiée, cela sera précisé. De la même manière, le diamètre évoquera toujours le diamètre représentatif de la classe de grains considérée D_i^{rep}.

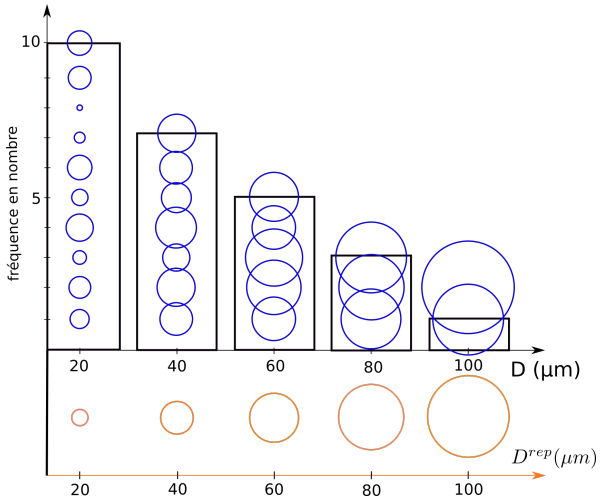


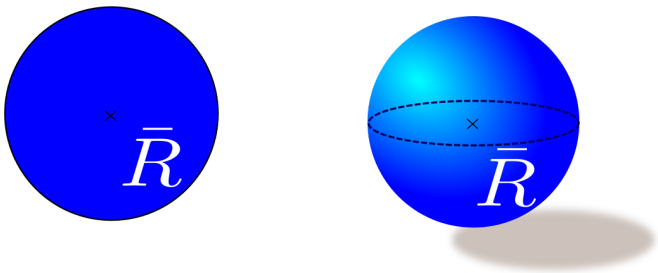
Figure 2.1 – Représentation statistique de la microstructure en distribution de classes de grains.

2.2 Modèles à champ moyen en croissance de grains

Les premiers modèles à champ moyen historiquement développés ont concerné le phénomène de croissance de grains. Ils visent à décrire l'évolution des microstructures uniquement gouvernée par la minimisation de l'énergie d'interfaces liée aux joints de grains. La pression motrice résultante est liée à l'énergie d'interface et à la différence de rayon de courbure entre grains voisins.

2.2.1 Le modèle de Burke & Turnbull

Le modèle de Burke & Turnbull proposé en 1952 [68] illustre le sens premier du terme modèle à champ moyen. Il ramène la représentation de la microstructure à des considérations



(a) (b)

Figure 2.2 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Burke & Turnbull en (a) 2D et (b) 3D.

géométriques et tient compte d'un unique paramètre qui est la taille de grains moyenne (le rayon moyen est ici considéré - cf. figure 2.2). La taille de grains moyenne $\bar{R}$ se calcule comme la moyenne arithmétique de tous les rayons équivalents des grains composant la structure telle que :

$$\bar{R} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} R_i, \tag{2.1}$$

avec n le nombre de grains de la microstructure et R_i le rayon du cercle ou de la sphère équivalente au grain i (*i.e.* de même surface ou de même volume, respectivement). Cette définition de taille moyenne sera valable pour tout l'état de l'art sauf mention contraire.

Le phénomène de croissance de grains est modélisé comme une fonction du rayon de courbure moyen de tous les grains de la microstructure $f(\frac{1}{\bar{R}})$. La vitesse de migration des joints de grains est donc proportionnelle à ce rayon de courbure tel que :

$$d\bar{R} = MP_c dt \tag{2.2}$$

$$P_c = \frac{\alpha\,(d-1)\,\gamma}{\bar{R}}, \tag{2.3}$$

avec α une constante géométrique, γ l'énergie des joints de grains supposée homogène et isotrope, M la mobilité des joints de grains supposée constante pour une température donnée et d la dimension de l'espace considéré.

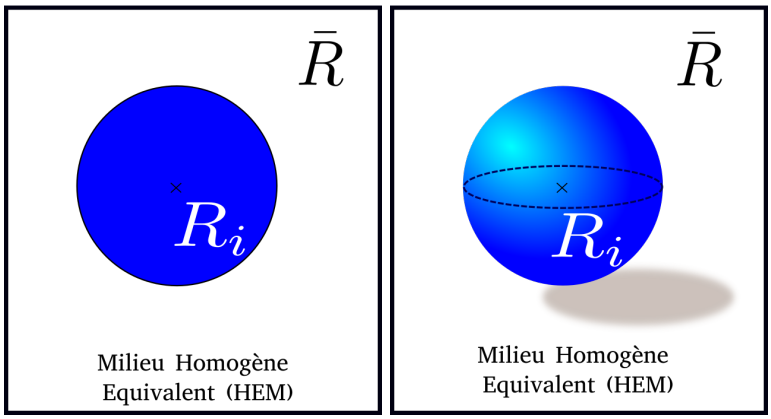
Cette loi est également très communément utilisée dans la littérature sous la forme intégrée et reflète la croissance en $\sqrt{t}$ de la taille moyenne des grains durant la croissance de grains :

$$\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2 = 2\alpha M(d-1)\gamma t, \tag{2.4}$$

avec $\bar{R}_0$ le rayon moyen de la distribution initiale.

2.2.2 Le modèle d'Hillert

En 1965, Hillert a proposé un modèle en croissance de grains en 2D [57] et extensible au 3D. Les grains composant la microstructure sont modélisés par des disques parfaits en 2D et des sphères en 3D. Comme dans le modèle précédent, la microstructure est représentée par la seule



(a) (b)

Figure 2.3 – Représentation de la microstructure pour le modèle d'Hillert en (a) 2D et (b) en 3D.

variable de taille de grains. Il s'agit d'un modèle mettant en place une approche plus locale où chaque grain est représenté par son rayon R_i et se trouve entouré d'un milieu homogène équivalent (cf. figure 2.3). Ce milieu est caractérisé par une taille de grains moyenne calculée comme dans l'équation (2.1). Dans ce cadre, la migration des joints de grains est déterminée pour chaque grain i. La pression motrice capillaire $P_{c_{(i)}}$ de la classe de grains i, décrit la différence entre le rayon de courbure moyen du milieu homogène équivalent et celui d'un grain i :

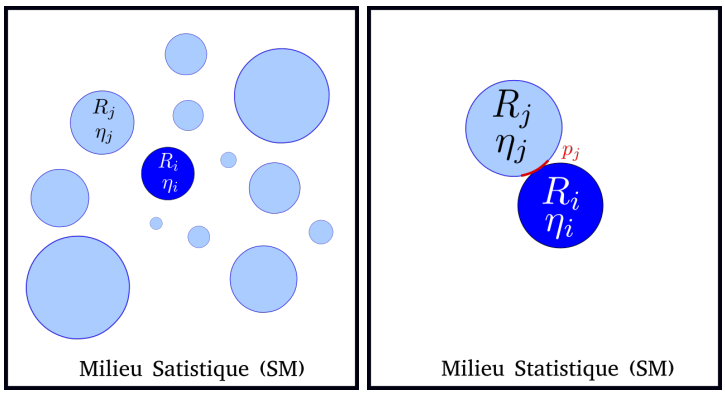
$$dR_i = MP_{c_{(i)}}dt. \tag{2.5}$$

$$P_{c_{(i)}} = \frac{(d-1)}{2}\gamma\left(\frac{1}{\bar{R}} - \frac{1}{R_i}\right),$$

Suivant cette équation, le grain i va croître lorsque $R_i > \bar{R}$, diminuer en taille lorsque $R_i < \bar{R}$ et stagner en cas d'égalité.

2.2.3 Le modèle d'Abbruzzese *et al.*

Abbruzzese *et al.* ont proposé en 1992 une évolution du modèle d'Hillert en 2D en remplaçant le milieu homogène équivalent par un milieu statistique ("Statistical Medium" (SM)) composé de tous les grains de la microstructure [58]. Ce modèle utilise une distribution de tailles de grains en ajoutant une variable : la fréquence en nombre associée aux classes de grains η_i. Le milieu statistique représente les voisins potentiels du grain de classe i. L'interaction entre la classe i et les autres classes appartenant à la microstructure se fait au travers d'une probabilité de contact. En 2D, le contact statistique entre deux classes voisines i et j se définit comme étant une fraction du périmètre de la classe voisine j. La probabilité d'une classe j ne dépend que de sa taille R_j et contribuera de manière identique à l'évolution de toutes les classes de grains i considérées. La probabilité de contact p_j est donnée par le ratio entre le périmètre de la classe de grains j et la somme des périmètres de tous les grains



(a) (b)

FIGURE 2.4 – Représentation de la microstructure pour le modèle d'Abbruzzese *et al.* en (a) 2D avec (b) représentation de la probabilité de contact.

constituant la microstructure :

$$p_j = \frac{2\pi\eta_j R_j}{\sum_{k=1}^{n} 2\pi\eta_k R_k} = \frac{\eta_j R_j}{\sum_{k=1}^{n} \eta_k R_k}, \forall j \in [\![1, n]\!], \tag{2.6}$$

où n est le nombre de classes de grains de la microstructure et η_k le nombre de grains appartenant à la classe k.

La migration des joints de grains entre deux classes voisines i et j s'écrit de la manière suivante :

$$dR_{(i,j)} = MP_{c_{(i,j)}} dt. \tag{2.7}$$

Comme expliqué par la représentation statistique, la classe de grain i est entourée de n classes voisines. La migration des joints de grains globale perçue par la classe de grain i est donnée par la somme du produit des variations locales $dR_{(i,j)}$ et la probabilité de contact avec chaque classe voisine de la microstructure :

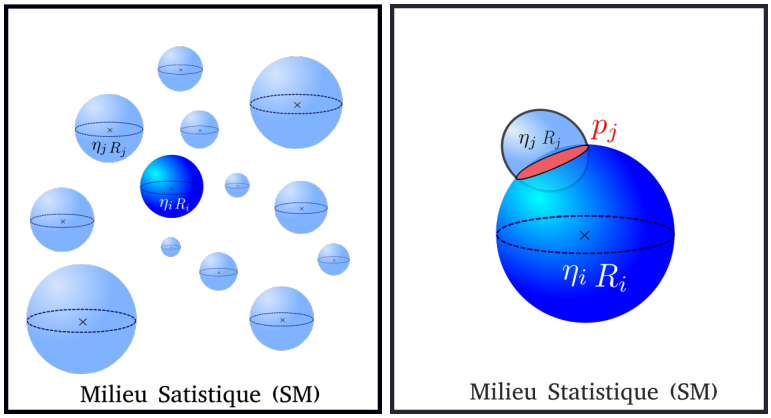
$$dR_i = \sum_{j=1}^{n} p_j dR_{(i,j)} = \sum_{j=1}^{n} p_j MP_{c(i,j)} dt = M\frac{\gamma(d-1)}{2} \sum_{j=1}^{n} p_j \left(\frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i}\right) dt. \tag{2.8}$$

2.3 Modèles à champ moyen en recristallisation statique

La recristallisation statique a lieu pendant le traitement thermique ou maintien en température après déformation à chaud ou à froid (comme décrit dans la section 1.5.2.1). Cette étape de déformation est généralement synonyme de stockage des dislocations dans la microstructure. Lors du temps de post-déformation, plusieurs phénomènes peuvent apparaître : la restauration, la recristallisation post-dynamique et la recristallisation statique. La restauration permet le réarrangement des dislocations au sein de la microstructure menant à une baisse de la densité globale de dislocations, mais sans évolution notable des joints de grains fortement désorientés. Des modèles de relaxation sont utilisés pour décrire la cinétique de restauration par rapport à l'évolution de la densité de dislocations [39, 70, 71]. Cette réorganisation participe à la désorientation locale de sous-joints de grains et/ou permet de franchir

un seuil critique d'énergie libre conduisant à la création de nouveaux germes de recristallisation statique.

2.3.1 Le modèle de Di Schino *et al.*



(a) (b)

Figure 2.5 – (a) Représentation de la microstructure pour le modèle proposé par Di Schino *et al.* en 3D, (b) Zoom sur la probabilité de contact introduite entre 2 classes de grains.

Le modèle décrit par Di Schino *et al.* [72] propose une version 3D d'un modèle couplant la croissance de grains et la recristallisation statique. Il repose sur la représentation statistique du voisinage proposée par Abbruzzese *et al.* [58]. Ce modèle est représenté par deux variables d'états : le rayon d'une classe R_i et la fréquence associée à cette classe η_i. La densité de dislocations ρ et le nombre de germes sont des paramètres d'entrée du modèle. Ils sont considérés comme des paramètres d'ajustement. L'évolution de ρ est validée par la dépendance σ/ρ de la loi de Taylor (cf. équation 1.10) [27]. L'évolution de la microstructure modélisée par la migration des joints de grains repose dans ce modèle sur trois grandes hypothèses :

- La "superposition des rayons de courbure moyens dans les joints de grains individuels", traduisant la construction de la migration des joints de grains sur le modèle d'Abbruzzese *et al.* avec les équations (2.7) et (2.8).
- L'hypothèse d'un "voisinage homogène de grains" est également définie. Chaque grain appartenant à une même classe a alors un unique voisinage et par conséquent une vitesse de croissance identique.
- La dernière hypothèse de "vecteurs de grains aléatoire" transcrit l'utilisation d'une probabilité de contact au sens du modèle d'Abrruzzese *et al.* [58].

Dans ce modèle, il est considéré que la population de germes est déjà présente dans la microstructure déformée et est définie par une distribution de tailles et une densité de dislocations ρ_r inférieure à celle de la matrice déformée ρ_d. La variation totale de rayon dR_i associée de la classe de grains i par rapport à son voisinage se calcule par la somme des variations locales $dR_{(i,j)}$. Les grains recristallisés sont considérés en croissance libre dans les grains

déformés jusqu'au contact entre eux. On définit un index i^* de classes de grains de rayon R_{i^*} à partir duquel tous les grains sont en contact. Les classes de grains inférieures à l'index i^*, en croissance libre, interagissent principalement avec le gain i avec une pression motrice liée à l'énergie stockée. Les classes supérieures à cet index qui sont donc déjà en contact avec le grain i interagissent uniquement par capillarité. L'équation décrivant la vitesse de migration des joints de grains est la suivante :

$$dR_i = M\left(\left(\frac{\tau}{3}(\rho_d - \rho_r) - \frac{2\gamma}{R_i}\right)\sum_{j=1}^{i^*-1} p_j + \gamma\sum_{j=i^*}^{n} p_j\left(\frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i}\right)\right)dt, \tag{2.9}$$

où n est le nombre total de grains de la microstructure et τ l'énergie par unité de ligne de dislocation.

En 3D, la probabilité de contact p_j prend la forme d'un ratio de surface traduisant que l'intersection entre deux sphères est une surface circulaire telle que :

$$p_j = \frac{\eta_j \pi R_j^2}{\sum_{k=1}^{n} \eta_k \pi R_k^2} = \frac{\eta_j R_j^2}{\sum_{k=1}^{n} \eta_k R_k^2} \text{ avec } j \in [\![1, n]\!]. \tag{2.10}$$

On définit un volume d'influence permettant de déterminer le rayon d'influence R_{i^*} (illustré en figure 2.6a) :

$$V^I = \frac{1}{N_T}\left(1 - \sum_{i=1}^{n} \eta_i V_i\right) = \frac{1 - f_{RX}^v}{N_T}, \tag{2.11}$$

avec N_T le nombre de grains total par unité de volume, f_{RX}^v la fraction volumique recristallisée, V_i le volume de la classe de grains i et R_{i^*} varie entre 0 quand tous les grains sont en contact et $(\frac{3}{4}\pi N_T)^{\frac{1}{3}}$.

Les mêmes auteurs ont proposé une amélioration de ce modèle [73] (illustré en figure 2.6b) en considérant un volume d'interaction proportionnel au volume du grain i. Ce volume est donc calculé pour chaque classe de grains :

$$V_i^I = \frac{4\pi R_i^3}{3}\left(\frac{1}{f_{RX}^v} - 1\right). \tag{2.12}$$

Dans le but de réduire le nombre de paramètres libres à fixer, une loi constitutive sur la déformation plastique a également été ajoutée permettant d'établir une relation entre la déformation et la densité de dislocations et de déterminer la fraction recristallisée initiale :

$$\varepsilon = \rho b 2 R_{cr}, \text{ et } f_{RX}^{v_{init}} = \frac{4\pi}{3} N_T \left(\frac{\varepsilon}{2\rho b}\right)^3. \tag{2.13}$$

avec R_{cr} le diamètre moyen de la distribution de germes initialement présents dans la microstructure.

2.3.2 Le modèle de Zurob *et al.*

Zurob *et al.* ont proposé un des premiers modèles à base physique décrivant la germination [59]. Ce modèle permet de décrire le temps d'incubation et le nombre de germes créé par unité de temps en prenant en compte uniquement la germination de type SIBM (Strain

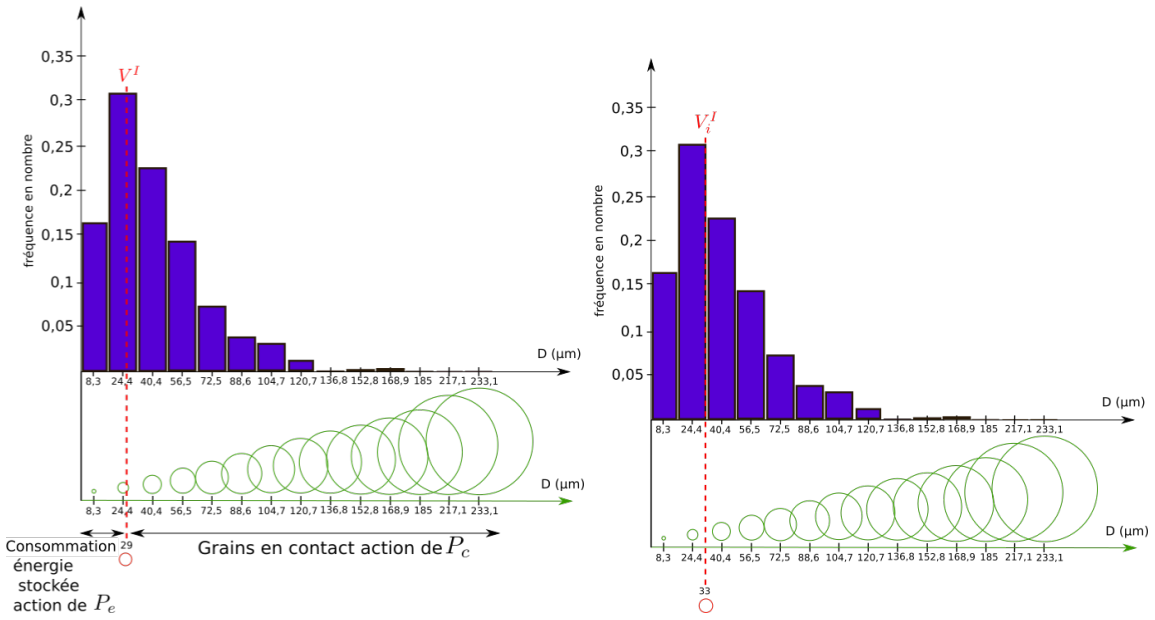


Figure 2.6 – (a) Représentation du volume d'influence sur une distribution de classes de grains recristallisés à 90 % en prenant en compte V^I avec l'équation 2.11, (b) Représentation du volume d'influence sur une distribution de classes de grains recristallisés à 90 % en prenant en compte V_i^I avec l'équation 2.12 pour la classe de grains D_i=8.3 μm.

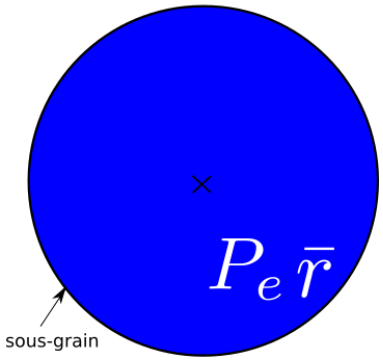


Figure 2.7 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Zurob *et al.* en 2D [59].

Induced grain Boundary Migration en anglais). Dans leurs travaux, Zurob *et al.* ont appliqué leur développements à de la recristallisation statique, mais ceux-ci peuvent également être appliqués en dynamique comme détaillé dans le travail de Cram *et al.* [62]. La représentation de la microstructure se limite à l'évolution de la taille moyenne des sous-grains. Le modèle considère trois paramètres d'entrée : la cinétique de restauration, la mobilité des joints de grains et les tailles initiales des sous-grains. Il travaille avec deux variables d'état dépendantes du temps : la taille moyenne des sous-grains $\bar{r}(t)$ et la force motrice d'énergie stockée $P_e(t)$ représentant les dislocations constituant le sous-joint de grains et celles à l'intérieur du sous-grain. Pour décrire le nombre de germes par unité de temps, le modèle s'attache à déterminer la quantité de sous-grains en capacité de germer. La distribution des sous-grains est définie

par une loi de Rayleigh présentant l'évolution de la fonction densité $P(\chi)$ par rapport à la taille de sous-grains normalisée χ comme illustré dans la figure 2.8 et défini comme suit :

$$\chi = \frac{r(t)}{\bar{r}(t)}. \tag{2.14}$$

Le choix de travailler avec une distribution de sous-grains normalisée permet de considérer son invariabilité dans le temps et de limiter le suivi à la taille moyenne de sous-grains. L'évolution de cette distribution dépend uniquement de la pression motrice $P_e(t)$ liée à l'énergie stockée, sans couplage avec un modèle de migration des joints de grains par capillarité :

$$d\bar{r} = \bar{r}(t) - \bar{r}_0 = \int_0^t M_{LAGBs} P_e(t_p) dt_p, \tag{2.15}$$

avec M_{LAGBs} la mobilité des sous-joints de grains qui est définie comme proportionnelle à la mobilité des joints de grains M_{HAGBs}.

La vitesse de migration moyenne des sous-joints de grains est alors décrite par :

$$\bar{v}(t) = \frac{d\bar{r}}{dt} = M_{LAGBs} P_e(t). \tag{2.16}$$

La germination repose sur le critère de Bailey–Hirsch [44] appliqué à la taille des sous-grains pour définir le rayon critique des sous-grains aptes à devenir des grains :

$$r_{cr}(t) = \frac{2\gamma}{P_e(t)} \text{ et } \chi_{cr}(t) = \frac{2\gamma}{P_e(t)\bar{r}(t)} \tag{2.17}$$

Le nombre de germes ajoutés à la microstructure au pas de temps t est défini par le produit du nombre de sites potentiels de germination par la fraction de sous-grains en capacité de germer. Cette fraction se détermine en considérant uniquement la proportion de sous-grains qui respecte le critère $\chi > \chi_{cr}(t)$: $f_{\chi>\chi_{cr}(t)}$ (aire grisée sur la figure 2.8) selon l'équation :

$$f_{\chi>\chi_{cr}(t)}(t) = \int_{\chi_{cr}(t)}^{\infty} \frac{\pi}{2} \chi e^{\left(\frac{-\pi}{4}\chi^2\right)} d(\chi) = e^{\left(\frac{-\pi}{4}\left(\chi_{cr}^2(t)\right)\right)}. \tag{2.18}$$

Le nombre de sites potentiels de germination, lorsque celle-ci a lieu aux joints de grains, est défini comme le ratio par unité de volume $\frac{1}{2R\bar{r}^2}$. Le nombre de germes est alors calculé tel que :

$$dN = \frac{1}{2R\bar{r}^2} df_{\chi>\chi_{cr}(t)} = \frac{1}{2R\bar{r}^2} e^{\left(\frac{-\pi}{4}\left(\chi_{cr}^2(t)\right)\right)}. \tag{2.19}$$

Le temps d'incubation associé à cette germination est déterminé dans ce modèle en émettant l'hypothèse que l'énergie stockée est conservée dans le temps en l'absence de restauration telle que :

$$P_e = \frac{1}{2} \frac{(\sigma - \sigma_0)^2}{M_T^2 \alpha^2 \mu}, \tag{2.20}$$

avec P_e estimée à partir de la relation de Verdier *et al.* [70], $(\sigma - \sigma_0)$ est déterminée à partir des courbes contrainte-déformation expérimentales, M_T le facteur de Taylor, μ le module du cisaillement et α une constante liée aux interactions entre dislocations valant 0.5 [74].

Le temps d'incubation Δt correspond au temps nécessaire pour $\chi_{cr}(t)$ de tomber en dessous du plus gros sous-grain de la distribution χ_{max}, à partir de l'équation (2.17) :

$$\Delta t = \frac{2\gamma}{M_{HAGB} P_e^2 \chi_{max}} - \frac{\bar{r_0}}{M_{HAGB} P_e}, \tag{2.21}$$

avec $\chi_{max} = \frac{r_{max}}{\bar{r}}$ où r_{max} est le plus gros rayon du sous-grain de la distribution, et M_{HAGB} la mobilité des joints de grains [75].

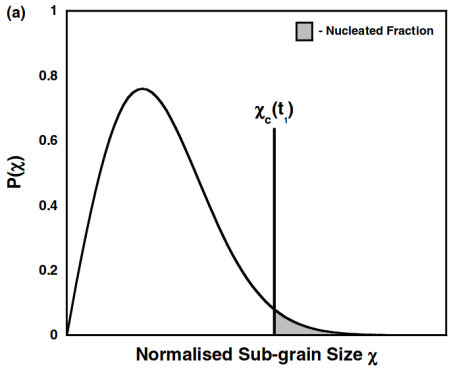


Figure 2.8 – Distribution de Rayleigh des sous-grains décrivant la fonction de densité en fonction de la taille des sous-grains normalisée utilisée pour quantifier la fraction de sous-grains en capacité de germer. [59]

2.3.3 Le modèle d'Allain *et al.*

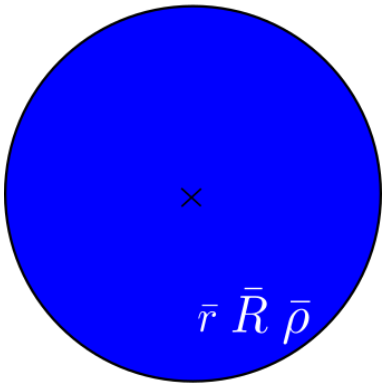


Figure 2.9 – Représentation de la microstructure pour le modèle d'Allain *et al.* en 2D.

Allain *et al.* ont proposé un modèle à champ moyen pour la recristallisation statique d'aciers ferritiques à bas carbone [60]. Ce modèle est basé sur les développements de Zurob *et al.* en utilisant une description similaire de la germination, mais en l'adaptant à des aciers ferritiques et en employant un modèle de croissance des sous-grains contrôlée par l'auto-diffusion du fer cubique à faces centrées (cfc) [76]. Un couplage avec un modèle de croissance de grains et une prise en compte de la restauration sont mis en place. La densité de dislocations moyenne $\bar{\rho}$, la taille moyenne des grains $\bar{R}$ et celle des sous-grains $\bar{r}$ sont les variables d'état

du modèle. L'évolution de la population de sous-grains est modélisée par une adaptation de l'équation (2.15) selon les travaux de Winning *et al.* [77] proposant une approche basée sur la montée diffusive des dislocations :

$$d\bar{r} = \bar{r}(t) - \bar{r}(0) = \int_0^t \frac{2}{L} D_{Fe}(T) \sinh\left(K_{ad} \frac{\sigma b^2}{k_b T}\right) dt_p, \tag{2.22}$$

avec L le libre parcours moyen des dislocations défini tel que $\frac{1}{K\sqrt{\rho}}$ avec K une constante proche de 1, K_{ad} un paramètre de calibration, $D_{Fe}(T)$ le coefficient d'auto-diffusion du fer [78], α un paramètre pris entre 0.15 et 0.4 [27, 79] et σ définie par l'équation de Taylor (1.10). Le modèle est très sensible au choix du coefficient de diffusion qui gouverne très fortement la cinétique de germination.

À la manière de Zurob *et al.* [59], seule la germination par le mécanisme SIBM est pris en compte (cf. section 1.5.1.2.1). L'introduction de cette germination est également basée sur le respect du critère de taille de grains proposé par Bailey–Hirsch [44] et appliqué ici aux sous-grains. Dans ce modèle l'énergie stockée est directement associée à la variation de densité de dislocations comme suit :

$$r_{cr} = \frac{2\gamma}{P_e}, \text{ avec } P_e = \frac{1}{2}\tau\bar{\rho}, \tag{2.23}$$

avec $\bar{\rho}$ la densité de dislocations moyenne des grains déformés en considérant $\bar{\rho} >> \rho_0$ avec ρ_0 la densité de dislocations des germes et τ l'énergie par unité de longueur de dislocation et γ l'énergie de joints de grains considérée ici comme isotrope.

La description du nombre de germes créé par unité de temps nécessite au préalable de quantifier la fraction de sous-grains respectant le critère de germination ainsi que le nombre de sites potentiels de germination dans le matériau considéré. La proportion de sous-grains en capacité de germer est définie par la fraction $f_{\chi>\chi_{cr}(t)}(t)$ définie par Zurob *et al.* avec l'équation (2.18).

Les sites de germination pour le matériau sont considérés être uniquement des jonctions triples de grains ferritiques, leur nombre est donné par l'équation suivante [80] :

$$N_0 = \frac{\delta}{(2\bar{R})^2 r_{cr}}, \tag{2.24}$$

avec δ un paramètre représentant la proportion viable des sites de germination sur les jonctions triples.

Dans le cas des aciers ferritiques, le type et la cinétique de germination diffèrent de la germination en collier proposée par Zurob *et al.*. Les sites de germination sont ici isolés et indépendants, ce qui justifie l'emploi d'une loi de saturation :

$$dN = \left(\frac{df_{\chi>\chi_{cr}(t)}}{dt}(N_0 - N)\right) dt. \tag{2.25}$$

L'évolution de la densité de dislocations dans la partie écrouie est gouvernée uniquement par le phénomène de restauration pris en compte dans ce modèle. Elle est quantifiée à l'aide

du modèle de relaxation proposé par Friedel [71] :

$$d\bar{\rho} = -r \exp\left(\frac{-Q_0 + V\alpha M_T \mu b \sqrt{\bar{\rho}}}{k_b T}\right) \frac{2\sqrt{\bar{\rho}}}{\alpha M_T \mu b} dt, \tag{2.26}$$

avec Q_0 une énergie d'activation, V le volume d'activation, r le paramètre de restauration, et M_T le facteur de Taylor.

La migration des joints de grains permettant de décrire l'évolution de la taille de grains est composée de deux termes. Un premier terme lié à l'énergie stockée donné par l'équation (2.23) et un second terme rendant compte simultanément de la croissance des grains recristallisés ayant germé dans les pas de temps précédents et les nouveaux germes :

$$d\bar{R} = \left(MP_e + \frac{1}{N}\frac{dN}{dt}(r_{cr} - \bar{R})\right) dt, \tag{2.27}$$

2.3.4 Le modèle de Desprès *et al.*

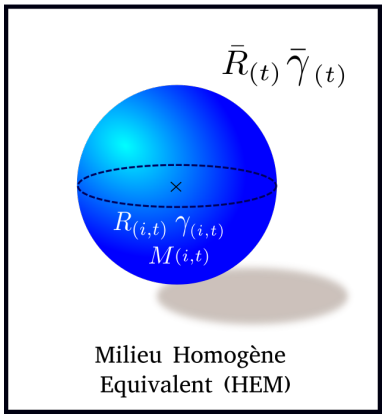


Figure 2.10 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Desprès *et al.* en 3D.

Desprès *et al.* ont développé un modèle de recristallisation statique [61] basé sur une approche différente de celle employée par Zurob *et al.* [59] et Allain *et al.* [60]. Ce modèle physique décrit la croissance de grains ou de sous-grains selon les mêmes équations comme une fonction de la topologie et de l'orientation cristalline. On donnera le nom général de cellule pour décrire de manière indifférenciée les entités (grains et sous-grains) utilisées pour la description de ce modèle. La microstructure est représentée classiquement comme des cellules individuelles sphériques entourées d'un milieu homogène équivalent comme présenté dans la figure 2.10. À la différence des modèles précédents, les cellules sont ici caractérisées par une mobilité $M_{(i,t)}$ et une énergie de joints de cellules $\gamma_{(i,t)}$ propres à chacune, et où t représente le temps de simulation. Le rayon de la cellule $R_{(i,t)}$ constitue la troisième variable d'état du modèle. Le milieu homogène équivalent considère les valeurs moyennes sur la microstructure de ces grandeurs : $\bar{R}_{(t)}$ et $\bar{\gamma}_{(t)}$. Les propriétés de joints de cellules M et γ sont des fonctions de l'angle de désorientation et se calculent en deux étapes. Chaque cellule se voit assigner une orientation cristallographique décrite par la désorientation relative par rapport à une

orientation de référence. L'orientation de référence est représentée sous forme d'un vecteur à quatre variables :

$$\delta r^{ref} = (r_1, r_2, r_3)^{ref} sin(\omega/2), \tag{2.28}$$

avec $(r_1, r_2, r_3)^{ref}$ l'axe de désorientation du vecteur de Rodrigues [81] et ω l'angle de désorientation. Les orientations initiales suivent une distribution normale trivariée selon $\delta r1, \delta r2, \delta r3$ centrée en (0,0,0) et un écart type isotrope $\sigma^{ref}_{(0)}$ identique pour toutes les directions.

La première étape est d'estimer statistiquement les moments des distributions des angles de désorientation des joints de cellules à partir de ceux déterminés pour la distribution des angles de désorientation de référence. Le premier moment et le second moment sont considérés comme la moyenne et la variance respective de la distribution des angles de désorientation. La mobilité et l'énergie de joint d'une cellule sont ensuite calculées par des séries de Taylor du second ordre :

$$M_{(i,t)} = M(< \theta >_{(i,t)}) + \frac{M''(< \theta >_{(i,t)})}{2}(< \theta^2 >_{(i,t)} - (< \theta >_{(i,t)})^2), \tag{2.29}$$

$$\gamma_{(i,t)} = \gamma(< \theta >_{(i,t)}) + \frac{\gamma''(< \theta >_{(i,t)})}{2}(< \theta^2 >_{(i,t)} - (< \theta >_{(i,t)})^2), \tag{2.30}$$

$$\bar{\gamma}_{(t)} = \gamma(< \theta >_{(\forall i,t)}) + \frac{\gamma''(< \theta >_{(\forall i,t)})}{2}(< \theta^2 >_{(\forall i,t)} - (< \theta >_{(\forall i,t)})^2), \tag{2.31}$$

avec $M(\theta)$ et $\gamma(\theta)$ des fonctions de la désorientation des joints de cellules [3, 82, 83]. $\forall i$ désigne la moyenne prise sur l'ensemble des cellules de la microstructure. Ces propriétés sont respectivement issues des travaux d'Humphreys [8] et du modèle de Read–Schockley [7] :

$$M(\theta) = M_{cr}\left(1 - e^{-B\left(\frac{\theta}{\theta_{cr}}\right)^{\nu}}\right), \tag{2.32}$$

$$\gamma(\theta) = \gamma_{cr}\frac{\theta}{\theta_{cr}}\left(1 - ln\left(\frac{\theta}{\theta_{cr}}\right)\right), \text{ si } \theta \leq \theta_{cr} \text{ , } \gamma_{cr} \text{ sinon} \tag{2.33}$$

avec $\theta_{cr} = 15°$ l'angle de désorientation critique de passage à des HAGBs délimitant les grains, M_{cr} et γ_{cr} sont les énergies et mobilité pour des HAGBs, $B = 5$ et $\nu = 4$ des constantes matériau avec des valeurs ici obtenues sur la base de données expérimentales valables pour des alliages d'aluminium [61].

Le premier et le second moment des angles de désorientations des joints de cellules ($< \theta >_{(i,t)}$)) et $< \theta^2 >_{(i,t)}$ [61] sont décrits tels que :

$$< \theta >_{(i,t)} = 2\sigma^{ref}_{(t)}\sqrt{\frac{\pi}{2}}L^{(\frac{1}{2})}_{(\frac{1}{2})}\left(-\frac{\kappa^2_{(i,t)}}{2}\right) \tag{2.34}$$

$$< \theta^2 >_{(i,t)} = \left(2\sigma^{ref}_{(t)}\right)^2\left(3 + \kappa^2_{(i,t)}\right) \tag{2.35}$$

avec $L^{\frac{1}{2}}_{\frac{1}{2}}$ la fonction de Laguerre au coefficient $\frac{1}{2}$ [84], $\sigma^{ref}_{(t)}$ l'écart type isotrope au temps t et $\kappa_{(i,t)} = \frac{\omega}{2\sigma^{ref}_{(t)}}$ un paramètre de mise à l'échelle.

Les moments des angles de désorientation moyens sur la microstructure au pas de temps t sont employés pour décrire l'énergie moyenne de joints de cellules :

$$< \theta >_{(\forall i,t)} = 2\sqrt{2}\sigma^{ref}_{(t)}\sqrt{\frac{\pi}{2}}L^{(\frac{1}{2})}_{(\frac{1}{2})} \tag{2.36}$$

$$< \theta^2 >_{(\forall i,t)} = 12\left(\sqrt{2}\sigma^{ref}_{(t)}\right)^2. \tag{2.37}$$

L'évolution temporelle de la taille des cellules est définie en deux dimensions d'après une adaptation des travaux de Rollett [85] et dépend uniquement de la pression motrice liée à la capillarité :

$$dR_{(i,t)} = \left(\frac{M_{(i,t)}\gamma_{(i,t)}a_{(i,t)}}{2}\left(\frac{1}{\bar{R}_{(t)}} + \frac{1}{R_{(i,t)}}\left(1 - \frac{2}{a_{(i,t)}}\right)\right)\right)dt, \tag{2.38}$$

avec $a_{(i,t)} \leq 3$ l'effet du rayon de courbure sur la migration des joints de cellules et $n_{(i,t)}$ le nombre de voisins d'une cellule relié à la taille tel que : $n_{(i,t)} = 3\left(1 + \frac{R_{(i,t)}}{\bar{R}_{(t)}}\right)$.

Basé sur les travaux de Humphreys, Rollett et Mullins [3, 85], un autre critère de germination que celui de Bailey–Hirsch [44] est employé ici en considérant que toutes les cellules atteignent à un temps donné le critère de Bailey–Hirsch mais celui-ci n'assure pas qu'elles évoluent toutes en grains recristallisés. Un critère de taille est alors proposé considérant qu'un grain recristallisé se forme lorsque le taux de croissance d'une cellule relatif à la moyenne est positif :

$$R_{(i,t)} \geq R_{cr} = 8\bar{R}_{(0)} \tag{2.39}$$

2.4 Modèles à champ moyen en recristallisation dynamique

D'autres modèles à champ moyen ont été développés pour tenir compte des phénomènes apparaissant lors de la déformation plastique à chaud d'une microstructure, notamment le phénomène de recristallisation dynamique. Certains modèles plus complets permettent également de décrire à la fois les phénomènes de croissance de grains et de recristallisation dynamique [39, 65, 67]. La recristallisation dynamique peut être continue ou discontinue. Selon l'énergie de faute d'empilement, un matériau aura tendance à favoriser ou non la mise en place d'une sous-structure contribuant à l'instantanéité de la germination (cf. section 1.5). La variable temporelle considérée joue également un rôle quant à l'observation du phénomène. En effet, la recristallisation étant un phénomène à cinétique rapide, la perception de sa continuité se limite aux outils employés pour l'analyser. Pour faciliter la compréhension et être en concordance avec la littérature, ce chapitre traitera d'une part des modèles de recristallisation continue se basant sur une désorientation progressive des sous-joints de grains menant à la formation de nouveaux joints de grains. D'autre part, il traitera également des modèles de recristallisation dynamique discontinue dont la germination se fait de manière "instantanée" selon différents critères de germination.

2.4.1 Modèles à champ moyen en recristallisation dynamique continue

2.4.1.1 Le modèle de Gourdet–Montheillet

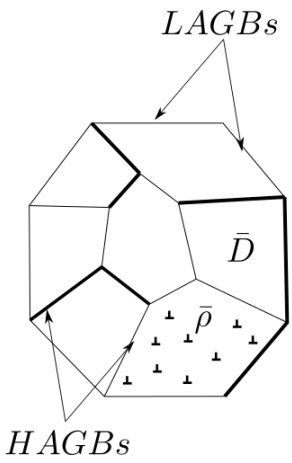


Figure 2.11 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Gourdet–Montheillet.

Le modèle de Gourdet–Montheillet [86] est un des seuls modèles de la littérature à représenter physiquement la recristallisation dynamique continue. Dans ce modèle, la microstructure est représentée par un ensemble intermédiaire entre une structure de grains et une structure de sous-grains que l'on appellera cristallite. La cristallite est entièrement délimitée par une alternance de deux types de joints : les LAGBs (avec un angle de désorientation $\theta_0 = 1\ ° < \theta < \theta_{cr} = 15\ °$) et les HAGBs (avec un angle de désorientation $\theta > \theta_{cr}$) qui sont considérés comme les seuls joints mobiles. Cette description est schématiquement représentée par la figure 2.11. Les variables d'état constituant ce modèle sont : la taille moyenne d'une structure assimilée à la longueur moyenne d'intercept $\bar{D}$, la densité de dislocations moyenne $\bar{\rho}$ dans les cristallites et la distribution de désorientation des LAGBs $\phi(\theta)$ où $\theta = \frac{b}{\bar{D}}$.
Les mécanismes pris en compte pour traduire le phénomène de recristallisation dynamique sont variés. À haute température et à vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} > 0.01 s^{-1}$ pour l'aluminium, la déformation plastique est gouvernée par la montée et le glissement des dislocations. À plus basse vitesse, c'est le mécanisme de glissement des HAGBs qui est privilégié. L'équation d'écrouissage régissant l'évolution de la densité de dislocations est composée de trois termes dans une forme modifiée de la loi initialement proposée par Yoshie–Laasraoui–Jonas [87] :

$$d\bar{\rho} = (h - r\bar{\rho})\, d\varepsilon - \bar{\rho} V, \tag{2.40}$$

avec h une constante représentant les dislocations produites par la déformation, r une constante traduisant la restauration par l'absorption des dislocations par les nouveaux LAGBs et le dernier terme décrit le balayage des dislocations par les HAGBs qui migrent.

Ce volume se détermine comme le produit de la fraction de HAGBs par la distance parcourue pendant le pas de temps dt considéré :

$$dV = \left(\frac{2 f_{HAGB}}{\bar{D}}\right)\left(\frac{\nu_{HAGB} d\varepsilon}{\dot{\varepsilon}}\right), \tag{2.41}$$

avec $f_{HAGB} = 1 - f_{LAGB} = 1 - \int_{\theta_0}^{\theta_{cr}} \phi(\theta) d\theta$ la fraction surfacique des HAGBs et ν_{HAGB} la vitesse de migration des HAGBs.

À chaque pas de déformation $d\varepsilon$, une proportion $(1 - z)$ du terme de la densité de dislocations issue de la restauration est responsable de l'augmentation de la désorientation des LAGBs d'une variation $d\theta$. En considérant que les LAGBs sont absorbées par des HAGBs avant de s'annihiler avec leurs semblables et que tous les LAGBs absorbent la même quantité de dislocations, $d\theta$ peut alors s'écrire :

$$d\theta = \left(\frac{b}{2n}\right)(1 - z) r \bar{\rho} \bar{D} d\varepsilon, \tag{2.42}$$

avec n le nombre de dislocations dans la structure considérée.

Contrairement à la plupart des modèles, le modèle de Gourdet–Montheillet utilise une surface de joints de grains totale par unité de volume S définie telle que : $S = \frac{3}{D}$. Deux termes forment l'équation d'évolution de cette aire totale de joints par unité de volume, prenant en compte la surface de nouveaux LAGBs créée par la déformation et celle annihilée par le mouvement des HAGBs :

$$dS = dS^+ - dS^- = \left(\frac{b}{n\theta_0} z r \bar{\rho} - \frac{f_{HAGB} S^2 \nu_{HAGB}}{\dot{\varepsilon}}\right) d\varepsilon. \tag{2.43}$$

La distribution des désorientations des LAGBs $\phi(\theta, \varepsilon)$ durant le pas de déformation $d\varepsilon$ augmente de $d\theta$ et devient alors $\phi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon)$ et la nouvelle fraction de surface associée s'écrit $\phi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \phi(\theta, \varepsilon)(1 - dV)\frac{S(\varepsilon)}{S(\varepsilon + d\varepsilon)}$ où le volume dV disparaît. Par l'emploi du premier ordre du développement limité en $d\varepsilon$, on obtient :

$$\phi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \left(1 + \frac{1}{\bar{D}} \frac{d\bar{D}}{d\varepsilon} d\varepsilon - dV\right) \phi(\theta, \varepsilon). \tag{2.44}$$

La distribution de désorientations s'enrichit également lors de la création de nouveaux LAGBs : $\phi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{dS^+}{S}$. À l'aide des équations (2.42) et (2.43), $\phi(\theta_0, \varepsilon)$ peut être réécrit :

$$\phi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{z}{(1 - z)\theta_0}. \tag{2.45}$$

Des LAGBs se transforment également en HAGBs si leur angle de désorientation dépasse θ_{cr}.

L'équation liée à la contrainte d'écoulement est tirée des travaux de Sellars *et al.* [88] et se définit comme une dépendance à la densité de dislocations $\bar{\rho}$ à l'intérieur des cristallites et à celle constituant les LAGBs. La densité de dislocations constituant les LAGBs se définit comme suit :

$$\rho_{LAGB} = \frac{2n f_{LAGB} \bar{\theta}}{b \bar{D}}, \tag{2.46}$$

avec $\bar{\theta} = \frac{1}{f_{LAGB}} \int_{\theta_0}^{\theta_{cr}} \phi(\theta) \theta d\theta$.

Ce qui permet de calculer la contrainte d'écoulement de la manière suivante :

$$\sigma = \mu b(A_1\sqrt{\bar{\rho}} + A_2\sqrt{\rho_{LAGB}}), \tag{2.47}$$

avec $A_1 \sim 1$ et $A_2 \leq 0.1$.

2.4.2 Modèles à champ moyen en recristallisation dynamique discontinue

2.4.2.1 Le modèle de Cram *et al.*

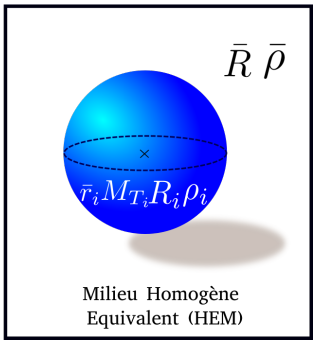


Figure 2.12 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Cram en 3D.

Le modèle de Cram *et al.* est une adaptation du modèle de Zurob *et al.* [59] pour la recristallisation dynamique discontinue [62]. Il reprend les notions de distribution et de quantification des sous-grains proposées par ce dernier. Sa représentation de la microstructure se base sur une population de grains plongés dans un milieu homogène équivalent. Chaque grain est ici caractérisé par un grand nombre de variables d'état. Il est représenté par son rayon R_i et son orientation cristalline au travers du facteur de Taylor M_{T_i}. Chaque grain possède également une distribution de sous-grains $P(r_i)$ associée à un rayon moyen de sous-grains $\bar{r}_i$. Ce modèle se démarque également par le choix d'utiliser l'hypothèse de travail (mécanique) homogène (iso-work dans la littérature anglaise). Dans la majorité des modèles, il est considéré d'après l'hypothèse de Taylor que tous les grains se déforment de manière identique [27]. Dans ce modèle, chaque grain est soumis au même travail mécanique. Le pas de déformation macroscopique est réparti localement selon la capacité d'écrouissage des grains. Un grain plus écroui se déforme donc moins.
Cette différence de capacité d'écrouissage entre les grains est définie indirectement par sa densité de dislocations au travers de la relation d'Estrin [89] :

$$\sigma_i = \alpha M_{T_i} \mu b \sqrt{\rho_i} \left(\frac{\dot{\varepsilon}_i}{\dot{\varepsilon}_{ref}} \right)^m, \tag{2.48}$$

avec $\dot{\varepsilon}_{ref}$ la vitesse de déformation de référence, m la sensibilité à la vitesse de déformation et α une constante communément comprise entre 0.15 et 0.40 [27, 79].

La loi permettant de relier la déformation et la contrainte liée au grain i s'écrit sous la forme :

$$d\varepsilon_i = \frac{W}{\sigma_i}, \tag{2.49}$$

avec W la quantité de travail mécanique identique pour chaque grain, choisi arbitrairement afin de contrôler le pas de déformation régissant le modèle.

L'évolution de la contrainte est décrite pour un pas de déformation au travers de la loi de Voce [90] :

$$d\sigma_i = \Theta_{II}\left(1 - \frac{\sigma_i}{\sigma_{s,i}}\right) d\varepsilon_i, \tag{2.50}$$

Θ_{II} correspondant au taux d'écrouissage du 2^{nd} stade d'écrouissage, $\sigma_{s,i}$ la contrainte de saturation reliée à l'état stable ne prenant pas en compte la recristallisation (au sens de σ_{sat} décrit par [91]).

Le processus de germination consiste à déterminer une équation d'évolution de la taille de la population de sous-grains et le nombre de sous-grains en capacité de germer. L'équation d'évolution des sous-grains décrit une compétition entre un terme à résultante positive traduisant la croissance des sous-grains et un terme négatif définissant l'impact de la contrainte sur la taille de sous-grains d'après les travaux de Raj–Pharr [92] et la loi de Voce (2.50) :

$$d\bar{r_i} = \left(M_{LAGB}\frac{2\gamma_{LAGB}}{\bar{r_i}} - \frac{1}{2}K_{LAGB}\frac{b\mu}{\sigma_i^2}\Theta_{II}\left(1 - \frac{\sigma_i}{\sigma_{s,i}}\right)\dot{\varepsilon_i}\right) dt, \tag{2.51}$$

avec M_{LAGB} la mobilité des sous-joints de grains, γ_{LAGB} énergie des sous-joints de grains et K_{LAGB} une constante.

La valeur de taille de sous-grains moyenne obtenue sera comparée au rayon de sous-grains critique déterminé à partir du critère de Bailey–Hirsch [44] donné par l'équation (2.17) avec $P_{e,(i)} = \frac{1}{2}\rho_i\tau$. Le nombre total de sous-grains en capacité de germer se calcule selon la forme donnée par Zurob *et al.*. Cette équation fait intervenir le produit de la fraction de sous-grains dont le rayon est supérieur au rayon critique normalisé (équation (2.17)) par le nombre de sous-grains sur le joint de grains N_{SGB} :

$$dN = \sum_{i=1}^{n} dN_i = \sum_{i=1}^{n} df_{\chi_i > \chi_{i,cr}} N_{SGB_i} = \frac{64}{\pi^2}\sum_{i=1}^{n}\frac{df_{\chi>\chi_{i,cr}}R_i^2}{r_i^2}, \tag{2.52}$$

avec $N_{SGB_i} = \frac{64R_i^2}{\pi^2 r_i^2}$ en 3D représentant le nombre de sous-grains sur le joint du grain i et n le nombre de grains de la microstructure.

2.4.2.2 Le modèle de Favre *et al.*

Le travail de Favre *et al.* présente un modèle de recristallisation dynamique discontinue en reprenant une partie des avancées proposées dans le modèle de Cram *et al.* [62]. L'hypothèse d'un même travail mécanique pour tous les grains (iso-work dans la littérature anglaise) et l'équation de Voce pour décrire la contrainte d'écoulement sont également considérées. La stratégie de modélisation employée par Favre *et al.* consiste à minimiser au maximum les paramètres initiaux inconnus du modèle. Pour cela, ils déterminent dans un premier temps une taille de grains moyenne R_s en régime stationnaire avec un modèle analytique à partir de données expérimentales et la mobilité est également déterminée à partir des données expérimentales. La fréquence de germination dans ce régime est alors calculée et extrapolée au

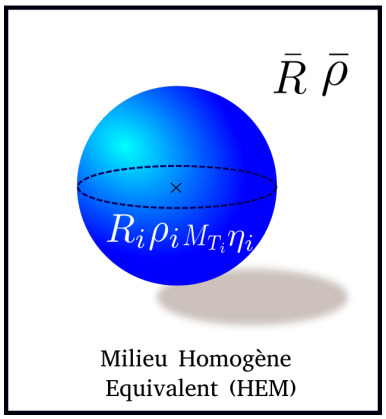


Figure 2.13 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Favre en 3D.

régime transitoire par un modèle semi-analytique. Ces paramètres sont ensuite employés dans leur modèle à champ moyen. Une représentation de la microstructure avec la présence d'un milieu homogène équivalent et sous la forme d'une distribution de tailles de grains est adoptée. Quatre variables d'état sont utilisées : la taille de grains R_i, la densité de dislocations ρ_i, le nombre de grains par classe η_i, et le facteur de Taylor M_{T_i}. Les variables du milieu homogène équivalent sont $\bar{R}$ et $\bar{\rho}$.

L'équation de migration des joints de grains pour une classe donnée est définie par la différence d'énergie stockée :

$$dR_i = MP_{e_{(i)}} dt, \tag{2.53}$$

$$\text{avec, } P_{e_{(i)}} = \tau(\bar{\rho} - \rho_i).$$

L'évolution de la contrainte d'écoulement est calculée à la manière de Cram *et al.* [62] en utilisant la loi de Voce [90] :

$$d\sigma_i = \Theta_0 \left(1 - \frac{\sigma_i}{\sigma_s}\right) d\varepsilon, \tag{2.54}$$

avec Θ_0 le taux d'écrouissage initial pour une déformation proche de 0 et σ_s la contrainte de saturation extrapolée ne tenant pas compte de la recristallisation (au sens de σ_{sat} dans [91].). À la différence de Cram *et al.*, Favre *et al.* emploient l'équation de Taylor pour assurer la relation $\sigma_i(\rho_i)$:

$$\sigma_i = \alpha M_{T_i} \mu b \sqrt{\rho_i}, \tag{2.55}$$

avec α une constante communément prise entre 0.15 et 0.4 [27, 79].

De la même manière que dans les travaux de Cram *et al.*, un travail mécanique identique est imposé à chaque classe de grains. Il s'écrit $W = \bar{\sigma}_{macro} d\bar{\varepsilon}_{macro}$ et se traduit dans un régime stationnaire comme une relation de la vitesse de déformation à la contrainte :

$$\dot{\varepsilon}_i = \dot{\bar{\varepsilon}} \frac{\sigma_{ss}}{\sigma_i}, \tag{2.56}$$

avec σ_{ss} la contrainte macroscopique à l'état stationnaire tenant compte de la recristallisation.

L'adoucissement induit par la migration des joints de grains est traduit dans ce modèle par une répartition de la densité de dislocations en fonction de la variation de volume :

$$\rho_{(i,t+\Delta t)} = \rho_{(i,t)} \frac{V_{(i,t)}}{V_{(i,t+\Delta t)}}, \tag{2.57}$$

avec $\rho_{(i,t)}$ et $\rho_{(i,t+\Delta t)}$ les densités de dislocations aux temps t et $t + \Delta t$ respectivement ainsi que $V_{(i,t)}$ et $V_{(i,t+\Delta t)}$ les volumes du grain i aux temps t et $t + \Delta t$.

De par la conservation du nombre de grains dans le système lors du régime stationnaire, un unique germe par grain parent et par unité de temps peut être ajouté. Le critère de germination appliqué dans ce modèle diffère de l'emploi commun du critère de Bailey–Hirsch [44]. Ce dernier aurait tendance à surestimer la taille de germes établie en ne considérant pas l'énergie liée à la disparition des joints de grains préexistants. L'auteur emploie donc un critère thermodynamique généralisé basé sur l'analyse de l'énergie libre et considérant une position de germination issue d'une combinaison de jonctions triples et de joints de grains ainsi qu'un matériau composé de grains de rayon identique $\bar{R}$, dans ce régime le critère est défini par :

$$r_{cr} = \frac{4\gamma}{\bar{\rho}\tau + \frac{4\gamma}{\bar{R}}}. \tag{2.58}$$

On rapporte le nombre de germes à la quantité de joints de grains, car ces derniers sont considérés comme lieu privilégié de la germination. La germination à l'état stationnaire apparaît pendant un temps Δt avec un ratio d'un germe par grain parent. La fréquence de germination est proportionelle à $\frac{1}{\Delta t}$. La germination est également proportionnelle au temps d'incubation $\frac{1}{\Delta t*}$, car le nombre de grains dépassant la barrière énergétique de germination est lié au temps qu'il faut au germe pour atteindre la taille critique telle que :

$$dN = \frac{N}{\Delta t} \frac{r_{cr}^2}{\bar{R}_s^2} = \frac{k_n}{\Delta t^*}. \tag{2.59}$$

avec $\bar{R}_s$ la taille de grains moyenne des grains recristallisés définie expérimentalement et k_n une constante définie à partir du modèle semi-analytique [63] en traçant $\frac{N{d^*}^2}{\Delta t d^2}$ vs $\frac{1}{\Delta t}$ et prise égale à 0,1.

Le temps d'incubation peut être calculé à partir de l'équation de vitesse de migration des joints de grains tel que : $\Delta t^* = \frac{r_{cr}}{M\tau\bar{\rho}}$. Le nombre de germes par unité de temps peut alors être décrit de la manière suivante :

$$dN = \left(\frac{{\bar{R}_s}^2}{r_{cr}} k_n M \tau \bar{\rho} \right) dt. \tag{2.60}$$

En régime transitoire cette équation peut s'appliquer en considérant que N est très grand devant 1 et que la fréquence de germination est calculée à chaque pas de temps. Une nouvelle classe de germes unique à chaque pas de temps est ajoutée avec un rayon initial égal à 0 et une fréquence η associée au nombre de germes définie par le calcul du nombre de germes par unité de temps.

2.4.2.3 Le modèle de Montheillet *et al.*

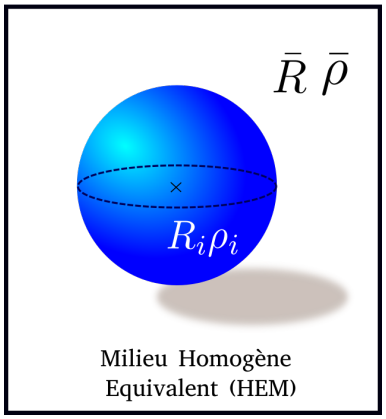


Figure 2.14 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Montheillet *et al.* en 3D.

Montheillet *et al.* ont proposé un modèle de recristallisation dynamique discontinue en 3D applicable à l'état stationnaire [64]. L'ensemble de ces équations constitutives sont également valables en régime transitoire. Ainsi, les équations sous la forme générale seront d'abord présentées avant d'être adaptées au régime stationnaire. Ce modèle s'inspire fortement de la représentation de la microstructure d'Hillert *et al.* [57], en travaillant avec des grains sphériques et un milieu homogène équivalent. Il se caractérise par deux grandeurs : un rayon équivalent et une densité de dislocations par grain, respectivement (R_i, ρ_i) (cf. figure 2.14). Le milieu homogène équivalent se caractérise par $\bar{R}$ et $\bar{\rho}$. Dans ce cadre, l'évolution des joints de grains est pilotée uniquement par la pression motrice associée à l'énergie stockée de la même manière que l'équation (2.53) avec $\bar{\rho}$ une densité de dislocations surfacique. Le modèle travaillant en 3D, cette surface est définie comme l'intersection entre deux sphères :

$$\bar{\rho} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \rho_i R_i^2}{\sum_{i=1}^{n} R_i^2}, \tag{2.61}$$

avec n le nombre de grains de la microstructure.

Dans l'article [64], une formule généralisée de l'évolution de la densité de dislocations est présentée, permettant de retrouver la majorité des formes couramment employées dans la littérature :

$$d\rho_i = (h\rho_i^{\xi} - r\rho_i)d\varepsilon, \tag{2.62}$$

avec h et r les paramètres d'écrouissage et de restauration respectivement constants dans tous les grains et ξ variant entre 0 et 1 et permettant le passage d'une loi de Yoshie–Laasraoui–Jonas [87] à celle de Kocks–Mecking [24] ou à une loi puissance.

L'équation utilisée pour décrire l'évolution de la contrainte d'écoulement macroscopique est basée sur les travaux de Taylor [27] :

$$\sigma = \sigma_p + \alpha\mu b\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \rho_i R_i^3}{\sum_{i=1}^{n} R_i^3}}, \tag{2.63}$$

avec σ_p une constante tenant compte des effets de précipités et de solutés sur la contrainte d'écoulement, α une constante comprise généralement entre 0.15 et 0.4 [27, 79].

La germination est définie pour tenir compte de tous les types de germination (le mécanisme de renflement local au niveau des joints de grains (SIBM), la désorientation progressive ou les macles thermiques) en travaillant avec un nombre de germes par surface pour un pas de temps donné. Les germes ayant une prédisposition à se former sur les joints de grains, le nombre de germes par unité de temps est donc proportionnel à la surface de joints de grains :

$$dN = (4K_G\bar{\rho}^p \sum_{i=1}^{n} R_i^2)dt, \tag{2.64}$$

avec K_G un paramètre de germination dépendant de la température, p un paramètre ajustable positif et déterminé pour que la relation entre la contrainte à l'état stationnaire et le diamètre moyen suivent une loi de Derby [64].

Le germe apparaît lorsque N vaut 1 avec un rayon R_{cr}=0 et une densité de dislocations nulle. Une fois le germe créé, N retombe à 0.

À l'état stationnaire, plusieurs hypothèses sont faites en considérant :

- Une vitesse de déformation et une température constante.
- Une description identique de tous les grains par les variables internes ρ et D égales.
- Des valeurs de paramètres r et h identiques pour tous les grains.
- Un nombre de grains constant.

Toutes ces hypothèses permettent la mise en place de la condition d'ergodicité traduisant que l'évolution d'un système microstructural peut être ramenée à l'étude d'un seul grain en tout temps. Afin de conserver le nombre de grains constant, chaque grain en moyenne ne germera qu'une seule fois.

2.4.2.4 Les modèles de Bernard *et al.* et de Beltran *et al.*

Le modèle de Beltran *et al.* [39] fait suite au modèle développé par Bernard *et al.* [65]. Les travaux de Beltran *et al.* se différencient principalement par le travail sur les équations post-dynamiques et l'utilisation d'une méthode de reclassification des grains qui sera évoquée par la suite. Ces modèles font un premier pas vers une prise en compte de la topologie dans la représentation de la microstructure à champ moyen en travaillant avec deux milieux homogènes équivalents (HEM) dédiés respectivement aux grains recristallisés (RX) et aux grains non recristallisés (NR) (cf. figure 2.15). Ce sont des modèles 3D à classes de grains sphériques composés de trois variables d'état : le rayon équivalent d'un grain représentatif d'une classe R_i, sa densité de dislocations ρ_i et la fréquence associée à la classe considérée η_i.

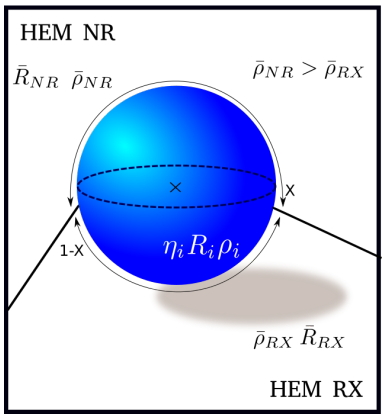


FIGURE 2.15 – Représentation de la microstructure pour les modèles de Bernard *et al.* et Beltran *et al.* en 3D.

Dans un modèle à milieu homogène équivalent unique, la distinction du type de grains n'est pas effectuée. Dans le cadre présent, quatre types d'interactions peuvent être distingués :

- Les interactions entre un même type de grains (HEM RX/classe de grains RX, HEM NR/classe de grains NR).
- Les interactions mixtes (HEM RX/classe de grains NR, HEM NR/classe de grains RX).

Pour simplifier la compréhension dans la suite des explications, les notations suivantes sont adoptées : le type de milieu homogène équivalent sera indiqué en exposant (^{RX} ou ^{NR}) et le type du grain sera indiqué en indice $_i$ ou $_j$ respectivement pour RX ou NR. Pour exemple, P_j^{RX} représente la pression motrice générale entre le milieu homogène équivalent recristallisé et une classe de grains, j, non recristallisés.

La fraction volumique de grains recristallisés X évolue au cours du temps et entraine une modification des milieux homogènes équivalents. La conservation du volume est assurée dans ce modèle par la migration des joints de grains. En effet, les différentes variations de rayon issues des quatre types d'interactions évoquées précédemment imposent que : $dR_{i/j} = -dR^{HEM}$ tel que : $dR_j^{RX} + dR_i^{NR} + dR_i^{RX} + dR_j^{NR} = 0$. La conservation du volume et la germination homogène permettent alors de définir une fraction de migration des interfaces des milieux homogènes équivalents NR et RX comme étant X et $1 - X$ respectivement. La migration des joints de grains peut donc s'établir pour les grains RX ou NR selon l'équation :

$$dR_{(i/j)} = (M\frac{3}{R_{(i/j)}}\Big((1-X)P_{(i/j)}^{NR} + XP_{(i/j)}^{RX}\Big))dt, \tag{2.65}$$

avec P_j^{NR}, P_j^{RX}, P_i^{RX}, P_i^{NR} les pressions motrices générales associées à chaque type de grains et de milieu homogène équivalent, i/j représentant le fait que cette équation peut être employée avec i ou j indépendamment. Ce modèle est multi-phénomènes, car il couple les pressions motrices dues à la capillarité, à l'énergie stockée mais peut également tenir compte

des effets d'ancrage avec un terme de pression P_{en} supplémentaire défini par :

$$P_i^{NR} = \tau(\bar{\rho}^{NR} - \rho_i) + 2\gamma\left(\frac{1}{\bar{R}^{NR}} - \frac{1}{R_i}\right) - P_{en}, \tag{2.66}$$

$$P_i^{RX} = \tau(\bar{\rho}^{RX} - \rho_i) + 2\gamma\left(\frac{1}{\bar{R}^{RX}} - \frac{1}{R_i}\right) - P_{en}, \tag{2.67}$$

avec $\bar{\rho}^{RX}$ et $\bar{\rho}^{NR}$ les densités de dislocations moyennes volumiques pour les milieux homogènes équivalents RX et NR respectivement et $\bar{R}^{RX}$ et $\bar{R}^{NR}$ les rayons moyens des milieux homogènes équivalents.

Les équations pour P_j^{NR}, P_j^{RX} s'écrivent sur le même modèle que celles présentées ci-dessus en remplaçant i par j.

L'équation d'écrouissage de Yoshie–Laasraoui–Jonas [87] est employée et s'écrit sous la forme suivante :

$$d\rho_i = (K_1 - K_2\rho_i)d\varepsilon, \text{ soit } d\rho_i = (K_1 - K_2\rho_i)\dot{\varepsilon}dt \tag{2.68}$$

avec $K_1(\dot{\varepsilon})$ et $K_2(\dot{\varepsilon}, T)$ les paramètres d'écrouissage et de restauration identifiés par analyse inverse à partir de données expérimentales.

De la même manière que dans le modèle de Favre *et al.* [63], lorsqu'un grain croit au détriment d'un grain plus écroui, le volume gagné par celui-ci est supposé vierge de dislocations, la densité de dislocations par unité de surface est donc réduite. Ceci est décrit dans le modèle de la façon suivante : $\Delta(\rho V) = 0$.

L'équation de contrainte d'écoulement associée est décrite par l'équation de Taylor [27] :

$$\sigma_i = \sigma_0 + M_T\alpha\mu b\sqrt{\rho_i}, \tag{2.69}$$

avec σ_0 la limite d'élasticité pour un matériau recristallisé et α une constante comprise généralement entre 0.15 et 0.4 [27, 79].

De par la complexité de définir un critère de germination expérimentalement, il est considéré qu'une classe de grains a un potentiel de germination lorsque sa densité de dislocations est supérieure à une valeur de densité de dislocations seuil ρ_{cr}. Dans le cas du modèle de Bernard *et al.* l'évolution de la densité de dislocations correspond à une intégration de celle-ci par rapport au rayon critique :

$$\rho_{cr} = \left(2R_{cr}\frac{K_1}{M\tau}\dot{\varepsilon}\right)^{\frac{1}{2}}. \tag{2.70}$$

Pour le modèle de Beltran *et al.*, une méthode itérative en deux étapes est adoptée en déterminant une première approximation de ρ_{cr} à partir de [38] puis une équation itérative

de convergence donnant les deux équations suivantes :

$$\rho_{cr} = \left(\frac{20K_1\gamma\dot{\varepsilon}}{3M\tau}\right)^{\frac{1}{3}}, \tag{2.71}$$

$$\rho_{cr} = \left(\frac{-2\gamma\dot{\varepsilon}\frac{K_2}{M\tau}}{ln\left(1-\frac{K_2}{K_1}\rho_{cr}\right)}\right)^{\frac{1}{2}}. \tag{2.72}$$

Dans la version proposée par Beltran *et al.* [39], l'évolution de la microstructure en post-dynamique se fait de manière concomitante par croissance de grains et par le mécanisme de restauration statique fonction de la température avec l'équation suivante :

$$d\rho_i = (-K_s\rho_i)dt, \tag{2.73}$$

avec K_s le paramètre de restauration statique.

Dans le modèle de Beltran *et al.*, au début du traitement thermique post-déformation les classes de grains sont catégorisées en quatre familles selon leur niveau de densité de dislocations :

1. Les grains recristallisés naissants, $\rho_i = \rho_0$.
2. Les grains recristallisés dont la densité de dislocations est inférieure à la densité de dislocations critique, $\rho_0 < \rho_i < \rho_{cr}$.
3. Les grains recristallisés ayant subi de la déformation dont la densité dépasse la densité de dislocations critique, $\rho_i > \rho_{cr}$.
4. Les grains non recristallisés initiaux dont la densité dépasse la densité de dislocations critique, $\rho_i > \rho_{cr}$.

Les grains des familles 3 et 4 agissent au regard du voisinage de manière identique. Une reclassification de ces classes de grains est alors réalisée permettant de simplifier la représentation de la microstructure. Une valeur seuil de densité de dislocations ρ_{th} définit le passage d'une classe de grains RX à une classe NR mais le chemin inverse est également possible grâce à la restauration statique des grains non recristallisés. Les grains de la famille 3 sont alors reclassés comme grains non recristallisés et participent donc au milieu homogène équivalent non recristallisé. ρ_{th} se définit comme étant la densité de dislocations maximale de la distribution avant le passage au post-dynamique.

Le nombre de germes global par unité de temps de la microstructure est calculé comme la somme du nombre de germes par unité de temps associé à chaque classe de grains. La germination ayant lieu préférentiellement aux joints de grains, tout comme dans le modèle de Montheillet *et al.* [64], le nombre de germes par unité de temps est donc proportionnel à la surface de joints de grains. Cependant, dans le cas présent, il est limité à la surface de joints de grains respectant le critère de densité de dislocations ρ_{cr} que l'on nommera S_{cr}.

L'équation du nombre de germes global par unité de temps est inspirée de l'équation employée par Montheillet *et al.* mais adaptée pour respecter le critère de dislocations critique imposé :

$$dN = K_g S_{cr} \frac{\sum_{i=1}^{n} \eta_i R_i^2 (\rho_i - \rho_{cr})^c}{\sum_{\rho_k > \rho_{cr}} \eta_k R_k^2 (\rho_k - \rho_{cr})^c} dt, \tag{2.74}$$

avec $K_g(T, \dot{\varepsilon})$ un paramètre de germination permettant de moduler le nombre de germes global par unité de temps (passage du cas idéal où toute la surface de joints de grains a atteint le seuil critique de germination au cas réel ou une partie de la surface a atteint cette condition) et c une constante proche 3 [64].

2.4.2.5 Le modèle de Smagghe *et al.*

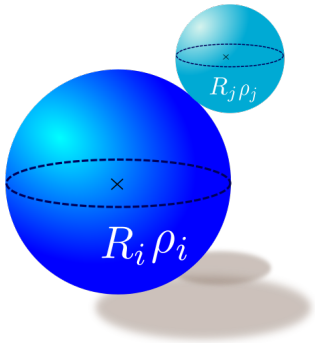


Figure 2.16 – Représentation de la microstructure pour le modèle de Smagghe en 3D.

Smagghe *et al.* ont proposé une autre manière que Bernard *et al.* et Beltran *et al.* d'introduire de la topologie dans les modèles à champ moyen en considérant le principe d'un voisinage spécifique [93]. Les modèles décrits jusqu'à présent représentent la microstructure au travers de milieux homogènes équivalents à caractéristiques moyennes. Dans cette représentation, les auteurs travaillent à une échelle plus locale en considérant que le voisinage d'un grain est composé d'un seul voisin attribué aléatoirement comme illustré dans la figure 2.16. La bijectivité du voisinage n'est pas stricte, ce qui signifie qu'un grain j est voisin d'un grain i, mais le grain j n'a pas obligatoirement le grain i comme voisin assigné. La liaison entre un grain et son voisin est permanente dans le temps jusqu'à la disparition d'un des deux grains. Si l'un des deux grains subsiste, il se verra assigner un nouveau voisin parmi les grains existants au pas de temps de la disparition. La migration des joints de grains a donc lieu entre le grain i et son voisin j avec pour seule force motrice celle liée à l'énergie stockée :

$$dR_{(i,j)} = M P_{e_{(i,j)}} dt. \tag{2.75}$$

$$P_{e_{(i,j)}} = \tau(\rho_j - \rho_i) dt.$$

La conservation du volume est cependant assurée par une certaine bijectivité. En effet, entre deux classes voisines i et j l'échange de variation de rayon $dR_{(i,j)}$ se fait tel que $R_{(i,t+dt)} = R_{(i,t)} + dR_{(i,j)}$ et $R_{(j,t+dt)} = R_{(j,t)} - dR_{(i,j)}$.

Ce travail vient à la suite des travaux de Montheillet *et al.* [64] et Piot *et al.* [94], les équations constitutives reliées à l'écrouissage, la contrainte d'écoulement macroscopique et la germination sont proches.

La loi d'écrouissage est une loi puissance proche de celle décrite par Montheillet *et al.* [64] :

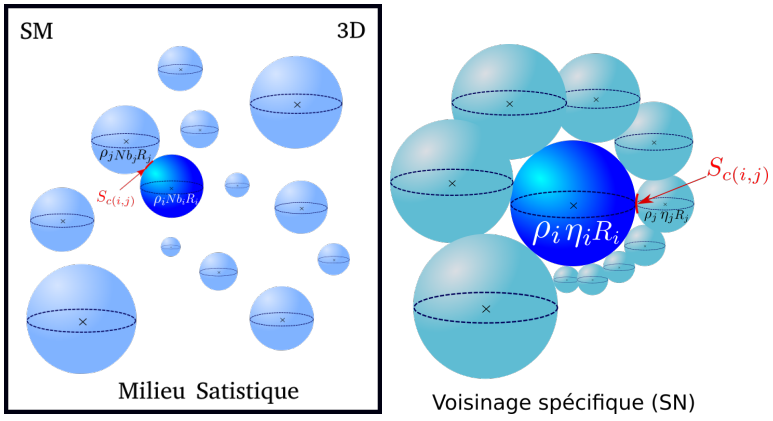
$$d\rho_i = H^{\nu+1}\rho_i^{\nu}\varepsilon, \tag{2.76}$$

avec H le paramètre d'écrouissage et de restauration et ν une constante.

La contrainte d'écoulement emploie la loi de Taylor (1.10) sur chaque grain. Et la germination réside sur l'équation (2.64).

Lorsqu'un germe est créé, un voisin lui est associé aléatoirement parmi les grains déjà existants. Dans [93] l'auteur compare les distributions de tailles de grains simulées à des données expérimentales (acquises par EBSD 2D et transformées en 3D avec l'algorithme de Saltykov [95]). Les prédictions obtenues apportent de belles améliorations par rapport à celles obtenues par Montheillet *et al.* dans l'article [64]. Cependant, la construction du voisinage étant réalisée par tirage aléatoire, cela peut mener à certains scénarios extrêmes comme ceux où un grain se trouve voisin de tous les autres, ou encore lorsqu'un grain n'est jamais pioché pour faire partie d'un voisinage qui semblent être envisageables.

2.4.2.6 Le modèle de Maire *et al.*



(a) (b)

Figure 2.17 – (a) Représentation de la microstructure pour le modèle de Di Schino *et al.* en 3D, (b) Représentation de la microstructure pour le modèle de Maire en 3D.

Maire *et al.* ont proposé un modèle à champ moyen à classes de grains sphériques en 3D pour simuler les évolutions microstructurales sous sollicitation mécanique des phénomènes physiques de croissance de grains, recristallisation dynamique, restauration et recristallisation post-dynamique [67]. Ces travaux se basent sur les équations physiques présentées par Bernard *et al.* et Beltran *et al.* associées à la construction d'un voisinage spécifique pour chaque classe de grains. Cette dernière repose sur un schéma de construction hybride : à la fois déterministe

et statistique. Déterministe, car à la manière des travaux de Smagghe *et al.*, chaque classe a un voisinage spécifique, ici constitué de plusieurs classes de grains à chaque pas de temps. Mais cette construction utilise également le formalisme développé par Abbruzzese *et al.*. et étendu en 3D par Di Schino *et al.*. Chaque classe de grains est décrite par trois variables d'état : R_i le rayon de la classe de grains i, η_i la fréquence de grains par classe, et ρ_i la densité de dislocations.

L'évolution de la microstructure se traduit dans ce modèle par des échanges volumiques basés sur l'équation de la migration des joints de grains :

$$dV_{(i,j)} = dR_{(i,j)} \times S_{c(i,j)} = dR_{(i,j)} \times p_{(i,j)} \times S_{R_i}, \tag{2.77}$$

avec $S_{c(i,j)}$ la surface de contact entre la classe i et la classe j (cf. figure 2.17b) qui est le produit de la probabilité de contact $p_{(i,j)}$ et de la "surface restante" de la classe de grains i S_{R_i} et $dR_{(i,j)}$ la variation de rayon résultant de la migration des joints de grains prenant à la fois en compte le pression capillaire et la pression motrice liée à l'énergie stockée. Elle sera redéfinie plus précisément dans les chapitres ultérieurs.

Pour mieux comprendre les différences intervenant dans la construction du voisinage entre le modèle utilisé par Di Schino *et al.* (voisinage statistique 3D - figure 2.17a) et le modèle proposé par Maire *et al.* (voisinage spécifique 3D figure 2.17b), nous comparons ces modèles dans un cas de croissance de grains pilotée par la capillarité. Pour illustrer cette étape de construction du voisinage, on choisit une classe i comme étant une classe centrale d'une distribution de tailles de grains.

Dans le modèle de Di Schino *et al.*, le voisinage de la classe i est constitué de l'ensemble des autres classes de la microstructure. Chaque classe $i \neq j$ est donc voisine de la classe i et respecte la surface de contact $S_{c(i,j)}$:

$$S_{c(i,j)} = p_j S_i, \tag{2.78}$$

avec p_j la probabilité de contact de la classe voisine j (donnée par l'équation (2.10)) et S_i la surface de la classe de grain i. Dans ce cas, la grandeur caractéristique dirigeant la répartition de la construction du voisinage est la surface totale S_i de la classe i.

Dans le modèle de Maire *et al.* une nouvelle grandeur est introduite pour diriger cette construction : la surface restante S_{R_i}. Cette dernière correspond à la surface disponible à chaque instant pour la construction du voisinage d'une classe de grains, la surface complémentaire "indisponible" étant celle occupée par des grains ayant déjà été attribués comme voisin. Chaque grain de la microstructure possède une surface restante initiale équivalente à la surface de rayon R_i : $S_{R_i} = 4\pi R_i^2$. Cette surface restante diminue avec la construction progressive du voisinage jusqu'à l'obtention d'un voisinage complet.

La construction du voisinage spécifique (Specific Neighborhood – SN) repose sur deux critères principaux : la bijectivité entre deux classes de grains et la conservation du volume

du système. En considérant une classe j voisine d'une classe i, la surface de contact associée est $S_{c(i,j)}$. Par bijectivité, celle-ci est automatiquement reliée à la classe de grains voisine j telle que $S_{c(j,i)}$=$S_{c(i,j)}$.

Dans ce modèle, la construction du voisinage se fait à chaque pas de temps en suivant arbitrairement l'ordre dans lequel les classes sont décrites dans la distribution de tailles de grains initiale donnée au modèle (croissant) avec un nombre restreint de voisins. Considérons la classe courante comme la classe de grains dont la construction du voisinage est en cours, la classe de grains i est définie comme la classe courante. Celle-ci se voit attribuer une première classe de grains voisine $j = i + 1$. La surface de contact $S_{c(i,i+1)}$ est donc appliquée entre ces deux classes de grains permettant de mettre à jour la surface restante de la classe i :

$$S_{R_i} = 4\pi R_i^2 - S_{c(i,i+1)}. \tag{2.79}$$

Le voisinage de la classe courante i continue son remplissage avec les classes de grains voisines $j = i + 2,\ j = i + 3, \ldots$ en suivant l'ordre croissant de la distribution à la manière de Di Schino *et al.* considérant seulement S_{R_i} à la place de la surface S_i utilisée par Di Schino *et al.*.

Pour toutes ces classes voisines ajoutées, la surface restante S_{R_i} est mise à jour. Une fois le voisinage de la $i^{\text{ème}}$ classe de grains complété, la classe suivante dans la distribution $i + 1$ devient la classe courante. Cette opération est répétée pour toutes les classes de la microstructure considérée. Comme mentionné précédemment, le principe de bijectivité entre les classes est appliqué dans ce modèle. La classe de grains $i + 1$ a donc par bijectivité déjà la classe i dans son voisinage. De ce fait, la surface restante de la classe $i + 1$,$S_{R_{i+1}}$, a déjà été mise à jour lors de l'attribution de $i + 1$ comme voisin.

La classe courante évoluant dans la distribution, une partie du voisinage sur cette dernière est déjà remplie par bijectivité avec des classes de grains de rayons inférieurs à celui de la classe courante. Dans le cas d'une classe de grains se trouvant au centre de la distribution, (cf. figure 2.18), les classes de grains colorées en vert représentent les voisins attribués à la classe i par bijectivité lorsque les classes $i-1$, $i-2$, ... étaient classes courantes. Les classes représentées en bleu correspondent à toutes les classes de grains de la distribution restantes ayant un voisinage non complet. Ces dernières sont ajoutées au voisinage lorsque i est classe courante à la façon de Di Schino *et al.*. Enfin, les classes rouges correspondent aux classes de grains ne faisant pas partie du voisinage de la classe i car possédant un voisinage déjà complet et uniquement rempli par bijectivité avec des classes de rayons plus faibles que celui de la classe i.

Dans le cas du modèle de Di Schino *et al.*, la construction du voisinage de manière statistique permet une répartition simple du voisinage à la surface de la classe courante considérée. La vision plus déterministe choisie dans le modèle de Maire *et al.* avec une bijectivité imposée sur la surface de contact S_c oblige l'emploi de la surface restante S_R.

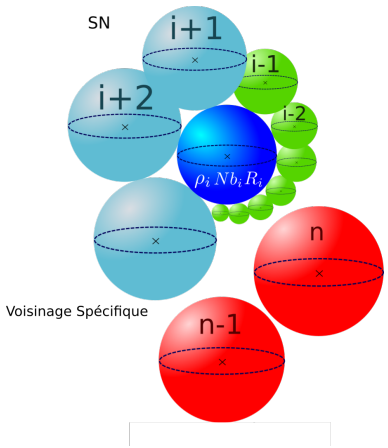


Figure 2.18 – Construction du voisinage du modèle de Maire *et al.* pour une classe de grains i en position intermédiaire (au centre de la distribution) d'une distribution de tailles de grains décrite selon un ordre croissant de la taille de grains.

Considérons le cas des classes de grains dont le voisinage est uniquement attribué par bijectivité (les grains rouges) ; lorsqu'une classe j est attribuée par bijectivité, sa surface restante S_{R_j} est alors modifiée et un test est effectué en vérifiant si $S_{R_j} > 0$ (cf.figure 2.19) :

- si oui, alors la classe j peut encore accueillir des voisins,
- si non, alors le voisinage de j est complet. j ne sera plus disponible et ne participera plus à la construction des voisinages des classes suivantes.

Si la classe j a déjà une partie de son voisinage complété par bijectivité lorsqu'elle devient classe courante la surface restante, si elle est positive, est alors gérée automatiquement par la probabilité de contact comme dans le cas du modèle de Di Schino *et al.*.

Un exemple de construction de voisinage sur une microstructure simple de 14 classes de grains dans un cas de croissance de grains est illustré sous une autre forme dans le tableau 2.1. Le code de symboles pour la construction du voisinage de chacune des classes au temps $t = 0s$ est défini en légende.

Chaque classe de grains se trouve momentanément dans la position de classe courante lors de la construction du voisinage. Ce tableau présente pour chaque classe de grains la manière dont a été construit son voisinage. Comme mentionné précédemment, deux moyens sont possibles pour associer une classe voisine : association sur la classe courante ou par bijectivité. La classe 1 (en bleu), a un voisinage composé de toutes les classes de la microstructure, à la manière de Di Schino *et al.*, car aucune classe n'a encore complété son voisinage. En effet, les surfaces restantes de toutes les classes prennent initialement la valeur de leur surface permettant de se retrouver dans un cas similaire aux travaux de Di Schino *et al.*. Les classes intermédiaires de 2 à 6 ont une construction mixte par classes courantes et par bijectivité. La dernière classe affiche un voisinage complet composé seulement des deux premières classes. Elle fait partie des classes rouges (cf. figure 2.18) montrant un voisinage construit uniquement par bijectivité. Ces classes rouges ont un voisinage moins diversifié en termes de dispersion

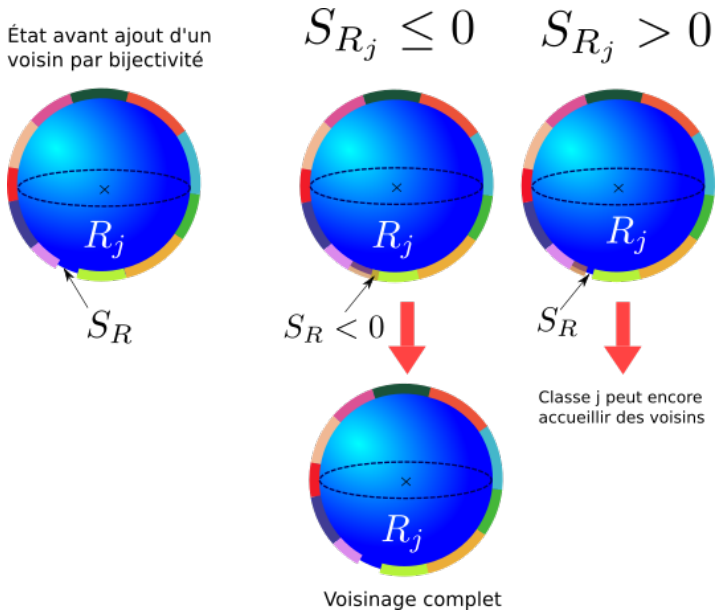


Figure 2.19 – Illustration du test sur la surface restante d'une classe j après sa mise à jour lors de son attribution à un voisinage par bijectivité. Les segments colorés définissant les différentes surfaces de contact des classes de grains associées au voisinage de la classe j par bijectivité.

Classe courante	Voisinage associé à la classe courante													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯
2	△	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯
3	△	△	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	×
4	△	△	△	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	◯	×	×	×
5	△	△	△	△	◯	◯	◯	×	×	×	×	×	×	×
6	△	△	△	△	△	◯	×	×	×	×	×	×	×	×
7	△	△	△	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×
8	△	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
9	△	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
10	△	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
11	△	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
12	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
13	△	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
14	△	△	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×

Table 2.1 – Tableau illustrant la construction d'un voisinage par le modèle de Maire *et al.* [67] composée de 14 classes de grains : ◯ représente la construction du voisinage sur la classe courante, △ représente la construction du voisinage par bijectivité et × représente une classe de grains ne faisant pas partie d'un voisinage car possédant déjà un voisinage complet et complété par bijectivité uniquement.

de tailles de grains que les classes situées au début de la distribution.

Cette représentation de la microstructure peut paraître dans un premier temps peu physique. Cependant, il est important de garder à l'esprit que ce modèle travaille avec une distribution de tailles de grains. Les distributions expérimentales peuvent être assimilées assez justement à des distributions du type log-normale [96–98]. La fréquence de grains présente dans les classes de faibles diamètres est donc plus élevée que pour les classes de grandes tailles. En d'autres termes, la microstructure est composée d'un nombre plus important de petits grains comme ceux du type de la classe 1 que ceux de la classe 14.

Une autre manière d'aborder cette conception est de raisonner en volume équivalent. Chaque classe de grains peut être rapportée à un volume équivalent dans le volume total de la microstructure. La figure 2.20a illustre une distribution de tailles de grains par un histogramme en fréquence en nombre où pour chaque diamètre d'une classe de grains est associée la valeur du volume équivalent de sa classe. Celui-ci se calcule par le produit du volume déterminé à partir du diamètre du grain représentatif de la classe et de la fréquence en nombre η_i associée à cette classe :

$$V_{eq_{(i)}} = \frac{4}{3}\pi \left(\frac{D_i}{2}\right)^3 \eta_i. \tag{2.80}$$

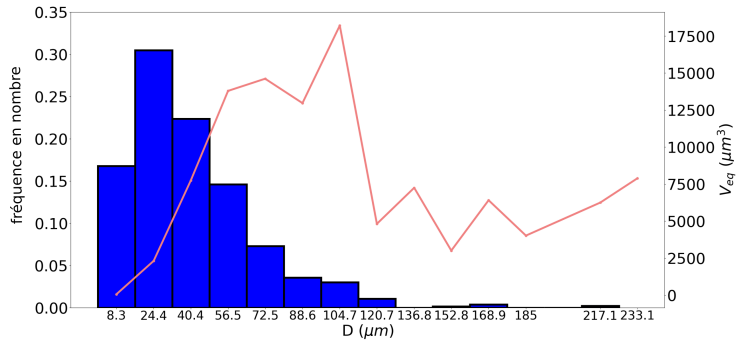
Ce volume peut également être illustré par une valeur de diamètre équivalent D_{eq}^V tel que :

$$D_{eq}^{V_{(i)}} = 2\left(\frac{3}{4}\frac{V_{eq_{(i)}}}{\pi\eta_i}\right)^{\frac{1}{3}}. \tag{2.81}$$

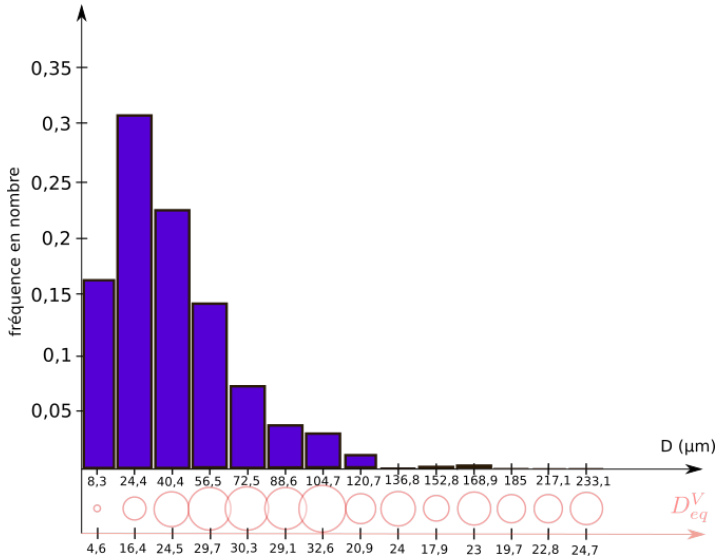
Ces deux nouvelles grandeurs montrent que par l'emploi de classes de grains, la représentation volumique s'équilibre entre des petites classes très présentes dans la microstructure et de grosses classes en faibles quantités donnant lieu à une distribution de diamètres équivalents D_{eq}^V. Les classes intermédiaires avec des diamètres D_i entre 56 et 104µm ont de ce fait, la plus grande représentativité volumique tandis que les petites et les grandes classes ont une représentativité à des niveaux similaires (cf. figure 2.20b). La figure 2.21 représente la construction du voisinage de la classe 4 en représentant les sphères de diamètre D_{eq}^V issues du volume équivalent. La dispersion des classes entre elles sur le voisinage de la classe 4 est très fortement gommée.

La probabilité de contact

En recristallisation dynamique, le modèle définit un type de grains en fonction de son statut : germe (G), grain recristallisé (RX) et grain non recristallisé (NR). L'équation (2.77) introduit la notion de probabilité de contact $p_{(i,j)}$ entre deux classes voisines de la microstructure. L'idée de la probabilité de contact proposée par Abbruzzese *et al.* puis Di Schino *et al.* est conservée dans la forme de l'équation utilisée ici. Cependant, une dimension de contact volumique a été considérée dans le cadre de ce modèle. La probabilité de contact est ici déterminée par rapport au type de la classe de grains voisine j qui sera noté en exposant, ty = NR ou RX. Le cas des germes sera traité séparément par la suite. Dans le cas où j est une



(a)



(b)

FIGURE 2.20 – (a) Représentation de la distribution de tailles de grains de la microstructure en fréquence en nombre couplée à la représentation des volumes équivalents de chaque classe, (b) Représentation de la distribution de tailles de grains de la microstructure en fréquence en nombre couplée à la représentation des diamètres équivalents de chaque classe.

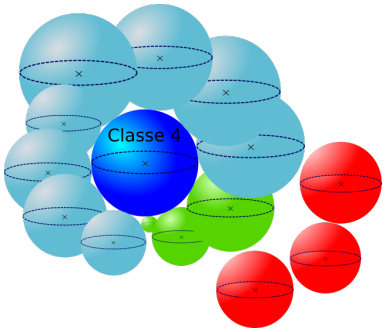


FIGURE 2.21 – Représentation de la construction du voisinage spécifique de la classe 4 avec le modèle de Maire *et al.* avec les diamètres issus du volume équivalent V_{eq}.

classe recristallisée on obtient la probabilité suivante :

$$p^{ty}_{(i,j)} = \begin{cases} \dfrac{\eta_j R_j^3}{\sum_{k=1}^{n_{ty_i}} \eta_k R_k^3}, & \text{si ty} = \text{RX} \\ 0 & \text{si ty} = \text{NR}, \end{cases} \tag{2.82}$$

avec n_{ty_i} le nombre de classes de grains du type considéré dont le voisinage n'est pas complet lors de la construction du voisinage de la classe i, n le nombre de classes de grains de la microstructure, N_i ($i \in [\![1, n]\!]$) le nombre de voisins du grain i, et $j \in [\![1, N_i]\!]$. Si j est une classe non recristallisée les valeurs prises par $p_{ty_{(i,j)}}$ sont inversées.

Une forme de probabilité de contact générale entre deux classes $p_{(i,j)}$ est utilisée dans ce modèle couplant la probabilité de contact définie dans l'équation (2.82) à des poids topologiques. Les poids topologiques permettent de pondérer la construction statistique du voisinage par la prise en compte de l'historique vécu par une classe de grains. L'historique est conservé au travers du volume de germes apparus à la surface de chaque classe depuis le début de leur existence.. Dans le cas simple d'une distribution de classes de grains de type unique sans application de déformation (ex : 100% recristallisés, le principe restera identique dans le cas d'une microstructure 100% non recristallisé) la probabilité de contact générale ne tiendra pas compte de ces poids topologiques puisque aucun historique de microstructure ne va se mettre en place. Elle s'écrira alors sous la forme simplifiée :

$$p_{(i,j)} = \frac{\eta_j R_j^3}{\sum_{k=1}^{n_i} \eta_k R_k^3}. \tag{2.83}$$

avec n_i le nombre de classes de grains dont le voisinage n'est pas complet lors de la construction du voisinage de la classe i.

Dans le cas d'une microstructure partiellement recristallisée ou d'une microstructure qui serait amenée à subir de la déformation, chaque classe de grains est définie au maximum par quatre poids topologiques, un par type de grains voisins possible plus un regroupant les germes et les grains recristallisés. La figure 2.22a représente un schéma de coupe en 2D de la répartition du voisinage en tenant compte de l'historique. Attention, ce schéma permet seulement de définir les poids topologiques associés à l'historique dans la probabilité de contact. Il ne s'agit donc pas de la construction réelle du voisinage (qui elle a été définie précédemment). Pour déterminer ces poids topologiques, plusieurs hypothèses sont faites :

- Les valeurs moyennes $\bar{R}_{RX}$ et $\bar{R}_{NR}$ sont considérées afin de simplifier le calcul des fractions surfaciques associées à chaque type de grains.
- Le modèle travaillant en 3D, deux sphères voisines s'intersectent en une surface de type πR_j^2 comme représenté sur la figure 2.22b.

Le modèle prend en compte une germination par le mécanisme de la migration des interfaces induite par la déformation (SIBM) associée à une germination en collier. La surface de la classe de grains i peut donc être répartie en deux fractions surfaciques générales entre les classes de grains recristallisés et non recristallisés notées $\theta(i)$ et $1 - \theta(i)$ respectivement. La fraction de surface générale des grains recristallisés peut être sous-divisée en deux fractions spécifiques complémentaires composées de : la fraction des germes apparus au pas de temps courant t_n "$\theta_a(i)$" et celle des grains recristallisés ayant germé à partir de la classe de grains i depuis son existence "$\theta_b(i)$" :

$$\theta(i) = \theta_a(i) + \theta_b(i). \tag{2.84}$$

La fraction surfacique générale de grains recristallisés $\theta(i)$ s'écrit donc comme le ratio de la surface de grains recristallisés divisée par la surface du grain de classe i considéré :

$$\theta(i) = \left(\frac{W_{RX}(i)\pi \bar{R}_{RX}^2}{S_i} \right), \tag{2.85}$$

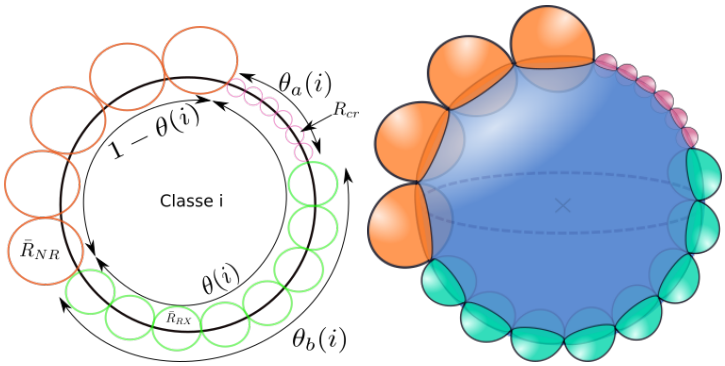
avec S_i la surface du grain de classe i et $W_{RX}(i)$ le poids topologique général des grains recristallisés déterminé à partir de l'historique du grain de classe i tel que :

$$W_{RX}(i) = \frac{\sum_{t=t_c}^{t_n} V_{nucl_{(i,t)}}^{disp}}{V_G}, \tag{2.86}$$

avec $V_{nucl_{(i,t)}}^{disp}$ le volume de germes généré à chaque pas de temps où la recristallisation a lieu depuis la création du grain de classe i au temps t_c jusqu'au temps courant t_n et V_G le volume d'un germe unitaire déterminé à partir du rayon critique d'un germe défini par le critère de Bailey–Hirsch à la manière de Bernard *et al.* et Beltran *et al.* :

$$R_{cr} = \frac{2\gamma}{\rho_{cr}\tau}, \tag{2.87}$$

avec ρ_{cr} définie par itération avec les équations de Beltran *et al.* (cf. équation (2.72)).



(a) (b)

Figure 2.22 – (a) Coupe 2D de la répartition du voisinage sur la classe de grain i selon l'historique pour la construction des poids topologiques, (b) Représentation de la surface d'interaction entre le grain de classe i et le voisinage reconstitué à partir de l'historique de la classe de grain i. Attention, ces schémas permettent seulement de définir les poids topologiques associés à l'historique dans la probabilité de contact. Il ne s'agit donc pas de la construction réelle du voisinage (qui elle a été définie précédemment).

La fraction surfacique spécifique de germes $\theta_a(i)$ se définit sur le même modèle que la fraction recristallisée générale en considérant $W_{\theta_a}(i)$ le poids topologique relié aux germes pour la classe de grains i et R_{cr} le rayon d'un germe :

$$\theta_a(i) = \frac{W_{\theta_{a(i)}}(i)\pi R_{cr}^2}{S_i}, \tag{2.88}$$

avec $W_{\theta_a}(i)$ défini à partir du volume de germes créé au pas de temps courant t_n tel que :

$$W_{\theta_{a(i)}}(i) = \frac{V_{nucl_{(i,t_n)}}^{disp}}{V_G}. \tag{2.89}$$

avec $V^{disp}_{nucl_{(t_n)}}$ le volume de germes disponible au pas de temps courant t_n sur la classe de grains i.

La fraction surfacique spécifique $\theta_b(i)$ liée aux grains recristallisés et le poids topologique associé $W_{\theta_b}(i)$ peuvent être déterminés à partir des grandeurs précédentes et de l'équation (2.84) comme suit :

$$\theta_b(i) = \theta(i) - \theta_a(i), \text{ donc } W_{\theta_b}(i) = \frac{\theta_b(i) S_i}{\pi \bar{R}^2_{RX}}. \tag{2.90}$$

Le dernier poids topologique correspond à celui associé aux classes de grains non recristallisés. Il se différencie des autres en employant une loi obtenue sur des microstructures 3D recristallisées issues des simulations à champ complet [67] reliant la taille de grains normalisée au nombre de voisins. Cette dernière se présente sous la forme d'une loi polynomiale telle que :

$$W_{(1-\theta(i))}(i) = \left(4.06 \left(\frac{R_i}{\bar{R}}\right)^2 + 4.22 \left(\frac{R_i}{\bar{R}}\right) + 4.71\right)(1 - \theta(i)). \tag{2.91}$$

Le polynôme dans cette loi est multiplié par la fraction surfacique des grains non recristallisés pour déterminer uniquement le nombre de classes voisines non recristallisées.
Les modèles à champ complet en 3D considérant des géométries de grains plus réalistes, les grains voisins n'intersectent donc pas le grain de classe i avec leur rayon maximal R_j mais avec un rayon tel que : $Rj > R_{intersection} > 0$. Ce qui permet de modéliser les grains non recristallisés comme dans les figures 2.22a et 2.22b.

Une fois les poids topologiques complètement définis, la probabilité de contact générale dans le cas d'une microstructure partiellement recristallisée peut être exprimée. Pour une classe de grains déjà présente dans la microstructure (RX ou NR), cette dernière va s'écrire sous la forme générale suivante :

$$p_{(i,j)} = \frac{W_{\theta_{b(i)}}(i) p^{RX}_{(i,j)} + W_{1-\theta(i)}(i) p^{NR}_{(i,j)}}{\sum_{k=1}^{n_{RX_i}} W_{\theta_{b(i)}}(i) p^{RX}_k + \sum_{k=1}^{n_{NR_i}} W_{1-\theta(i)}(i) p^{NR}_k}. \tag{2.92}$$

Dans le cas où i est une classe de grains recristallisés et j une classe de grains non recristallisés, l'équation généralisée de probabilité de contact se réduit d'après les conditions de l'équation (2.82) comme suit :

$$p_{(i,j)} = \frac{W_{1-\theta(i)}(i) p^{NR}_{(i,j)}}{\sum_{k=1}^{n_{NR_i}} W_{1-\theta(i)}(i) p^{NR}_k + \sum_{k=1}^{n_{RX_i}} W_{\theta_{b(i)}}(i) p^{RX}_k}. \tag{2.93}$$

La probabilité de contact lorsque la classe voisine j est une classe de germes est traitée séparément en considérant que $p^{RX}_j = 1$ traduisant le fait qu'une classe de germes à 100% de chance de se retrouver à la surface d'une classe de grains ayant atteint ρ_{cr} :

$$p_{(i,j)} = \frac{W_{\theta_{a(i)}}(i)}{\sum_{k=1}^{n_{NR_i}} W_{1-\theta(i)}(i) p^{NR}_k + \sum_{k=1}^{n_{RX_i}} W_{\theta_{b(i)}}(i) p^{RX}_k}. \tag{2.94}$$

Le tableau suivant résume les différentes valeurs prises par $p_{(i,j)}$ selon les statuts de i et j :

$p_{(i,j)}$			
i	RX ou NR		
j	NR	RX	G
	$\frac{W_{1-\theta(i)}(i)p_{(i,j)}^{NR}}{\sum_{k=1}^{nNR_i} W_{1-\theta(i)}(i)p_k^{NR}+\sum_{k=1}^{nRX_i} W_{\theta_b(i)}(i)p_k^{RX}}$	$\frac{W_{\theta_b(i)}p_{(i,j)}^{RX}}{\sum_{k=1}^{nNR_i} W_{1-\theta(i)}(i)p_k^{NR}+\sum_{k=1}^{nRX_i} W_{\theta_b(i)}(i)p_k^{RX}}$	$\frac{W_{\theta_a(i)}(i)}{\sum_{k=1}^{nNR_i} W_{1-\theta(i)}(i)p_k^{NR}+\sum_{k=1}^{nRX_i} W_{\theta_b(i)}(i)p_k^{RX}}$

Table 2.2 – Tableau définissant les différentes équations associées à $p_{(i,j)}$ en fonction des valeurs prises par i et j.

La loi constitutive d'écrouissage

L'équation employée pour décrire l'évolution de la densité de dislocations est la même que dans les travaux de Bernard *et al.* et Beltran *et al.* :

$$d\rho_i = (K_1 - K_2\rho_i)\dot{\varepsilon}dt, \tag{2.95}$$

avec K_1 et K_2 des paramètres représentant l'écrouissage et la restauration respectivement et $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation.

De la même manière que dans les modèles de Favre *et al.* et Bernard / Beltran *et al.*, lorsqu'un grain croît au détriment d'un autre par différence d'énergie stockée, les densités de dislocations respectives des grains sont mises à jour.

La loi constitutive de germination

La loi de germination dans ce modèle se base également sur les travaux de Bernard *et al.* et Beltran *et al.* dont le nombre de germes par unité de temps est donné par l'équation (2.74). Cependant, le modèle travaillant avec des variations volumiques, ce nombre est donc traduit en volume. Chaque classe de grains ayant dépassé le seuil de densité de dislocations critique ρ_{cr} pour germer, défini de manière identique au modèle de Beltran *et al.* avec les équations (2.72), présente alors un volume disponible à la germination calculé à chaque pas de temps t comme suit pour la classe de grains i :

$$dV_{nucl_{(i,t)}}^{disp} = dN_i V_G = \begin{cases} K_L S_{cr} \frac{R_i^2(\rho_i-\rho_{cr})^3}{\sum_{\rho_k>\rho_{cr}} N_k R_k^2(\rho_k-\rho_{cr})^3} dt & \text{si } \rho_i > \rho_{cr} \\ 0 & \text{si } \rho_i \leq \rho_{cr} \ , \end{cases} \tag{2.96}$$

avec dN_i le nombre de germes généré par la classe de grains i, $K_L = V_G \times K_g$ où V_G est le volume unitaire d'un germe et K_g la constante de germination du modèle de Beltran *et al.* et Bernard *et al.*.

Ce volume disponible pour chaque classe est sommé sur toutes les classes de la microstructure considérée donnant lieu à un volume total disponible à la germination $V_{nucl_t}^{disp}$ au temps t tel que :

$$dV_{nucl_t}^{disp} = \sum_{i=1}^{n} dV_{nucl_{(i,t)}}^{disp}, \tag{2.97}$$

avec n le nombre de classes de grains de la microstructure.

Une classe de germes unique est alors ajoutée à chaque pas de temps où la germination peut avoir lieu. Cette nouvelle classe est définie par les trois variables d'état du modèle : le rayon de cette classe de germes défini par le rayon critique R_{cr} par l'équation (2.87), une densité de dislocations faible ($\rho_0 = 10^{11} m^{-2}$) et également la fréquence de présence dans la microstructure.

La fréquence de la classe de germes η_G est déterminée à partir du volume total de germination disponible $V_{nucl_t}^{disp}$ et du volume unitaire d'un germe V_G :

$$\eta_G = \frac{V_{nucl_t}^{disp}}{V_G}. \tag{2.98}$$

La loi constitutive de la contrainte d'écoulement

La contrainte d'écoulement à l'échelle d'un grain est décrite au travers de la loi de Taylor (1.10) :

$$\sigma_i = \sigma_0 + M_T \alpha \mu b \sqrt{\rho_i} \tag{2.99}$$

La contrainte d'écoulement macroscopique étant obtenue par une moyenne pondérée en volume :

$$\sigma = \frac{\sum_{i=1}^{n} \sigma_i V_i \eta_i}{\sum_{k=1}^{n} V_k \eta_k}. \tag{2.100}$$

La recristallisation post-dynamique

Ces travaux permettent également de tenir compte de la restauration, notamment lors de la simulation d'une microstructure avec de l'énergie stockée ou lors d'évolutions post-dynamiques. L'équation utilisée provient des travaux de Beltran *et al.* [39] :

$$d\rho_i = (-K_s \rho_i) dt, \tag{2.101}$$

avec K_s le paramètre relié à la recristallisation statique.

Le reste des phénomènes associés à la recristallisation méta-dynamique sont d'ores et déjà pris en compte au travers de l'équation de migration des joints de grains (éq. (2.77)).

La recristallisation statique n'étant pour le moment pas prise en compte (pas de germination en post-dynamique).

2.5 Conclusion

Ce chapitre regroupe une grande partie des différents types de modèles à champ moyen de prédiction microstructurale sur les phénomènes ayant lieu pendant les procédés de mise en forme d'alliages monophasés. Les modèles se différencient entre eux sur deux points principaux : la représentation de la microstructure et la simulation d'un ou plusieurs phénomènes. Les tableaux 2.3 et 2.4 rassemblent les critères de caractérisation de tous les modèles discutés dans cet état de l'art. Le tableau 2.4 regroupe les choix de représentation et les hypothèses

émises pour chaque modèle. Tandis que le tableau 2.3 présente les conditions nominales de simulation, les matériaux d'application rencontrés dans l'état de l'art et la schématisation de la description de la microstructure.

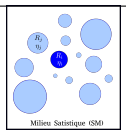
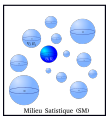
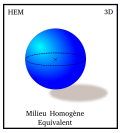
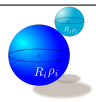
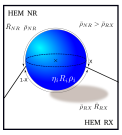
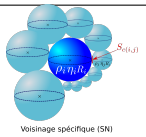
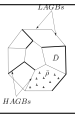
Nom modèles	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	Matériaux	T($°C$)	Comp. pr val.	Références	Type de schémas
Burke & Turnbull	-	-	-	-	[68]	
Abbruzzese *et al.*	-	AlMg	-	Exp	[58]	
Di Schino *et al.*	-	AlMg	-	Exp	[72, 73]	
Hillert	-	-	-	-	[57]	
Montheillet *et al.*	10^{-4}-10^{-2}	304L	1050	Exp	[64]	
Despres *et al.*	-	Alu - Acier Ferritique	700-1100	FF	[61]	
Cram *et al.*	10^{-3}-10^{-1}	Cuivre Pur		Exp	[62]	
Favre *et al.*	2.10^{-3}-10	Cuivre Pur	600-950	Exp	[63]	
Smagghe *et al.*	10^{-2}	304L	1050-1150	Exp	[66]	
Zurob *et al.*	-	Acier Austénitique	950-1150	Exp-P	[59]	
Allain *et al.*	-	Acier Ferritique	600-710	Exp-MF-P	[60]	
Bernard et Beltran	$10^{-2}-10^{-1}$	304L	1000-1100	Exp	[39, 65]	
Maire *et al.*	$10^{-3}-10^{-1}$	304L	1000-1100	Exp-FF	[67]	
Gourdet *et al.*	10^{-2}-10^{-1}	Alu	368-450	Exp	[86]	

Table 2.3 – Tableau récapitulatif des conditions nominales de simulation et des matériaux d'application. Légende : Exp - Données expérimentales, FF - modèles à champ complet, MF - modèles à champ moyen, P - modèles phénoménologiques, Comp. pr val. - Référence de comparaison des prédictions.

Dans la littérature, une diversité dans la représentation de la microstructure est observée au travers du choix de l'échelle temporelle et du choix de l'illustration des interactions

Models name	GG	DDRX	CDRX	SRX	RV	Topologie	Représentation microstructure	Critère de germination	Dimension	Distribution taille de grains	Hyp. de déformation
Burke Turnbull *et al.*	x	-	-	-	-	-	G/Sphé	-	2D-3D	Non	-
Abbruzzese *et al.*	x	-	-	-	-	+	Stat/G	-	2D	Oui	-
Di Schino *et al.*	x	-	-	-	-	+	Stat/G	-	3D	Oui	-
Hillert *et al.*	x	-	-	-	-	-	1HEM/G/sphé	-	2D-3D	Non	-
Montheillet *et al.*	-	x	-	-	x	-	1HEM/G/sphé	R_{cr}=0	3D	Oui	Taylor
Despres *et al.*	x	-	-	x	-	-	1HEM/SG	Val. seuil	2D	Oui	-
Cram *et al.*	x	x	-	-	-	-	1HEM/Sphé/G/SG	B-H	3D	Oui	homogène
Favre *et al.*	-	x	-	-	-	-	1HEM/Sphé/G/SG	R_{cr}=0	3D	Oui	homogène
Smagghe *et al.*	-	x	-	-	x	++	SN/G/sphé	B-H	3D	Oui	Taylor
Zurob *et al.*	-	-	-	x	x	-	G/SG	B-H	2D	Non	-
Allain *et al.*	x	-	-	x	x	-	G/SG	B-H	2D	Oui	Taylor
Bernard Beltran	x	x	-	x	x	+	2HEMs/G/sphé	Exp B-H	3D	Oui	Taylor
Maire *et al.*	x	x	-	x	x	+++	SN/G/sphé	B-H	3D	Oui	Taylor
Gourdet *et al.*	-	-	x	-	x	-	G ou SG	LAGBs seuil	2D/3D	Oui	-

Table 2.4 – Tableau récapitulatif des critères de caractérisations et hypothèses émises pour les modèles cités dans l'état de l'art. Légende : G : Grains, Sphé : Sphérique, Stat : Statistique, HEM : Milieux homogènes moyens, SN : Voisinage particulier, SG : Structure de sous-grains, B-H : critère de Bailey-Hirsch [44].

d'un grain avec ce qui l'entoure. Les termes de recristallisation continue et discontinue basés sur les observations microstructurales aboutissent à l'utilisation de deux types de représentation. La représentation discontinue est décrite par une structure à l'échelle des grains ou des sous-grains traduisant une germination par l'apparition "instantanée" de germes respectant un critère de germination qui peut varier selon les modèles. La représentation continue quant à elle présente une germination par désorientation progressive des sous-grains comme dans le modèle de Gourdet–Montheillet *et al.* [86]. Les modèles emploient également un nombre de variables d'état différent rendant compte des choix d'hypothèses de modélisation pour la représentation d'un même phénomène. Les modèles comme ceux d'Hillert [57] et de Burke & Turnbull [68] en croissance de grains n'utilisent que la taille de grains comme variable d'état. En recristallisation dynamique discontinue, le modèle de Montheillet *et al.* travaille avec la

taille de grains et la densité de dislocations. Ceci permet d'avoir des modèles à coût de calcul faible et facilite leur emploi en limitant les paramètres nécessitant une identification par rapport aux données expérimentales. D'autres modèles font le choix d'utiliser des variables d'état supplémentaires comme l'orientation cristalline dans le modèle de Cram *et al.* ou une mobilité des joints de grains et une énergie stockée pour chaque grain dans le modèle de Desprès *et al.* [61]. La possibilité de dispersion pour ces grandeurs (considérées comme identiques pour toute la microstructure dans les autres modèles) permet de se rapprocher de l'observation expérimentale, mais devient aussi un paramètre d'ajustement.

La représentation de l'environnement microstructural au travers des modèles à champ moyen est aussi très variée dans la littérature, passant de simulations reproduisant uniquement les évolutions moyennes des grandeurs considérées à la création d'un voisinage spécifique se rapprochant des considérations expérimentales et des modèles à champ complet. Certains modèles vont choisir une représentation très simplifiée de la microstructure basée uniquement sur la simulation de la cinétique de grandeurs moyennes. C'est le cas des modèles de Burke & Turnbull ou Zurob *et al.* [59] et Allain *et al.* [60]. Au travers de ce choix, les spécificités de la microstructure initiale sont gommées donnant lieu à des prédictions d'une précision relative. Afin de donner plus de poids à ces effets individuels, des modèles comme ceux d'Hillert, de Montheillet *et al.* ou encore celui de Cram *et al.* se sont tournés vers l'utilisation d'un milieu homogène équivalent. Pour déterminer son évolution, chaque grain d'une microstructure est donc représenté dans un milieu homogène équivalent prenant les valeurs moyennes des variables d'état de la microstructure. Ce système permet d'ajouter un comportement individuel à chaque type de grain. Les modèles de Bernard *et al.* et Beltran *et al.* ont conservé cette idée de milieu homogène équivalent en l'appliquant à deux types de grains, les grains recristallisés et les grains non recristallisés créant ainsi deux milieux homogènes équivalents. L'interaction avec un unique milieu homogène équivalent présentée précédemment est diversifiée en quatre types d'interactions selon le type de grain et de milieu homogène moyen considéré. Cela permet encore une fois de se rapprocher de la représentation expérimentale. Parallèlement à cette représentation, des modèles comme ceux d'Abbruzzese *et al.* [58] et Di Schino *et al.* [72, 73] font le choix d'une représentation statistique. Chaque grain est alors considéré comme voisin d'une classe i et sera représenté à la surface de celle-ci par une fraction dépendante du rayon de ce grain. Contrairement à tous les choix d'environnement décrits précédemment, ici l'évolution de la classe i est le résultat des échanges avec tous les grains de la microstructure, même si expérimentalement un grain possède un nombre de voisins fini, souvent proportionnel à sa taille. De même que tous les grains d'une même classe n'ont pas nécessairement le même voisinage ni la même densité de dislocations, cette représentation tient compte d'une certaine topologie. Enfin, le modèle de Maire *et al.* [67] présente une solution hybride à la fois statistique et déterministe en présentant un voisinage avec un nombre de grains restreint prenant en compte l'historique du grain considéré.

Un des objectifs principaux de cette thèse est de travailler sur l'extension du domaine de validité en vitesses de déformation des modèles à champ moyen. Pour cela, la sélection

d'un modèle initial est nécessaire au travers de tous les modèles analysés. L'étude utilise comme matériau de référence l'acier austénitique 316L possédant une faible énergie de faute d'empilement. Un modèle de recristallisation dynamique discontinue constitue alors le premier critère quant à la sélection du modèle. Les modèles de Montheillet *et al.*, Cram *et al.*, Favre *et al.*, Beltran *et al.*, Bernard *et al.* et Maire *et al.* sont autant de possibilités. Dans le cadre de ce travail, nous nous intéressons à des essais de compression reproduisant des procédés de mise en forme à chaud industriels. Ces procédés sont composés d'une alternance de phases de déformation mécanique et de phases de maintien à chaud ou de recuit à des vitesses de déformation $> 1\ s^{-1}$. D'après le tableau 2.3 on peut noter qu'aucun des modèles de cet état de l'art n'est valide pour ce domaine de vitesses de déformation. Les phénomènes microstructuraux en jeu lors de ces différentes phases à ces vitesses de déformation sont : la recristallisation dynamique et post-dynamique, la croissance de grains et la restauration ainsi que la déformation plastique. Le modèle doit donc être capable de simuler de manière concomitante ou consécutive ces différents phénomènes. Dans cette optique, les modèles de Cram *et al.*, Bernard / Beltran *et al.* et Maire *et al.* permettent de répondre à ces critères selon le tableau 2.4. Parmi les modèles développés au sein du laboratoire (Maire *et al.*, Bernard *et al.* et Beltran *et al.*) le choix du modèle pour poursuivre les développements s'est naturellement porté sur celui offrant la description topologique de la microstructure la plus riche qui est celui de Maire *et al.*.

Chapitre 3

Méthodes expérimentales et cinétiques d'évolution de la microstructure lors de procédés de déformation à chaud sur l'acier 316L

Résumé Ce chapitre regroupe l'ensemble des données expérimentales utilisées au cours de ces travaux en détaillant leur processus d'obtention au travers de quatre étapes principales.
Une première étape vise la mise en place des essais expérimentaux en laboratoire sur des échantillons afin de recréer les différents stades d'un procédé de mise en forme à chaud composés de la chauffe préalable du matériau, de ses possibles alternances de passes de déformation mécaniques et de maintiens en température. En laboratoire, ces stades se traduisent par des traitements thermiques, des essais de compressions ainsi que des maintiens en température post-déformation. Dans le but de répondre à la problématique principale de ces travaux, des essais à des vitesses de déformation entre 0,01 s^{-1} et 500 s^{-1} ont été réalisés à l'aide d'une machine de compression hydraulique et d'un marteau-pilon instrumenté. Le fonctionnement et les protocoles de ces machines sont détaillés au cours de ce chapitre.
La deuxième étape consiste à préparer les échantillons afin de permettre une observation au microscope électronique à balayage. Celui-ci est équipé d'un détecteur EBSD permettant dans un troisième temps d'acquérir des données précises sur la microstructure, telles que la taille des grains de la zone analysée et la fraction recristallisée. Cependant, ces données brutes nécessitent un post-traitement préalable avant leur utilisation. Selon les stades du procédé, différentes méthodes de post-traitement sont employées et détaillées au cours de ce chapitre.
Enfin, une première analyse de ces données est réalisée, traduisant l'effet des paramètres thermomécaniques et du temps post-déformation sur les grandeurs représentatives d'une distribution de tailles de grains, telles que la taille de grains moyenne arithmétique et l'écart-type, ainsi que sur la fraction de grains recristallisés. La température est le paramètre ayant la plus grande incidence sur ces grandeurs, entraînant une augmentation significative de leur cinétique respective. La vitesse de déformation a également un effet, bien que plus limité, en réduisant la taille moyenne des grains et en stimulant la cinétique de recristallisation. Le temps post-déformation influence ces grandeurs de manière similaire à la température, mais avec une évolution plus lente.

Abstract This chapter compiles all the experimental data used in this work, detailing their acquisition process through four main steps.
The first step aims to set up laboratory experimental tests on samples to recreate the different stages of a hot forming process. These stages involve the preheating of the material, alternating mechanical deformation passes, and thermal treatments. In the laboratory, these stages involve thermal treatments, compression tests, and post-deformation temperature holding. To address the main issue of this work, tests are conducted at strain rates ranging from 0.01 s^{-1} to 500 s^{-1} using an hydraulic press and an instrumented drop hammer. The operation and protocols of these machines are detailed in this chapter.
The second step involves preparing the samples for observation under a scanning electron microscope. This microscope is equipped with an EBSD detector, allowing, in a third step, the acquisition of precise data on the microstructure, such as the respective grain sizes in the analyzed area and the recristallized fraction. However, these raw data require preprocessing before they can be used. Different post-processing methods are employed depending on the process stages, and these methods are detailed in this chapter.
Finally, an initial analysis of this data is provided, reflecting the effect of thermomechanical parameters and post-deformation time on representative grain size distribution characteristics, such as the arithmetic average grain size and standard deviation, as well as on the fraction of recrystallized grains. Temperature is the parameter with the greatest impact on these properties, leading to a significant increase in their respective kinetics. Strain rate has a more limited effect, by reducing the average grain size and stimulating recrystallization kinetics. The time after deformation influences these quantities similarly to temperature but with a slower evolution.

3.1 Introduction

La simulation des procédés de mise en forme à chaud, par le biais de modèles à base physique, requiert l'emploi de données expérimentales. Ces données sont générées dans le but de servir à la mise en place et à la vérification du modèle développé au cours de ces travaux. Elles permettront dans un premier temps de déterminer les quatre paramètres du modèle dépendant du matériau : la mobilité des joints de grains M, les paramètres de la loi qui décrit l'évolution de la densité de dislocations (loi de Yoshie–Laasraoui–Jonas [87]) K_1 et K_2 et le paramètre de germination K_L .

Les résultats obtenus par le biais de l'utilisation d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) avec la technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) offrent des résultats riches d'exploitation avec une précision de mesure intragranulaire. Les distributions de tailles de grains collectées grâce à cette technique, seront utilisées comme références lors des confrontations avec les prédictions de ce modèle pour les mêmes conditions thermomécaniques.

Ce chapitre a pour but de décrire l'ensemble des étapes d'acquisition et de post-traitements des données expérimentales sur l'acier 316L. Elles sont obtenues grâce à des essais de laboratoire recréant les différentes étapes d'un procédé de mise en forme à chaud : des traitements thermiques, des essais mécaniques de compression à chaud ainsi que des maintiens en température à la suite d'une déformation. Une partie de ce travail se concentre sur la mise en place d'essais de compression à relativement hautes vitesses de déformation ($> 0{,}1\ \mathrm{s}^{-1}$) dont les procédés et les méthodes seront décrits. L'ensemble des données expérimentales collectées feront également l'objet d'une analyse critique et d'une discussion qui servira de base pour leur utilisation postérieure au titre de références expérimentales.

3.2 Le matériau de référence de l'étude

Tout au long de cette étude, un seul matériau sera utilisé. Le choix du matériau repose sur la volonté d'étendre la validité d'un modèle à champ moyen aux hautes vitesses de déformation. À ces vitesses, la présence d'auto-échauffement difficilement quantifiable et l'apparition de recristallisation post-dynamique rapide réduisent la confiance portée aux données. Ainsi, afin de ne pas ajouter de biais supplémentaire, un matériau présentant des évolutions microstructurales peu complexes (pas de changement de phase, pas de précipitation) faciliterait le développement. Le choix s'est ainsi porté vers l'acier inoxydable austénitique 316L.

La composition chimique

L'acier 316L est un alliage à base de fer connu pour ses propriétés de résistance à la corrosion. Selon la norme ASTM [99], sa composition chimique de référence présente une faible teneur en carbone comme indiqué par la lettre "L" dans sa dénomination. Il est principalement composé de Chrome, ce qui lui confère ses propriétés anti-corrosion, ainsi que de Nickel, qui est un élément γ-gènes favorisant la stabilité de la phase gamma à température ambiante.

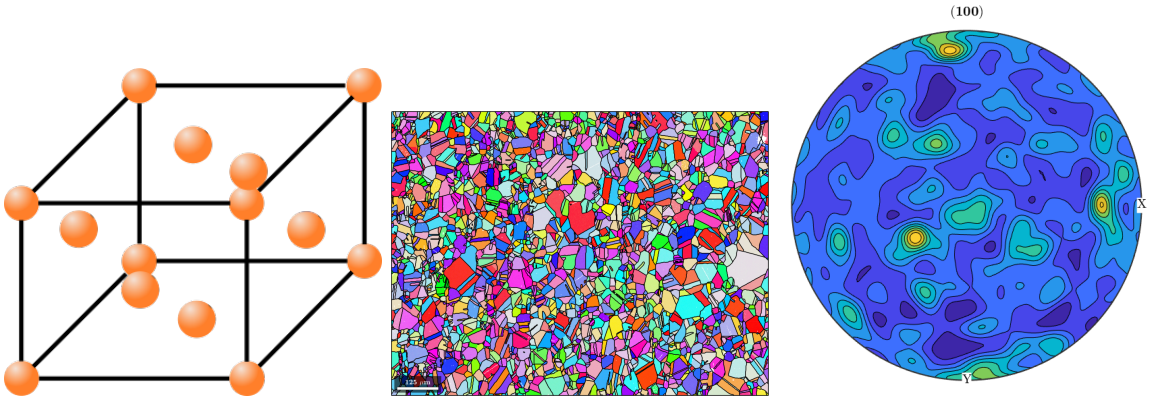
De faibles pourcentages d'autres éléments en solution solide ou d'impuretés sont présents et répertoriés dans le tableau 3.1.
La résistance à la corrosion est assurée par la formation à la surface d'un oxyde de chrome (Cr_2O_3), qui ne compromet pas les propriétés mécaniques de cet acier. La faible teneur en carbone de cet alliage limite également la formation de carbure de chrome, ce qui réduit le risque de déchromisation aux joints de grains. Par conséquent, cet alliage présente une meilleure résistance à la corrosion intergranulaire que le 316, dont la teneur en carbone est de 0,08%.

Éléments chimiques (m%)	C	Cr	Ni	Mn	Mo	P	S	N
ASTM A276/A276M (max.)	≤0,03	16-18	10-14	2	2-3	≤ 0,045	≤ 0,03	≤ 0,1

Table 3.1 – Composition chimique en pourcentage massique de l'acier austénitique 316L selon la norme ASTM [99].

La structure cristalline et la microstructure

Cet acier présente l'avantage de posséder une structure cristalline stable avec les variations de température. En effet, l'acier 316L est composé d'une structure cubique à faces centrées (CFC) (cf. figure 3.1a) qui persiste sur l'ensemble de la plage de température entre 900°C et 1400°C [100]. Cette stabilité favorise la constance des propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique lors des procédés de mise en forme à chaud. La structure cristalline CFC est caractérisée par son paramètre de maille a et un vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{2} < 110 >$. Pour l'acier 316L la taille de maille est de $a = 3,583 \times 10^{-10}$ m [4] et $b = \frac{a}{\sqrt{2}} = 2,5 \times 10^{-10}$ m.



(a) (b) (c)

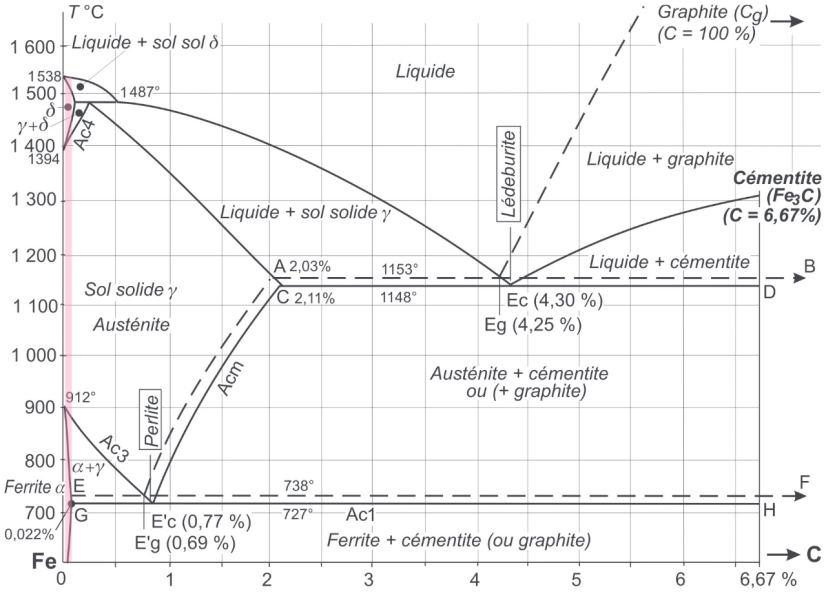
Figure 3.1 – (a) Représentation de la structure cristalline cubique faces centrées, (b) Cartographie EBSD des orientations en IPF Z après 30min à 1050°C, (c) Figure de pôles {100} pour l'acier 316L après 30min à 1050°C de traitement thermique.

L'acier 316L possède une faible énergie de faute d'empilement inférieure à 80 mJ.m^{-2} [101]. Par conséquent, il ne favorise pas la formation de sous-structures. Les microstructures de cet alliage à l'état recristallisé sont relativement équiaxes, comme illustré dans la figure 3.1b avec la cartographie des orientations d'un échantillon 100% recristallisé. La figure de

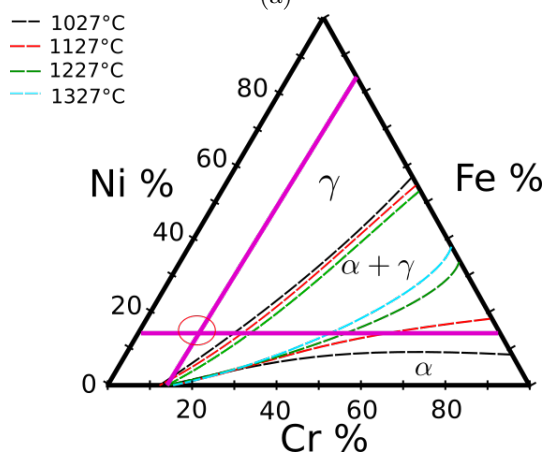
pôles présentée sur la figure 3.1c ne révèle pas de texture cristallographique dans un état non déformé.

Un alliage monophasé

À la différence d'autres aciers pouvant présenter des changements de phases sous l'effet de la température, l'acier austénitique 316L reste quant à lui monophasé. Comme précisé plus tôt, cela s'explique par sa composition chimique et notamment sa teneur en Ni : élément γ-gènes. En observant le diagramme binaire Fer-Carbone (cf. figure 3.2a) et la coupe du diagramme ternaire Fer-Chrome-Nickel (cf. figure 3.2b) à différentes températures pouvant être atteintes lors de la mise en forme à chaud, le matériau reste toujours dans la phase austénitique γ. Il peut donc être considéré comme un alliage monophasé pour cette étude.



(a)



(b)

Figure 3.2 – (a) Diagramme binaire Fer-Carbone. Image tirée de [102], (b) Coupe du diagramme ternaire Fer-Chrome-Nickel aux températures 1027°C, 1127°C, 1227°C et 1327°C, adapté des travaux [103].

Les propriétés mécaniques

L'acier 316L est un alliage possédant de bonnes ductilité et résilience conférées par la stabilité de sa structure cristalline facilitant ainsi sa mise en forme [104, 105]. Les propriétés mécaniques d'un alliage métallique sont dépendantes d'une part de sa composition chimique, mais également de l'historique thermomécanique subi par le matériau. Celui-ci influe directement sur l'évolution de la microstructure qui est intimement liée aux propriétés macroscopiques d'un matériau. Ainsi, il est difficile d'associer une unique valeur pour chaque propriété mécanique à un matériau donné. Pour un acier 316L sous forme de barres dont les dernières étapes de mise en forme ont lieu en déformation à chaud et ayant subi un recuit, le tableau suivant présente des valeurs indicatives des propriétés mécaniques [106] :

Prop. mécaniques	Lim. élastique	Résistance à la traction	Module de Young	Allongement avt rupture	Dureté
ASTM A276/A276M	170 (MPa)	485 (MPa)	180 (GPa)	40(%)	95 (Brinelle)

Table 3.2 – Tableau regroupant les propriétés mécaniques les plus communes pour l'acier 316L [106].

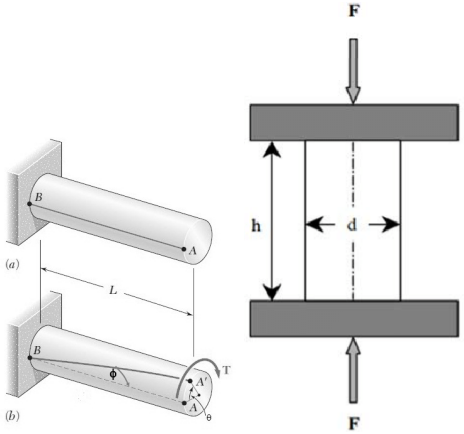
Les secteurs d'utilisation

L'acier 316L a un large spectre d'emploi favorisé par ses différentes propriétés. Il est utilisé pour ses qualités de résistance à la corrosion dans les industries nautique et alimentaire. Ses propriétés mécaniques sont appréciées dans les secteurs médicaux, énergétiques (nucléaire) et automobiles. La conservation de ses propriétés mécaniques à hautes températures (aux alentours de 900°C [107]) permet également son utilisation sous forme d'outillages.

3.3 Méthodes de déformation à hautes vitesses

Dans le but de simuler des procédés de mise en forme à chaud à hautes vitesses de déformation, l'obtention de données expérimentales à ces conditions est d'intérêt afin d'étudier les phénomènes mis en jeu. Pour ce faire, il est nécessaire de déterminer la méthode de déformation la plus adéquate. Cette section s'attache donc à comparer différentes méthodes de déformation permettant d'atteindre les vitesses de déformation supérieures à 0,1 s^{-1}. La déformation à chaud en laboratoire utilise principalement deux types de méthodes permettant de recréer les étapes de mise en forme : la torsion et la compression.
Dans les tests de torsion, les valeurs mesurées sont le couple mécanique Γ et le degré de rotation Φ effectué par une extrémité de l'échantillon comme présenté dans la figure 3.3a. Ces valeurs sont converties en contrainte et en déformation selon la méthode de Fields & Backofen [108]. Cependant, cette méthode requiert l'identification de paramètres rhéologiques nécessitant une campagne d'essais à plusieurs niveaux et vitesses de déformation. Les tests de torsion, avec des gradients de déformation et de vitesse radiaux, permettent d'atteindre plus facilement des niveaux de déformation élevés par rapport aux tests de compression. Pour des vitesses de déformation $> 0{,}1\ s^{-1}$ et des niveaux de déformation faibles, les phases d'accélération et de décélération de la machine deviennent prépondérantes devant la durée totale de l'essai. Ce

qui peut rendre l'analyse des résultats, notamment vis-à-vis des évolutions microstructurales, plus complexe.



(a) (b)

Figure 3.3 – (a) Schéma illustrant un test de torsion [109], (b) schéma illustrant un test de compression [110].

Les tests de compression impliquent l'application d'une force de compression uniaxiale sur un échantillon comme présenté dans la figure 3.3b. Ils demandent un dépouillement sans identification de paramètres supplémentaires contrairement à la torsion. Comme pour les tests de torsion, le problème d'atteinte des conditions d'iso-vitesse de déformation est présent.
Plusieurs types de machines ont la capacité de réaliser des essais de compression : les presses hydrauliques, les machines Gleeble et les marteaux-pilons. Dans le cas des presses hydrauliques, la vitesse de déformation applicable est conditionnée par la vitesse de déplacement du plateau de compression. Généralement, ces dispositifs ne permettent pas de dépasser des vitesses de déformation de l'ordre de 10 s^{-1}. Les marteaux-pilons ont cependant la capacité d'atteindre des vitesses de déformation bien supérieures à celles des machines de compression hydrauliques traditionnelles. Cette capacité découle de plusieurs facteurs, dont l'utilisation du poids du marteau pour maximiser l'énergie cinétique initiale injectée dans le système. Cependant, ces dispositifs ne permettent pas de contrôler exactement la vitesse de déformation imposée à l'échantillon.

Afin de pouvoir réaliser des essais à chaud, un dispositif de chauffe intégré ou à proximité de la zone de compression est nécessaire. Différents systèmes de chauffe existent tels que les fours radiatifs, la chauffe par induction, par effet Joule ou encore par four à lampes.
Le système de chauffe employé pour recréer les conditions thermiques peut également avoir un impact sur l'évolution d'une microstructure. Il a été remarqué qu'avec un système de chauffe par effet Joule, notamment utilisé sur les dispositifs Gleeble, que la cinétique de recristallisation peut être impactée. Le système de chauffage couplé à cette machine est un processus où un courant électrique traverse l'ensemble de l'échantillon. Il a été observé dans la littérature par plusieurs auteurs [111, 112] que ce processus particulier semble avoir un impact sur la cinétique de recristallisation. La microstructure évolue différemment de ce qui est obtenu dans

l'industrie ou avec d'autres processus de chauffe de laboratoire. Ce phénomène a été étudié en comparant l'effet de différents systèmes de chauffage sur la même microstructure (avec une Gleeble et avec un four radiatif classique) [111] pendant le recuit et la déformation. Selon cette étude, la réponse à cet effet correspond à l'interaction entre le flux d'électrons induit par le champ électrique et les défauts cristallins de la microstructure. Le flux d'électrons favoriserait la mobilité des dislocations ou augmenterait leur vitesse de migration en créant donc une pression motrice supplémentaire.

Dans le cadre de ce travail, des essais de compression à chaud (presse hydraulique équipée d'un four à résistances) ont été menés jusqu'à 10 s^{-1}. Une campagne d'essais a également été réalisée grâce à un marteau-pilon afin d'atteindre des vitesses de déformation > 100 s^{-1}. Une méthode de déformation identique à toutes les vitesses a été privilégiée afin de ne pas ajouter de biais. Un mode de chauffe par rayonnement a également été privilégié afin de rester au plus proche des conditions industrielles et de ne pas modifier la cinétique de recristallisation par ce choix.

3.4 Essais thermomécaniques et méthodes d'ajustement

Cette partie s'attache à détailler les différentes méthodes d'essais thermomécaniques qui ont été employées au cours de ce travail en explicitant les conditions dans lesquelles les essais ont été réalisés et leur impact sur les données.

3.4.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont lieu dans un four Carbolite muni de thermocouples placés à proximité de la zone de l'échantillon, afin de mesurer l'évolution de la température du four après son ouverture et pendant le traitement. Une fois l'échantillon enfourné, le temps de traitement thermique démarre lorsque la température remonte jusqu'à la température nominale prédéfinie. Ensuite, une trempe à l'eau est réalisée à la suite du traitement thermique. Des échantillons parallélépipédiques, tels que ceux présentés dans la figure 3.4a, sont utilisés pour ces essais.

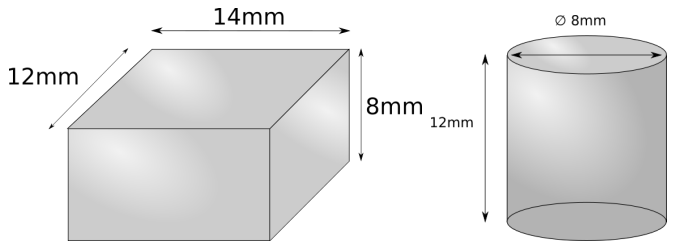
3.4.2 Essais de compression

Dans cette section sont détaillées les deux méthodes de compression employées pour couvrir la large gamme de vitesses de déformation choisie. Afin d'améliorer la compréhension des méthodes évoquées par la suite, des exemples sur les données expérimentales de l'étude ont été ajoutés. Les essais ont été menés pour étudier la plage de conditions dans laquelle la recristallisation dynamique se manifeste. Le plan d'expériences a été défini en s'assurant qu'il permette d'étudier au mieux la cinétique de recristallisation (cf. tableau 3.3). L'ensemble des conditions thermomécaniques seront détaillées plus précisément par la suite.

Pour ces différents essais de compression, la géométrie des pions est la même. Un pion cylindrique de hauteur $12mm$ et de diamètre $8mm$ schématisé dans la figure 3.4b est utilisé.

Température nominale (°C)	Déformations locales nominales ε_l		
1000	0.65	1	1.35
1050	0.65	1	1.35
1100	0.65	1	1.35

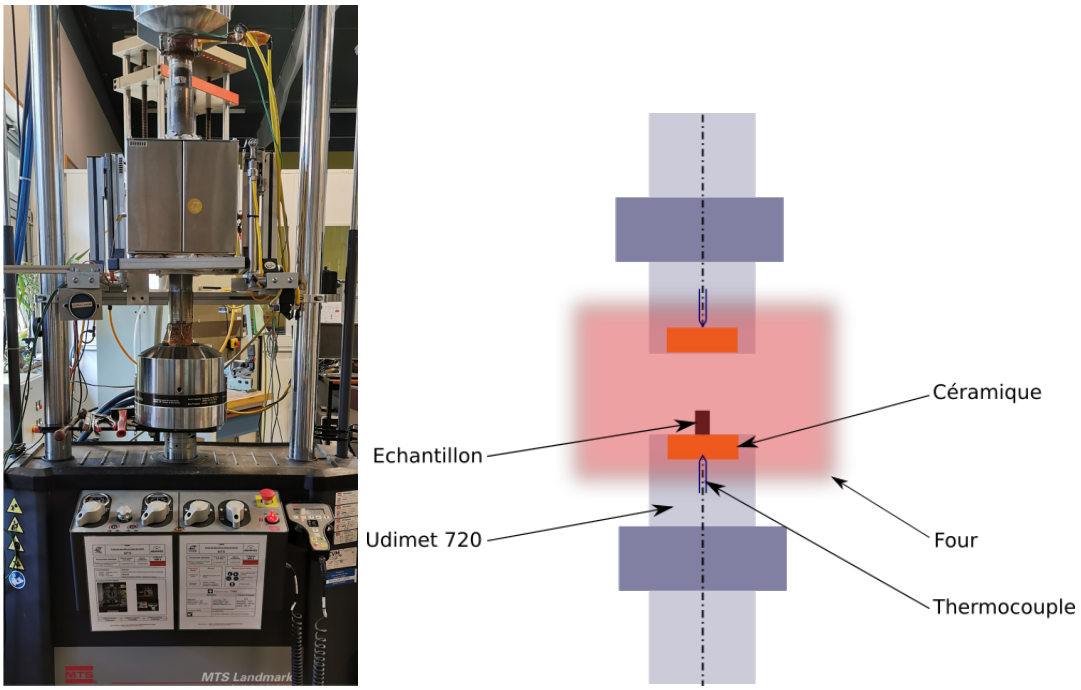
Table 3.3 – Tableau regroupant les conditions thermomécaniques employées pour capturer la recristallisation dans l'acier 316L.



(a) (b)

Figure 3.4 – (a) Schéma représentant la géométrie du parallélépipède utilisé pour les traitements thermiques, (b) Schéma représentant la géométrie cylindrique du pion utilisé pour les essais de compression.

3.4.2.1 Essais de compression hydraulique



(a) (b)

Figure 3.5 – (a) Photo du dispositif de compression hydraulique MTS 370-25 (b) Schéma représentant le dispositif de compression hydraulique MTS 370-25.

La machine de compression hydraulique MTS 370-25 employée pour ces essais a été entièrement équipée afin de permettre la réalisation d'essais à chaud. Les figures 3.5a et 3.5b montrent une photo et un schéma du dispositif. Des outils de compression en superalliage

Udimet 720 sont utilisés pour leurs bonnes propriétés mécaniques à haute température. Un four radiatif LGTEC (représenté par le halo rouge dans le schéma de la figure 3.5b) est monté sur des vérins lui permettant alors un mouvement vertical afin de venir se placer autour des plateaux de compression et permettre un chauffage par rayonnement des outils ainsi que de l'échantillon. Deux thermocouples sont insérés au niveau des plaques céramiques au plus proche du contact avec le matériau permettant la mesure de l'écart de température entre l'outil du haut et celui du bas. Ces thermocouples sont représentés en bleu sur le schéma 3.5b. Ce dispositif peut appliquer une force maximale de 250 kN et atteindre une vitesse de déplacement de l'outil supérieur de 100 $mm.s^{-1}$ correspondant à une vitesse de déformation de 10 s^{-1} sur les pions cylindriques présentés précédemment. La mise en place d'un essai de compression avec ce dispositif requiert plusieurs étapes :

- Il est nécessaire de déterminer au préalable la hauteur du pion de compression après déformation afin de définir la déformation macroscopique à imposer pour obtenir la déformation locale voulue au centre de l'échantillon qui sera la zone d'observation microscopique.
- Une première étape de préchauffe des outils de compression est nécessaire afin de réaliser un essai au plus proche de la température nominale. La mise à température du dispositif prend quelques heures permettant ainsi d'avoir un gradient de température faible (autour de 5°C) entre les deux outils de compression. Ils sont préalablement recouverts de disulfure de molybdène dans le but de diminuer les frottements entre l'échantillon et eux-mêmes.
- Dans une seconde étape, le four est ouvert pour mettre en place l'échantillon préalablement recouvert de disulfure de molybdène pour la même raison que précédemment.
- Le four est ensuite refermé, quelques minutes sont nécessaires pour récupérer la température de consigne entre les deux thermocouples.
- Une étape de maintien en température des échantillons est réalisée afin d'obtenir une microstructure homogène en température et 100% recristallisée avant la déformation. Les détails du choix du temps de maintien seront explicités par la suite.
- Lors de l'étape de déformation, seul le plateau du haut est mis en mouvement, celui du bas reste fixe. Une fois la compression terminée, le plateau de compression remonte verticalement suivi de l'enceinte de chauffe, permettant alors d'accéder à l'échantillon.
- L'échantillon est ensuite trempé à l'eau. Pour cette manipulation, deux personnes sont nécessaires. L'échantillon est immédiatement poussé par l'un des opérateurs à l'ouverture du four dans une bassine d'eau tenue par le second opérateur. Ce délai de trempe doit impérativement être minimisé, notamment pour les essais réalisés à de hautes vitesses de déformation. L'essai de compression est pris en vidéo, permettant ainsi de déterminer précisément le temps de trempe compris en moyenne entre 0,7 s et 2 s.

3.4.2.2 Essais de compression par pilon instrumenté à haute vitesse de déformation

Le dispositif de compression hydraulique du laboratoire étant limité à des vitesses de déformation autour de 10 s^{-1}, une campagne d'essais à des vitesses de déformation supérieures

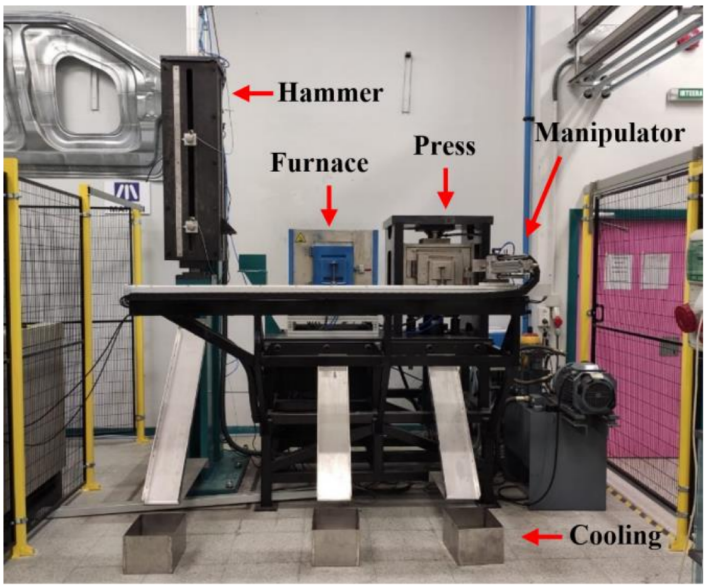
a été réalisée en collaboration avec l'Université de Mondragon au Pays Basque espagnol [113].

Le banc d'essai expérimental est automatisé et composé de plusieurs dispositifs agencés comme sur la figure 3.6a. Un four à résistance pouvant chauffer jusqu'à 1350°C se trouve en position centrale, entouré à droite d'une presse hydraulique de force maximale 300 kN sur laquelle une enceinte chauffante a été adaptée afin de chauffer l'échantillon et les outils de compression. À gauche se trouve un marteau-pilon de 92 kg monté sur des cylindres pneumatiques sous haute pression. Il est également instrumenté d'un capteur de force piézoélectrique, les déplacements sont mesurés par une caméra phototron à haute vitesse. Un système de corrélation d'images (DIC) est aussi associé à ce dispositif. Lors d'un essai de compression à haute vitesse, l'échantillon est alors chauffé dans le four central avant d'être transféré, par un bras automatique, dans le pilon instrumenté où il sera déformé. De manière similaire à la MTS 370-20, un revêtement préalable au nitrure de bore est utilisé sur l'échantillon ainsi que sur les outils. Le pilon possède deux hauteurs de réglage permettant de contrôler la vitesse de déformation entre 10 s^{-1} et > 1000 s^{-1} mais celle locale vue par l'échantillon ne peut pas être exactement maîtrisée. Elle peut être estimée a posteriori par simulation avec le logiciel Forge. Afin d'imposer une déformation macroscopique précise, une hauteur de pion post-déformation est définie par la mise en place de butées mécaniques sur lesquelles le pilon va s'arrêter.

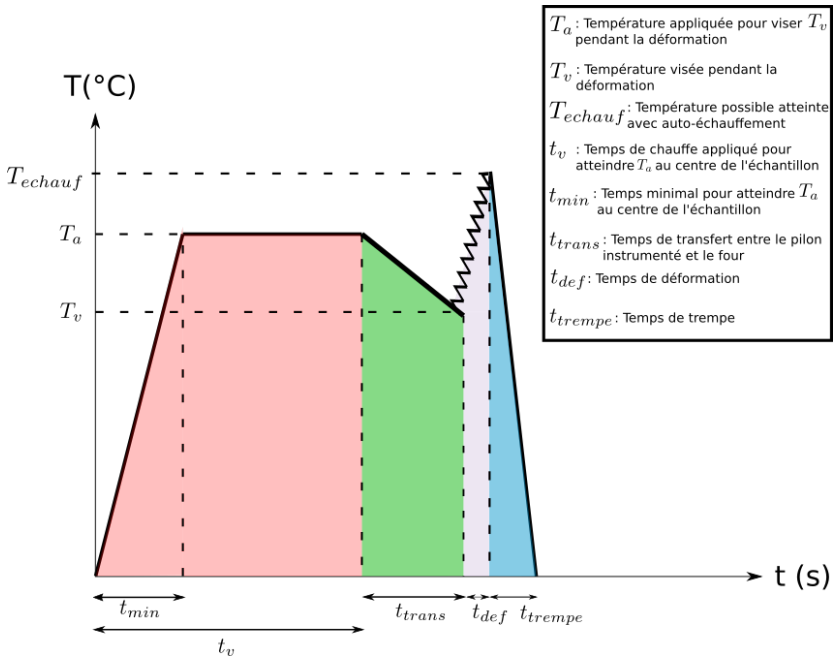
La figure 3.6b décrit plus en détail le chemin thermomécanique suivi par un échantillon lors d'un essai à chaud. La zone de chauffe de l'échantillon est dissociée de la zone de déformation dans ce dispositif. Il y a donc un temps de transfert t_{trans} réglé automatiquement à 5,5 s entre ces deux étapes. De ce fait, l'échantillon perd en température lors de ce transfert. Afin d'éviter ce problème, l'échantillon est chauffé à une température supérieure T_a afin de prendre en compte ce temps de transfert et permettre une déformation à la température nominale T_v puis d'être trempé à l'eau par un bras automatisé dans un délai défini par le temps de trempe t_{trempe} égale à 3 s. t_{min} correspond au temps minimal de chauffe nécessaire pour atteindre la température T_a au centre de l'échantillon déterminé par simulation Forge [114]. Un temps plus long t_v est appliqué afin d'assurer une température homogène dans tout l'échantillon prenant en compte l'ouverture du four. La déformation appliquée ayant lieu à une vitesse très importante, un auto-échauffement non quantifié a lieu faisant monter la température de l'échantillon à T_{echauf}.

Avant de pouvoir procéder à un essai, plusieurs étapes d'identification et de simulations spécifiques au dispositif sont nécessaires :

- L'identification du temps t_{min} de chauffe nécessaire pour atteindre T_a au centre de l'échantillon.
- L'identification des températures de chauffe T_a prenant en compte le temps de transfert.
- L'identification de la vitesse du pilon v, afin qu'elle soit constante entre chaque essai.
- L'identification de la hauteur finale du pion pour atteindre la déformation nominale voulue au centre de l'échantillon par simulation Forge. Cette étape est commune à la



(a)



(b)

Figure 3.6 – (a) Photo du banc de compression à haute vitesse de déformation de l'Université de Mondragon. (b) Schéma du chemin thermomécanique d'un échantillon au cours d'un essai de compression à haute vitesse sur le dispositif de l'Université de Mondragon.

compression hydraulique et sera détaillée ultérieurement.

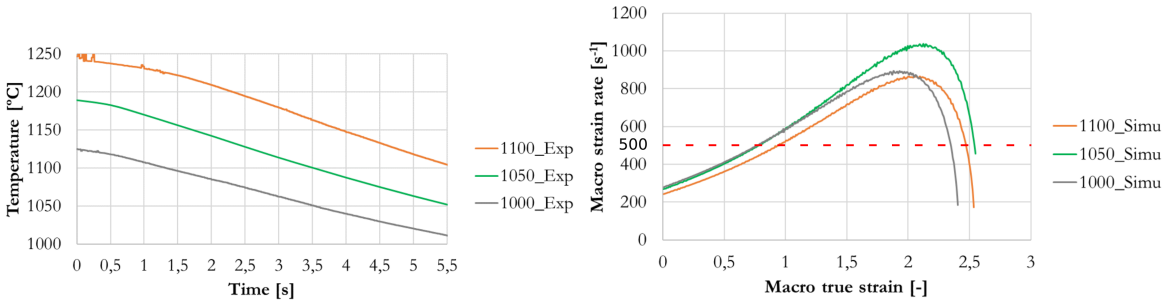
Identification du temps t_{min}

Afin d'identifier le temps de mise en température minimal nécessaire pour atteindre la température T_a au centre de l'échantillon, une simulation de traitement thermique d'un pion

de compression est réalisée avec le logiciel FORGE. Les températures T_a sont obtenues après un temps de chauffe global entre 2 min et 2 min 30s pour chacune des trois températures de l'étude. Cependant, une durée t_v de 5 min a été choisie pour assurer l'homogénéisation de la température dans l'échantillon et tenir compte du temps d'ouverture du four.

Identification des températures T_a

Pour chacune des trois températures nominales de la campagne d'essais à haute vitesse, 1000, 1050 et 1100°C, une nouvelle température T_a doit être déterminée. Pour cela, des simulations thermiques FORGE (2D) sont effectuées permettant d'estimer une première valeur de T_a. Afin d'assurer ces valeurs simulées, des tests de refroidissement expérimentaux sont également effectués. Un échantillon percé en son centre est instrumenté d'un thermocouple pour suivre l'évolution de la température. La figure 3.7a affiche les courbes d'évolution de la température du thermocouple au cours de l'essai expérimental pour valider les valeurs simulées de T_a et le tableau 3.4 regroupe les valeurs obtenues. La figure 3.8, montre la simulation par FORGE du champ de températures juste après le temps de transfert de l'échantillon et avant sa déformation.



(a) (b)

Figure 3.7 – (a) Courbes d'évolution des températures au centre du pion lors du refroidissement pendant le temps de transfert t_{trans} lors d'un test expérimental avec un thermocouple afin de valider la température T_a simulée par FORGE (b) Courbes d'évolution de la vitesse de déformation macroscopique en fonction de la déformation macroscopique pour les trois températures nominales de 1000, 1050 et 1100°C.

Température nominale (°C)	T_a (°C)
1000	1130
1050	1190
1100	1250

Table 3.4 – Tableau décrivant les valeurs de T_a pour les températures nominales voulues au cours de la déformation au centre de l'échantillon.

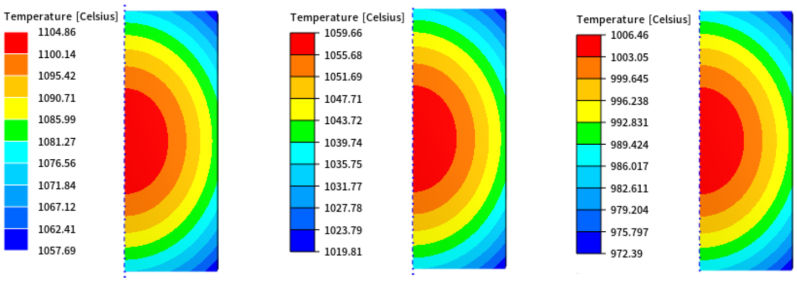


Figure 3.8 – Champs de températures dans le pion de compression simulé par Forge [114] après le transfert de 5,5 s et juste avant la déformation pour les trois températures nominales de l'étude de 1000°C (à droite), 1050°C (au centre) et 1100°C (à gauche).

Détermination de la vitesse du pilon instrumenté

La vitesse de descente du pilon instrumenté est dépendante en premier lieu de la température. De la même manière que pour les autres identifications, le logiciel de simulation FORGE est employé, simulant le refroidissement pré-déformation ainsi que la déformation par le pilon instrumenté. La figure 3.7b trace l'évolution de la vitesse de déformation macroscopique en fonction de la déformation macroscopique. La vitesse de déformation croît pour toutes les températures jusqu'à une déformation macroscopique de 2 puis chute drastiquement. La volonté initiale de conserver une vitesse de déformation constante, n'est pas possible, car la vitesse minimum de descente du pilon instrumenté est trop importante en considérant la géométrie des pions pour stabiliser la vitesse macroscopique. La vitesse de déformation moyenne perçue par l'échantillon est alors de 500 s^{-1}.

3.4.3 Ajustement de la déformation locale au centre des pions avec des simulations FORGE

Afin de déterminer le plus justement possible les grandeurs locales au centre de l'échantillon associées à un essai de compression, une méthode en deux étapes est mise en place.

La première étape, préalable à l'essai de compression, consiste à réaliser une simulation FORGE afin de déterminer la hauteur finale h_f du pion après déformation permettant d'obtenir les valeurs de déformation locales ε_l de 0,65, 1 et 1,35 au centre de l'échantillon et la valeur de déformation macroscopique ε_m associée. Un capteur est virtuellement placé au centre de l'échantillon permettant d'obtenir les courbes d'évolution de la déformation locale en fonction de la hauteur du pion comme tracé figure 3.9. Les hauteurs h_f obtenues sont regroupées dans le tableau 3.5. La figure 3.10 affiche l'exemple du champ de déformation dans le pion pour chacun des trois niveaux de déformation lors d'un essai à 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1}. La loi de friction utilisée pour les modélisations de la figure 3.10 est la loi de Tresca (3.1).

$$||\tau|| = \frac{\bar{m}\sigma_0}{\sqrt{3}} \tag{3.1}$$

où σ_0 est la limite d'élasticité et $\bar{m}$ est le coefficient de Tresca fixé à 0.5 [111, 115].

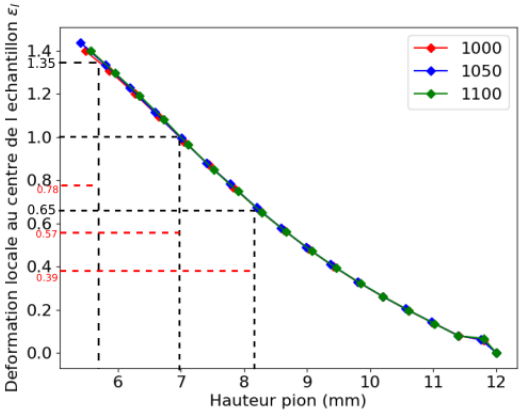


Figure 3.9 – Graphique d'évolution de la déformation locale ε_l au centre de l'échantillon et de la déformation macroscopique ε_m associée (en rouge) en fonction de la hauteur de l'échantillon afin de définir la hauteur finale de l'échantillon h_f pour les niveaux de déformation de ε_l = 0,65, 1 et 1,35.

ε_l	h_f (mm)	$h_{f_{cor}}$ (mm)
0,65	8,2	8,9
1	6,9	7,35
1,35	5,6	6,15

Table 3.5 – Tableau regroupant les valeurs de hauteur finales simulées h_f pour obtenir la déformation locale au centre de l'échantillon ε_l voulue ainsi que les hauteurs réellement obtenues $h_{f_{cor}}$ pour une déformation à 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01\ s^{-1}$.

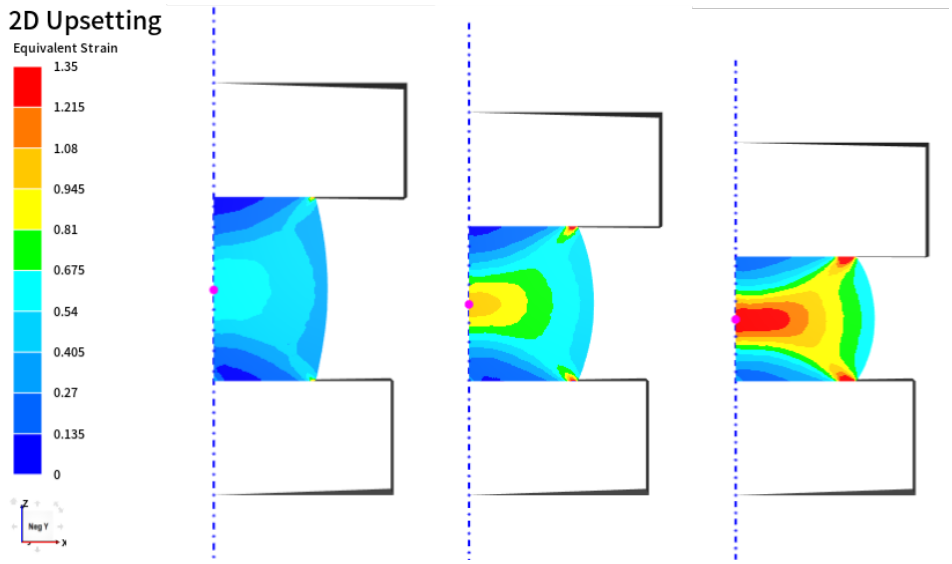


Figure 3.10 – Capture des champs de déformation lors de la simulation de compression par FORGE aux hauteurs h_f définies dans le tableau 3.5 pour les déformations locales de gauche à droite 0,65, 1 et 1,35 à 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01\ s^{-1}$.

La seconde étape a lieu après le processus de déformation. Le pion déformé est alors mesuré

et une nouvelle simulation FORGE est lancée à l'aide de la hauteur finale du pion mesurée après essai $h_{f_{cor}}$ permettant de déterminer la déformation locale réelle $\varepsilon_{l_{cor}}$. La différence en h_f et $h_{f_{cor}}$ s'explique par la rigidité de la machine et des outils de compression qui ne sont pas prises en compte lors de la simulation de l'essai de compression. Cette méthode permet également de limiter le nombre d'essais réalisés tout en conservant des données précises.

3.5 Acquisition des caractéristiques microstructurales

L'acquisition de données expérimentales nécessite une étape préalable de préparation des échantillons pour qu'ils puissent être analysés au Microscope Électronique à Balayage (MEB) par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Ces éléments seront détaillés par la suite.

3.5.1 Protocole de polissage

Les échantillons sont découpés et la section d'observation est présentée schématiquement sur la figure 3.11. Les observations sont réalisées au centre des échantillons notamment pour les pions de compression afin de faire correspondre la zone d'observation avec les valeurs de déformations locales déterminées par simulations FORGE dans la section 3.4.3. Dans le cas des traitements thermiques, une observation au cœur de l'échantillon permet de s'affranchir d'une éventuelle contamination en surface par une couche d'oxydation.

Les premières étapes classiques de polissage pour l'acier inoxydable ont été réalisées en utilisant du papier abrasif au carbure de silicium (SiC) de granulométries successives 320, 600 et 1200 suivis d'un polissage avec une suspension de diamant de $3\mu m$ et d'un polissage électrolytique final pendant 25 secondes à 10V avec une solution d'acide perchlorique à 10 % dans de l'éthanol.

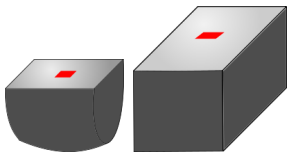


Figure 3.11 – Schéma des coupes pour analyse microscopique des pions de compression et des échantillons de traitements thermiques.

3.5.2 Paramètres Microscope Électronique à Balayage

Un microscope électronique à balayage permet de scanner la surface d'un échantillon avec un faisceau à électrons et de mesurer le signal résultant de l'interaction entre le matériau et les électrons. Différents types de signaux peuvent être utilisés. Les électrons secondaires provenant des couches superficielles du matériau donnent des informations sur la topologie de l'échantillon analysé. Les électrons rétrodiffusés ont une énergie beaucoup plus élevée provenant de couches plus profondes du matériau. Ils sont également plus sensibles au numéro

atomique des constituants de l'échantillon. Ces électrons produisent donc un contraste chimique. Dans le cadre de cette étude, un microscope électronique à balayage muni d'un canon à émission de champs (FEGSEM) Carl Zeiss Supra 40, équipé d'un détecteur EBSD Bruker Quantax et du logiciel Esprit 2.3 sont utilisés. Les paramètres du microscope communs pour toutes les analyses sont une tension de 20 kV et un diaphragme de $120\mu m$.

3.5.3 Principe d'acquisition de données EBSD

La collecte de données EBSD repose sur l'analyse des électrons rétrodiffusés, qui subissent une diffraction selon les plans cristallins avec un angle défini par la loi de Bragg [116]. À partir du diagramme de diffraction, il est possible de connaître l'orientation cristalline et la phase en présence aux différents points analysés. Ainsi, des données EBSD permettent de remonter à différentes grandeurs physiques qui caractérisent une microstructure telles que la taille et la forme de chaque grain, mais également la désorientation locale et la texture cristallographique.

Lors de l'acquisition de données avec ce dispositif, deux paramètres clés sont à prendre en compte : le pas de mesure et la taille de la zone d'analyse. Le choix de ces paramètres dépend de l'objectif de la caractérisation du matériau. Le pas de mesure définit la résolution spatiale, tandis que la taille de la zone d'analyse détermine la région à étudier. Ces paramètres conjugués définissent le nombre total de points collectés, régulant ainsi la précision de l'analyse et la représentativité statistique. Il est important de noter que l'augmentation de la précision, par l'acquisition d'un plus grand nombre de points, implique une augmentation du temps d'analyse.

Pour cette étude, la taille du pas de mesure et la zone scannée ne sont pas conservées constantes. Selon les conditions thermomécaniques employées, la taille des grains est très variable. De ce fait, la taille de la zone analysée est adaptée dans la mesure du possible pour chaque condition.

3.6 Plans d'expériences de l'ensemble des données acquises

Dans cette partie, nous répertorions les conditions thermomécaniques des essais qui ont été utilisés dans ces travaux afin de permettre une bonne compréhension de la suite de ce chapitre. Pour faciliter la lecture, ces données seront décrites chronologiquement selon l'étape du procédé de mise en forme à chaud reproduite et le phénomène microstructural mis en évidence.

Préalablement, un choix des grandeurs les plus adéquates pour représenter ces données est alors nécessaire. Trois manières de décrire la température ont été envisagées :

- La température nominale de consigne imposée au cours d'un essai T_n.
- La température locale du centre de l'échantillon T_l.
- La température finale à la fin d'un essai de déformation T_f.

Lors des essais de déformation, le matériau a été auparavant préchauffé lors d'un maintien suffisamment long ($\sim 30min$) pour considérer l'échantillon homogène en température à la valeur imposée par le four. Les outils étant également préchauffés et le gradient de température maintenu faible entre les deux thermocouples de la machine MTS, on peut alors considérer $T_n \sim T_l$.
La température à la fin d'un essai de déformation T_f est la température maximale perçue par la microstructure. En effet, celle-ci prend en compte l'auto-échauffement ayant lieu pendant la déformation. T_f est très difficilement mesurable expérimentalement. Cependant, celle-ci peut être estimée par simulation avec le logiciel FORGE. T_f ne sera pas retenue pour la représentation des données dans un souci d'uniformisation de représentation avec les données de traitements thermiques. T_n sera alors considérée.

La grandeur sélectionnée pour décrire la vitesse de déformation est également discutée entre :

- La vitesse de déformation nominale macroscopique imposée à l'échantillon $\dot{\varepsilon}_n$.
- La vitesse de déformation locale perçue au centre de l'échantillon estimée par simulation Forge $\dot{\varepsilon}_l$.
- La vitesse de déformation locale moyenne durant un essai estimée par simulation FORGE $\dot{\varepsilon}_{l_{moy}}$.

La vitesse de déformation perçue au centre de l'échantillon atteint une valeur maximale jusqu'à 2.5 fois la valeur nominale imposée. De la même manière, la valeur de vitesse de déformation locale au cours d'un essai est en moyenne deux fois supérieure à la valeur nominale $\dot{\varepsilon}_{l_{moy}} \sim 2\dot{\varepsilon}_n$.
La vitesse de déformation nominale $\dot{\varepsilon}_n$ est sélectionnée pour sa capacité à fournir une description uniforme de la distribution sur l'ensemble de l'échantillon. À travers cette grandeur, le temps réel de déformation du matériau est pris en considération.
Enfin, la déformation est décrite par la déformation locale corrigée au centre de l'échantillon ε_l comme décrit dans la section 3.4.3 ou par la déformation nominale ε_n de manière adéquate selon les discussions.

3.6.1 Plan d'expériences : campagne de traitements thermiques pour observer la croissance de grains

Afin d'observer le phénomène de croissance de grains, une campagne de traitement thermique a été réalisée. Les trois températures nominales T_n choisies correspondent à celles des expériences réalisées en vue d'étudier la recristallisation, permettant ainsi d'établir la cinétique de ces deux phénomènes dans des conditions identiques. Cinq durées de traitements thermiques couvrant une plage temporelle large de 30min à 5h ont été utilisées afin de couvrir l'essentiel des traitements thermiques réalisés industriellement. Le tableau 3.6 rassemble ces différentes conditions de traitements thermiques :

Température nominale T_n (°C)	Temps de traitement thermique				
1000	30 min	1 h	2 h	3 h	5 h
1050	30 min	1 h	2 h	3 h	5 h
1100	30 min	1 h	2 h	3 h	5 h

Table 3.6 – Conditions des traitements thermiques effectués pour établir la cinétique de croissance de grains.

3.6.2 Plan d'expériences : campagne d'essais de compression à chaud pour observer la recristallisation dynamique discontinue

Une campagne d'essais de déformation a été réalisée dans le but d'observer l'évolution du phénomène de recristallisation dynamique. Les conditions thermomécaniques ont été sélectionnées pour permettre une observation complète du phénomène, d'une microstructure très faiblement recristallisée à une microstructure entièrement recristallisée, comme précédemment mentionné.

Les données aux vitesses de déformation inférieures à 1 s^{-1} ont été réalisées antérieurement à ces travaux dans le cadre d'une étude interne. En revanche, celles générées à des vitesses supérieures ont été spécifiquement obtenues pour cette étude, parmi elles, les données à une vitesse moyenne de 500 s^{-1} proviennent de la collaboration avec l'Université de Mondragon.

Pour tous les essais réalisés par compression sur presse hydraulique ($\dot{\varepsilon} \leq 10$ s^{-1}), un traitement thermique préalable de 30 min est réalisé sur chacun des pions à la température de déformation. Celui-ci est choisi afin d'obtenir une microstructure homogène en tailles de grains et libre d'énergie stockée. Cette durée est également choisie pour la campagne à 10 s^{-1} dans le but de maintenir la cohérence avec les essais réalisés préalablement en interne. Pour les données acquises à l'Université de Mondragon, seul le temps de chauffe pour atteindre la température T_a au cœur de l'échantillon de 5min a été vue par l'échantillon. Le tableau 3.7 présente l'ensemble des conditions d'essais en affichant la déformation locale ε_l visée en gras ainsi que les déformations locales réellement perçues $\varepsilon_{l_{cor}}$ après réajustement selon la méthode de la section 3.4.3.

Température nominale (°C)	Vitesse de déformation nominale (s^{-1})														
	0,01			0,1			1			10			500		
Déformation locale nominale $->$	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**
1000	0,56	0,85	1,19	0,61	0,85	1,17	0,54	0,88	1,24	0,66	0,95	1,30	0,65	1	1,35
1050	0,52	0,86	1,22	0,54	0,8	1,19	0,57	0,83	1,19	0,62	0,62	1,32	0,65	1	1,35
1100	0,48	0,86	1,29	0,56	0,82	1,20	0,57	0,94	1,20	0,63	0,79	1,31	0,65	1	1,35
Maitien en température préalable	30 min												5 min		

Table 3.7 – Conditions thermomécaniques des essais de compression à chaud et déformations locales corrigées $\varepsilon_{l_{cor}}$ selon la méthode de la section 3.4.3.

3.6.3 Plan d'expériences : campagne d'essais de compression à chaud suivis de maintiens post-dynamiques pour observer la recristallisation post-dynamique

Afin d'observer la recristallisation post-dynamique, deux méthodes expérimentales sont utilisées.
La première consiste à réaliser un traitement thermique de la durée voulue sur des échantillons ayant déjà subi une compression et une trempe à l'eau. Les conditions thermomécaniques ayant subi cette procédure sont celles aux vitesses de déformation 10 s^{-1} et 500 s^{-1} (cf. tableau 3.8). Dans un second cas, de nouveaux essais ont été réalisés sur le principe décrit dans la section 3.4.2.1 en ajoutant un maintien en température directement après la déformation dans le four de la presse hydraulique avant de subir une trempe eau de la même manière. Les conditions d'essais à 1 s^{-1} sont concernées par cette méthode.

Température nominale (°C)	Vitesse de déformation nominale (s^{-1})				
	1	10			500
Déformation locale nominale − >	**1**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**
1000	-	1 min	1 min	1 min	-
1050	1 min, 2 min, 10 min	1 min	-	-	1 min , 2 min
1100	-	1 min	-	-	-
Maintien en température préalable	15 min	30 min			5 min

Table 3.8 – Conditions thermomécaniques des essais visant à étudier la recristallisation post-dynamique. Les temps de maintiens en température post-déformation sont présentés dans ce tableau.

3.7 Post-traitement des données EBSD

Après l'acquisition, les données brutes provenant de la technique EBSD nécessitent un traitement afin de visuellement représenter les informations contenues par les orientations cristallines de chaque grain. La boîte à outils MTEX, conçue pour être utilisée avec Matlab [117] est employée pour ce travail.
Lors de l'acquisition certains pixels de la zone analysée ne sont pas identifiés, ce sont les pixels non indexés. Ils ne fournissent pas d'information, on considère alors qu'ils comportent la même information que leurs pixels voisins. D'autres pixels quant à eux peuvent être mal indexés, à cause d'une mauvaise qualité des diagrammes de diffraction. Ces pixels se retrouvent alors avec des orientations différentes de leurs voisins sans pour autant représenter un autre grain. Pour corriger ce problème, on considère alors un seuil minimal de pixels de même orientation afin de définir un grain. Les détails de ce seuil seront donnés par la suite.
Pour l'ensemble des post-traitements, il est considéré qu'une différence de désorientation d'au moins 15° est nécessaire pour distinguer deux grains sauf si la désorientation équivaut à un joint de macle (60° autour d'un plan 111). Il est à noter que pour l'ensemble des analyses, les joints de macles sont alors retirés tout en conservant l'orientation des pixels contenus dans les macles. Ils seront représentés en blanc dans les cartographies pour ce chapitre. Les grains au bord de la zone d'analyse sont également conservés. La figure 3.12 représente la cartographie d'orientations de l'état reçu de l'acier 316L selon les conditions de post-traitement énoncées

précédemment.

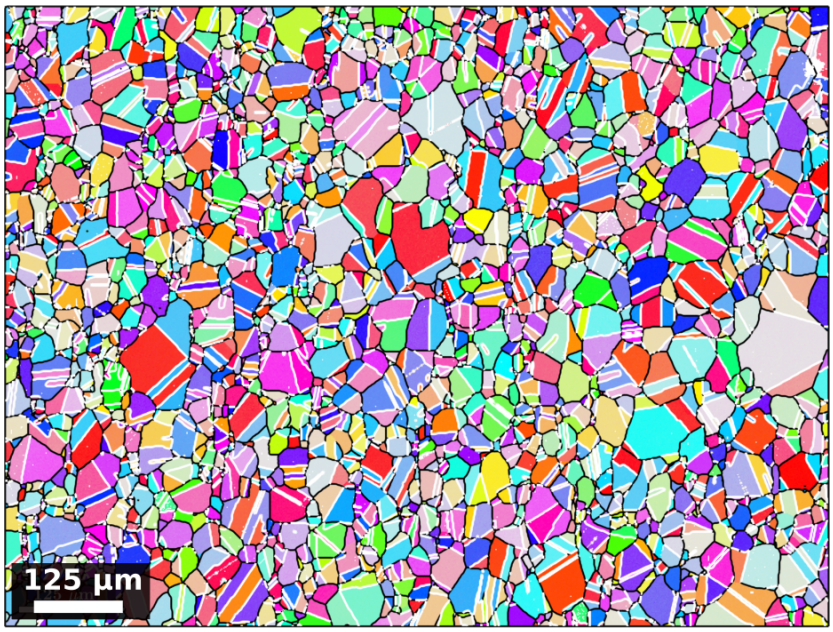


Figure 3.12 – Cartographie d'orientations en IPF Z de l'état initial de la microstructure de l'acier 316L. Les joints de grains sont représentés en noir et les joints de macles en blanc.

3.7.1 Post-traitement des données issues des traitements thermiques

La résolution des images obtenues est dépendante du pas de mesure choisi. Le seuil minimal de pixels constituant un grain a donc un second rôle lié à la résolution de la cartographie considérée et va donc impacter les tailles de grains mesurées. Pour les données issues de traitements thermiques, tout ensemble d'au moins 5 pixels voisins désorientés de moins de 15° est considéré comme un grain. Le tableau 3.9 regroupe les valeurs prises par le pas de mesure, la surface de la zone analysée et le nombre de grains total présent dans ces conditions sur la zone analysée pour tous les traitements thermiques. Le nombre de grains varie entre 130 et 3500 grains selon les échantillons et la zone d'analyse considérée.

	1000°C			1050°C			1100°C		
Temps	pas de mesure (µm)	taille (mm^2)	NDG	pas de mesure	taille	NDG	pas de mesure	taille	NDG
Initial	1,49	1,1x0,85	980	1,49	1,1x0,85	980	1,49	1,1x0,85	980
30 min	2,5	2x1,4	2654	1,13	1,1x0,84	534	3,3	3,7x2,8	3509
1 h	2,5	2x1,4	2078	3	3x2,2	1964	3,3	3,7x2,8	3590
2 h	1,13	1,1x0,84	456	3	3x2,2	1154	3,77	3,7x2,8	2208
3 h	1,13	4,4x3,3	461	3,93	4,4x3,3	1650	3,77	3,7x2,8	2263
5 h	1,13	1,1x0,84	243	1,13	1,1x0,84	133	3,77	3,7x2,8	2304

Table 3.9 – Tableau regroupant les détails de l'acquisition et du post-traitement des données EBSD correspondant aux traitements thermiques du tableau 3.6. NDG : Nombre de grains, Temps : Durée des traitements thermiques appliqués, taille : taille de la zone analysée. Les conditions présentées en rouge ont une représentativité statistique limitée (faible NDG).

3.7.2 Post-traitement des données issues de compression à chaud

Les échantillons issus d'une compression à chaud sont étudiés vis-à-vis du phénomène de recristallisation. Lors du post-traitement des données EBSD, le premier critère qui diffère de ceux utilisés pour les traitements thermiques est le choix de la taille de grain minimale. En effet, lors de la recristallisation, des grains de taille beaucoup plus faible que la taille de grains initiale peuvent apparaître. La question du choix de la taille de grain minimum est discutée dans la littérature [118]. Deux méthodes sont généralement utilisées en choisissant soit un nombre de pixels minimum ou en définissant ce critère de taille de grains comme un ratio de la taille moyenne de la microstructure. Dans le cas de cette campagne, un ratio de $\frac{1}{5}$ de la valeur de la taille de grains moyenne a été choisi. Conserver un ratio raisonnable entre la taille de grain minimale et la taille de grains moyenne permet des mesures de tailles de grains plus cohérentes notamment en présence de bimodalité [118].

Dans une microstructure partiellement recristallisée, les germes et les grains recristallisés présentent une petite taille ainsi qu'une désorientation intragranulaire très faible. En effet, ils possèdent une densité de dislocations faible en comparaison aux grains déformés. Pour les différencier, à l'aide des informations brutes obtenues par EBSD sur les désorientations locales entre chaque pixel, plusieurs propriétés granulaires peuvent être mesurées :

- Le GOS (Grain Orientation Spread) correspond à la moyenne des désorientations de chaque pixel d'un même grain G par rapport à l'orientation moyenne du grain :

$$GOS_G = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}\theta_i^{moy}, \tag{3.2}$$

  avec N le nombre de pixels appartenant au grain G.

- Le KAM (Kernel Average Misorientation) d'un pixel i se calcule comme la moyenne des angles de désorientation θ_{ij} entre le pixel i et n pixels voisins j appartenant au même grain donnant une description locale de la désorientation :

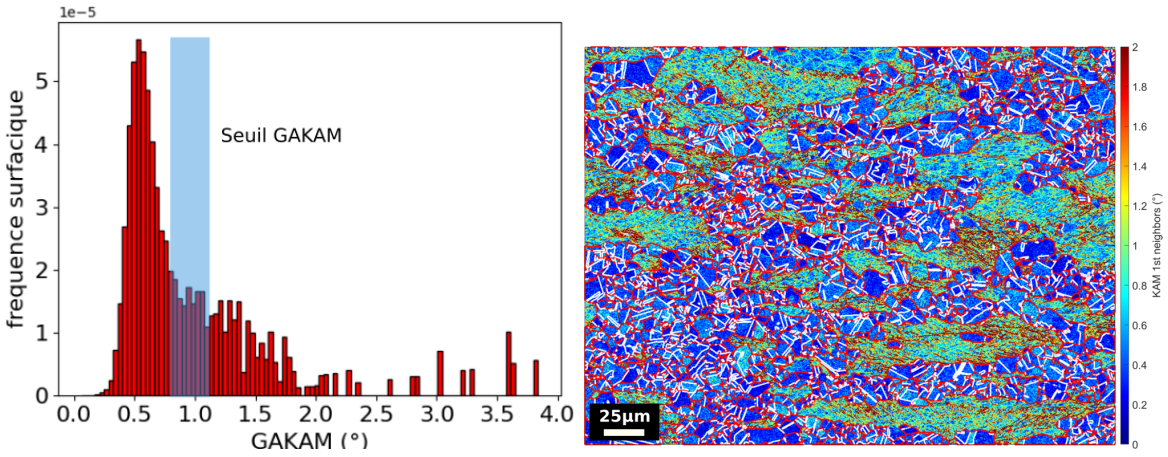
$$KAM_i = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n}\theta_{ij}. \tag{3.3}$$

- Le GAKAM (Grain Averaged KAM) correspond à la moyenne des valeurs de KAM des pixels composant un grain G :

$$GAKAM_G = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N}KAM_i. \tag{3.4}$$

La taille de grains seule ne suffit pas pour dissocier efficacement les grains recristallisés des grains non recristallisés. Le GOS est un critère dont les valeurs vont être relativement dépendantes de la taille de grains et ne permettra pas de différencier les petits grains déformés des grains recristallisés. Le GAKAM permet d'observer clairement ces deux populations comme illustré par la figure 3.13a où l'on observe deux modes dans la distribution de GAKAM. Cependant, il est possible que certains grains soient mal attribués lorsque l'on compare

par superposition les grains recristallisés sélectionnés par le seuil, avec la cartographie du KAM qui est beaucoup plus précise. Ceci permet d'ajuster la valeur du seuil précédemment établie. Des grains peuvent encore se trouver en dehors du critère à ce stade, notamment des gros grains déformés. Afin de pallier ces limitations, le critère GAKAM est couplé avec celui du GOS qui contient une dépendance à la taille du grain. Donnant ainsi un critère global intéressant. Cependant, il se peut que certains grains de manière sporadique se retrouvent mal classés, une inspection visuelle est alors toujours de mise afin de vérifier la sélection et permettre la modification des seuils fixés si nécessaire. La figure 3.13b met en évidence les grains recristallisés identifiés grâce au double critère GAKAM $\leq 1°$ et GOS $\leq 3,5°$ sur un échantillon partiellement recristallisé.

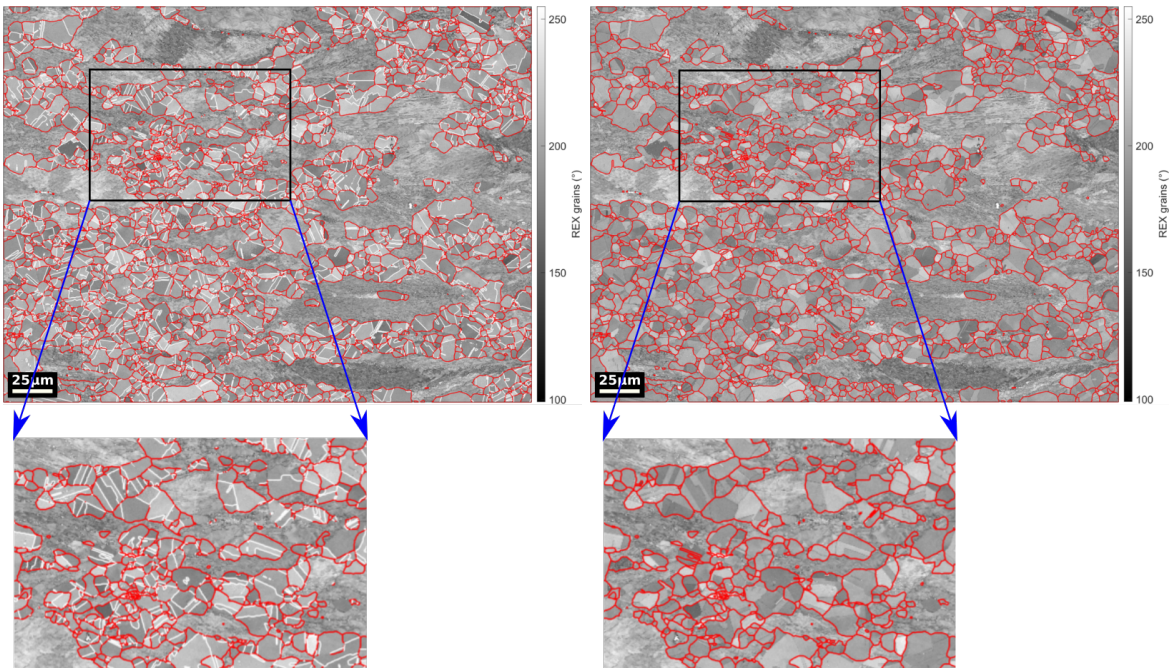


(a) (b)

Figure 3.13 – Échantillon déformé à 1050°C, $\dot{\varepsilon}_n = 10\ s^{-1}$ au niveau de déformation local de 1,35 (a) Distribution des valeurs du GAKAM pour chaque grain appartenant à la microstructure utilisée pour définir un seuil de détection des grains recristallisés, (b) Cartographie du KAM sur laquelle les grains respectant le critère couplé GAKAM $\leq 1°$ + GOS $\leq 3,5°$ sont entourés en rouge.

Dans la figure 3.13b, des macles thermiques sont clairement observées au sein des grains recristallisés sélectionnés. Pour assurer la cohérence avec les choix de post-traitement effectués précédemment, nous avons mis en place une méthode de post-traitement spécifique. Cette méthode consiste à sélectionner les grains recristallisés en utilisant le critère précédemment défini, tout en retirant les joints de macles (l'orientation des pixels des macles est conservée lors de ce processus).
La figure 3.14 présente une comparaison visuelle entre la méthode initiale, qui tient compte des joints de macles, et la méthode actuelle, où ces joints de macles ont été éliminés. On cherche à quantifier l'effet de la prise en compte de ces joints de macles sur la mesure de la taille des grains recristallisés. Cet effet est observable quantitativement au travers de la comparaison des distributions de tailles de grains dans la figure 3.15 .

De la même manière que pour la campagne de traitements thermiques, les trois tableaux 3.10, 3.11 et 3.12 regroupent les caractéristiques de pas de mesure, la surface de la zone analysée ainsi que du nombre de grains présents sur la zone analysée lors du post-traitement



(a) (b)

Figure 3.14 – Cartographies représentant le contraste de bandes et superposition des grains recristallisés selon le critère GAKAM $\leq 1°$ + GOS $\leq 3,5°$ (a) en tenant compte des joints de macles dans les grains recristallisés et (b) sans tenir compte des joints de macles dans les grains recristallisés.

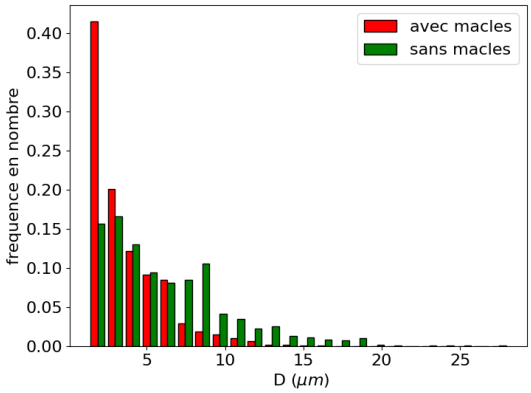


Figure 3.15 – Comparaison de la distribution de tailles de grains recristallisés déterminée selon le critère GAKAM $\leq 1°$ + GOS $\leq 3,5°$ en tenant compte des joints de macles pour mesurer la taille de grains recristallisés et sans tenir compte des joints de macles pour mesurer la taille de grains recristallisés.

pour les niveaux de déformation nominaux respectifs de 0,65, 1 et 1,35.

	1000°C			1050°C			1100°C		
$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	pas de mesure (µm)	taille (mm^2)	NDG	pas de mesure	taille	NDG	pas de mesure	taille	NDG
0,01	0,50	0,45x0,34	853	0,19	0,22x0,17	191	0,50	0,45x0,34	853
0,1	0,22	0,22x0,16	142	0,44	0,45x0,33	750	0,44	0,48x0,36	731
1	0,20	0,22x0,17	294	0,20	0,22x0,17	311	0,40	0,42x0,33	690
10	0,28	0,31x0,24	3566	0,28	0,31x0,24	673	0,28	0,31x0,24	2299
500	0,20	0,40x0,30	2686	0,20	0,40x0,30	1824	0,20	0,40x0,30	2386

Table 3.10 – Tableau regroupant les détails de l'acquisition et du post-traitement des données EBSD correspondant aux essais de compression à chaud du tableau 3.7 à un niveau de déformation nominal de 0,65. NDG : Nombre de grains, taille : taille de la zone analysée. Les conditions présentées en rouge ont une représentativité statistique limitée (faible NDG).

	1000°C			1050°C			1100°C		
$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	pas de mesure (µm)	taille (mm^2)	NDG	pas de mesure	taille	NDG	pas de mesure	taille	NDG
0,01	0,19	0,25x0,17	939	0,20	0,22x0,17	333	0,45	0,45x0,34	786
0,1	0,2	0,25x0,17	1575	0,5	0,45x0,34	1471	0,40	0,22x0,17	1142
1	0,20	0,22x0,17	887	0,40	0,45x0,33	1183	0,40	0,44x0,33	1250
10	0,28	0,31x0,24	1273	0,28	0,31x0,24	2845	0,28	0,31x0,24	1134
500	0,25	0,22x0,17	871	0,50	0,45x0,33	2093	0,5	0,45x0,33	2060

Table 3.11 – Tableau regroupant les détails de l'acquisition et du post-traitement des données EBSD correspondant aux essais de compression à chaud du tableau 3.7 à un niveau de déformation nominal de 1. NDG : Nombre de grains, taille : taille de la zone analysée. Les conditions présentées en rouge ont une représentativité statistique limitée (faible NDG).

	1000°C			1050°C			1100°C		
$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	pas de mesure (µm)	taille (mm^2)	NDG	pas de mesure	taille	NDG	pas de mesure	taille	NDG
0,01	0,09	0,1x0,07	621	0,20	0,22x0,17	812	0,40	0,45x0,33	1282
0,1	0,22	0,22x0,16	1972	0,20	0,22x0,17	1548	0,16	0,18x0,14	313
1	0,5	0,45x0,34	4540	0,40	0,44x0,33	3539	0,5	0,45x0,34	1478
10	0,28	0,31x0,24	2620	0,28	0,31x0,24	5135	0,28	0,31x0,24	3052
500	0,22	0,22x0,16	1738	0,45	0,45x0,33	2957	0,45	0,45x0,33	2913

Table 3.12 – Tableau regroupant les détails de l'acquisition et du post-traitement des données EBSD correspondant aux essais de compression à chaud du tableau 3.7 à un niveau de déformation nominal de 1,35. NDG : Nombre de grains, taille : taille de la zone analysée. Les conditions présentées en rouge ont une représentativité statistique limitée (faible NDG).

3.7.3 Post-traitement des données issues de compression à chaud avec maintien post-dynamique

Les paramètres de post-traitement utilisés sont les mêmes qu'en recristallisation dynamique détaillés dans la section précédente. Le tableau 3.13 rassemble de la même manière les paramètres d'acquisition et de post-traitement.

3.8 Analyse des données expérimentales

Une première analyse générale des données expérimentales en 2D après post-traitements est réalisée pour chaque étape du procédé de mise en forme afin de comprendre et de mesurer l'évolution des grandeurs reliées aux phénomènes microstructuraux en présence sur une gamme de vitesses de déformation étendue.

Conditions thermo-mécaniques	pas de mesure	taille (mm^2)	NDG
$T = 1050$°C $\varepsilon = 1$, $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{-1}, TTH 1 min	0,56	0,56x0,42	822
$T = 1050$°C $\varepsilon = 1$, $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{1}, TTH 2 min	0,56	0,56x0,42	780
$T = 1050$°C $\varepsilon = 1$, $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{1}, TTH 10 min	1,13	1,13x0,84	1145
$T = 1000$°C $\varepsilon = 0,65$, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{1}, TTH 1 min	0,66	0,56x0,42	780
$T = 1000$°C $\varepsilon = 1$, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{1}, TTH 1 min	0,66	0,56x0,42	991
$T = 1000$°C $\varepsilon = 1,35$, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{1}, TTH 1 min	0,66	0,56x0,42	1880
$T = 1050$°C $\varepsilon = 0,65$, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{1}, TTH 1 min	0,35	0,31x0,23	183
$T = 1100$°C $\varepsilon = 0,65$, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{1}, TTH 1 min	0,88	0,74x0,56	597
$T = 1000$°C $\varepsilon = 0,65$, $\dot{\varepsilon} = 500$ s^{1}, TTH 1 min	0,56	0,56x0,42	1103
$T = 1000$°C $\varepsilon = 0,65$, $\dot{\varepsilon} = 500$ s^{1}, TTH 2 min	1,49	0,56x0,42	525

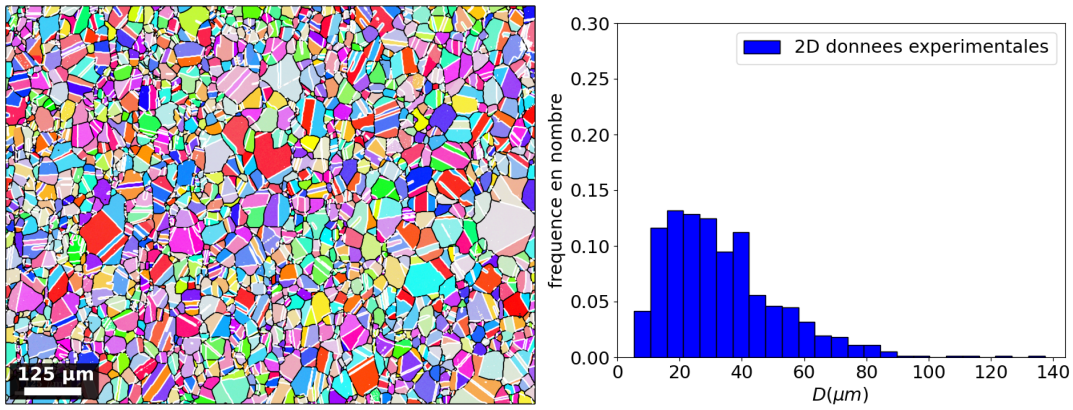
Table 3.13 – Tableau regroupant les détails de l'acquisition et du post-traitement, le pas de mesure EBSD, la taille de la zone analysée de l'échantillon et le nombre de grains représentés dans les images EBSD sont présentés pour les essais en post-dynamique. NDG : Nombre de grains, TTH : Durées des traitements thermiques appliqués, taille : zone analysée de l'échantillon.

Même si une répétabilité stricte des essais n'a pas ici été effectuée (chaque essai interrompu + son analyse microstructurale n'a pas été répétée), la répétabilité des essais de compression a néanmoins pu être vérifiée au moins sur la première partie des courbes contrainte-déformation (jusque $\varepsilon = 0{,}65$). Cette base de données expérimentales est cependant assez complète et balaie de larges intervalles de température et vitesse de déformation. Une partie des données utilisées provient d'une étude préalable à ce projet dont l'intérêt initial diffère du cadre de ces travaux de proposer un modèle. Les paramètres d'essais et d'acquisition EBSD de ces données ne sont alors pas entièrement optimisés pour cette analyse. Comme répertorié dans les tableaux de la section précédente, ces paramètres conditionnent la représentativité statistique des données. Il n'est pas évident de fixer un nombre spécifique de grains à partir duquel il est possible de considérer les données comme étant représentatives. Un critère arbitraire fixé à 500 grains a été choisi pour définir le seuil à partir duquel on peut considérer que la représentativité est plus faible que la moyenne et qu'il faut être vigilant lors de l'emploi de ces données. Les données en dessous du seuil sont affichées en rouge dans les tableaux 3.9, 3.10, 3.11, 3.12 et 3.13.

Dans un premier temps, les cartographies d'orientations et les distributions de tailles de grains associées pour chaque conditions thermomécaniques sont observées. Dans le but de comparer les cinétiques des évolutions microstructurales selon les paramètres thermomécaniques, la taille de grains moyenne (MGS) la fraction recristallisée f_{RX} sont mesurées. L'écart-type (STD) lié à une distribution est représenté comme un intervalle d'incertitudes de la taille de grains moyenne, offrant ainsi une visualisation de la dispersion.

3.8.1 Discussion des données de l'état initial

L'état initial (état à réception) présente une microstructure entièrement recristallisée comme illustrée dans la cartographie associée à cet état en figure 3.16a. Les grains sont relativement équiaxes mais présentent une légère hétérogénéité de tailles. La distribution en fréquence en nombre en 2D associée à cet état est affichée en figure 3.16b.



(a) (b)

Figure 3.16 – (a) Cartographie d'orientations en IPF Z de l'état initial de la microstructure de l'acier 316L, (b) Distribution de tailles de grains en fréquence en nombre de la microstructure initiale (état à réception).

3.8.2 Discussion des données issues des traitements thermiques

Un exemple des cartographies d'orientations obtenues pour ces données est présenté en figure 3.17a. La distribution de tailles de grains en fréquence en nombre associée à cette cartographie est également présentée en figure 3.17b. Les cartographies montrent des microstructures relativement homogènes dans la zone observée et avec des grains équiaxes. La forme des distributions obtenues s'apparente à une distribution log-normale.

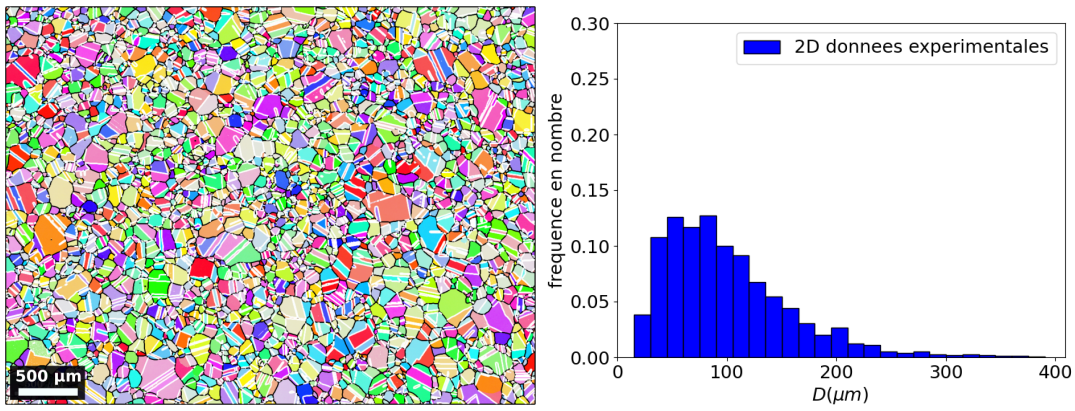
La figure 3.18 présente l'évolution temporelle de la taille de grains moyenne aux températures nominales T_n de 1000, 1050 et 1100°C. Dans cette figure, on observe une augmentation de la taille de grains moyenne plus rapide à 1050°C qu'à 1100°C. Ces observations ne concordent pas avec la description physique du phénomène de croissance des grains définie dans la section 1.2. De plus, un plateau se forme à partir de 2h pour ces deux températures où la taille de grains évolue peu.

Ces cinétiques de croissance de grains lentes peuvent être dus à la pureté de l'acier austénitique utilisé. Les travaux [119] étudient la croissance de grains pour des aciers austénitiques de pureté différente et montrent que la croissance tend a être ralentie par l'augmentation de la concentration en éléments interstitiels et notamment avec une sensibilité élevée à la concentration de carbone. Le nickel joue également un rôle dans le ralentissement de la croissance

de grains aux hautes températures mais de manière moins marquée que le carbone [104, 120]. Nous ne connaissons par la composition exacte de l'acier 316L utilisé pour ces travaux mais ces observations peuvent en partie expliquer les résultats obtenus.

Les cinétiques de croissance de grains similaires à 1050 et 1100°C et le plateau observé pour ces températures ne sont pas idéales pour l'identification de la mobilité des joints de grains. Celle-ci, dans le cas d'un matériau en régime de croissance de grains pure (sans énergie stockée et sans phénomène d'ancrage), devrait présenter une dépendance en température décrite par une loi d'Arrhenius. Ce n'est ici pas le cas mais une analyse plus approfondie des mécanismes mis en jeu serait l'objectif d'une autre étude.

Les barres d'erreur représentant l'écart-type des distributions de tailles de grains pour chacun des points de la figure 3.18 permettent de décrire la dispersion des tailles de grains autour de la valeur moyenne. Ces barres d'erreur présentent la même tendance que celle observée pour la taille de grains moyenne. Les mesures de tailles de grains peuvent également présenter une hétérogénéité dépendante de la zone observée dans l'échantillon.



(a) (b)

Figure 3.17 – (a) La cartographie d'orientations en IPF Z pour un traitement thermique de 3h à 1050°C et (b) la distribution de tailles de grains en fréquence en nombre associée.

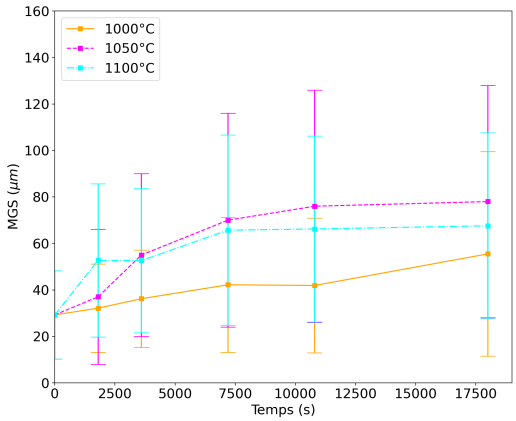


Figure 3.18 – Évolution de la taille de grains moyenne (MGS) et de l'écart type en fonction de la durée de traitement thermique aux températures de 1000, 1050 et 1100°C.

3.8.3 Discussion des données issues des essais de compression à chaud

Les figures 3.19a, 3.19b et 3.19c montrent un exemple de cartographie d'orientations avec les distributions en fréquence en nombre et en fraction surfacique associées. Pour des conditions où la microstructure est partiellement recristallisée, une distribution de tailles de grains bimodale apparaît entre les grains recristallisés et non recristallisés. L'ajout d'une distribution en fraction surfacique permet de faire ressortir plus nettement cette bimodalité de la microstructure.

Les figures 3.20a, 3.20b, et 3.20c regroupent, pour les températures nominales T_n de 1000, 1050, et 1100°C, les évolutions de la taille de grains moyenne et de la fraction recristallisée en fonction du niveau de déformation locale ε_l. Chaque condition est représentée de manière unique par un triplet (couleur, symbole, trait) respectivement lié aux grandeurs de vitesse de déformation nominale $\dot{\varepsilon}_n$, de niveau déformation locale ε_l, et à la température nominale T_n. Ce code sera conservé pour l'ensemble des figures faisant intervenir des données issues de conditions thermomécaniques différentes.

En comparant ces graphiques, la température est un paramètre de premier ordre vis-à-vis de la cinétique de recristallisation et de la taille de grains recristallisés, de manière cohérente avec la littérature de la section 1.5.1.1.4.

Il semble que la vitesse de déformation ait également une influence sur ces deux caractéristiques microstructurales, bien que son impact soit moins prononcé que celui de la température. La vitesse de déformation a surtout un impact sur la cinétique de recristallisation, cette dernière augmentant avec la vitesse de déformation, tandis que la taille de grains moyenne présente une tendance opposée. La vitesse de déformation a un effet multiple sur la taille de grains, à la fois par le temps de déformation, mais également au travers du nombre de germes par unité de temps. À basse vitesse, une croissance de grains est possible pendant le temps

de déformation, mais avec un nombre de germes par unité de temps faible. La tendance s'inverse avec l'augmentation de la vitesse de déformation, à laquelle s'ajoute une recristallisation métadynamique très rapide. La vitesse de déformation de 500 s^{-1} affiche une cinétique de recristallisation beaucoup plus rapide que toutes les autres. Ceci est à corréler avec le temps de trempe pour chaque condition définie dans le tableau 3.14. À cette vitesse, l'essai ayant été réalisé sur un dispositif expérimental différent, le temps de trempe est en moyenne 3 fois plus élevé que pour les autres conditions, favorisant l'effet de la recristallisation post-dynamique qui apparaît pendant ce délai, comme décrit dans la section 1.5.1.1.4.

Le niveau de déformation influence de manière importante la cinétique de recristallisation avec une tendance claire en accord avec la littérature [32]. Cependant, son effet sur la taille de grains moyenne semble être limité et diffus. La littérature montre plutôt des tendances décroissantes de la taille de grains recristallisés avec le niveau de déformation [121].

L'écart-type pour chaque taille de grains moyenne permet d'observer les dispersions des différentes distributions de tailles de grains. Il se resserre autour de la valeur moyenne avec l'augmentation du niveau de déformation quand les microstructures présentent une fraction recristallisée importante et donc une microstructure principalement composée de grains recristallisés. De la même manière que pour la taille de grains moyenne, l'écart-type présente les mêmes tendances d'évolution avec la vitesse de déformation. En effet, une germination plus importante conduit à une microstructure moins dispersée.

La microstructure obtenue pour la condition $T_n = 1000°C$, $\dot{\varepsilon}_n = 500$ s^{-1} et $\varepsilon = 1$ (affichée en rouge dans le tableau 3.14) est à considérer avec prudence, car cet échantillon a également été employé pour réaliser les tests de refroidissement sur le banc d'essai très haute vitesse (cf. section 3.4.2.2). Cette microstructure a donc vu une histoire thermique complexe avec une taille de grains initiale n'étant pas la taille de grains brute de mise en forme du produit reçu.

Température nominale (°C)	Vitesse de déformation nominale (s^{-1})														
	0,01			0,1			1			10			500		
Déformation locale nominale − >	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**	**1**	**1,35**
1000	1,40	1,29	1,5	1,38	1,22	0,96	1,02	1,35	1,3	2	1,10	0,90	>10	3	3
1050	1,34	1,4	1,21	1,64	1,03	1,70	1,10	0,90	1,10	0,70	1	0,80	>10	3	3
1100	1,7	1,34	1,62	1,59	2,80	2,84	1,74	1,84	2	0,8	1,1	1,45	>10	3	3

Table 3.14 – Conditions thermomécaniques d'essais de compression à toutes les vitesses de déformation et affichant les temps de trempe pour chaque condition.

3.8.4 Discussion des données issues des essais de compression à chaud avec maintien post-dynamique

Afin de discuter des données issues des essais de compression avec maintien post-dynamique, la fraction recristallisée post-dynamiquement f_{PDRX} a été intégrée. Elle qualifie la fraction surfacique des grains recristallisés apparue entre la fin de la déformation et les observations

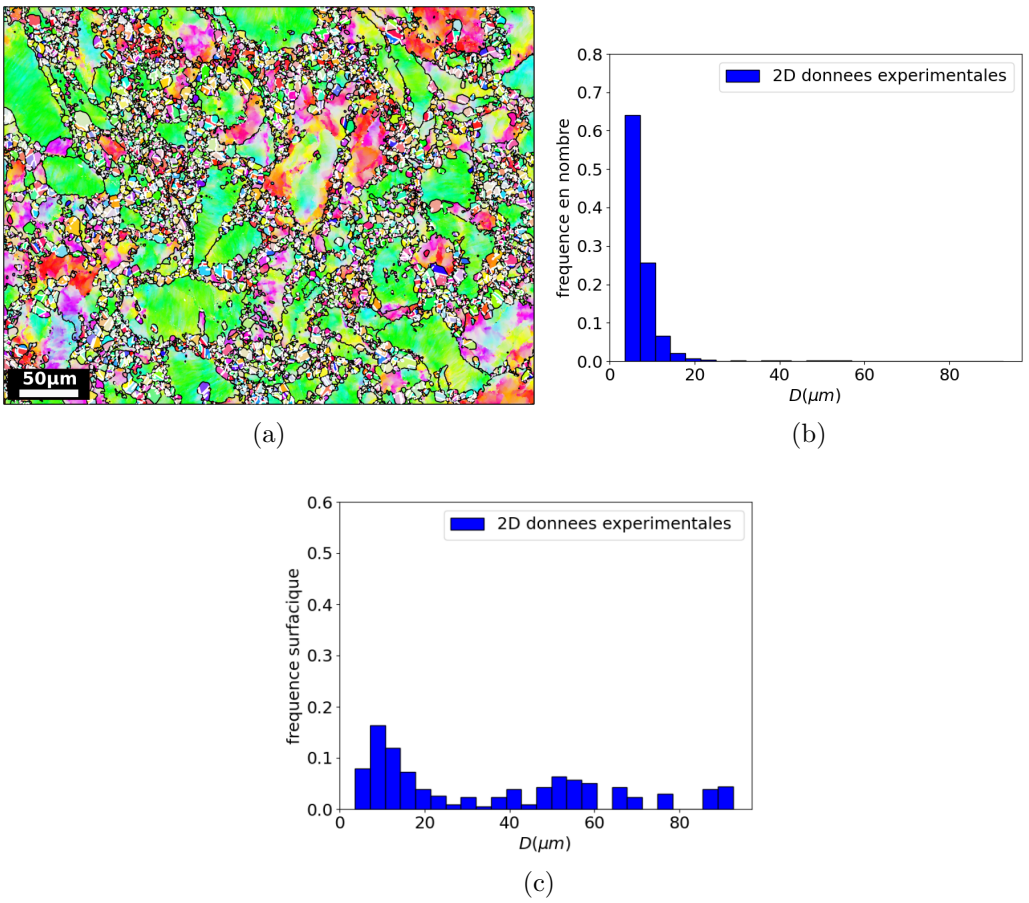
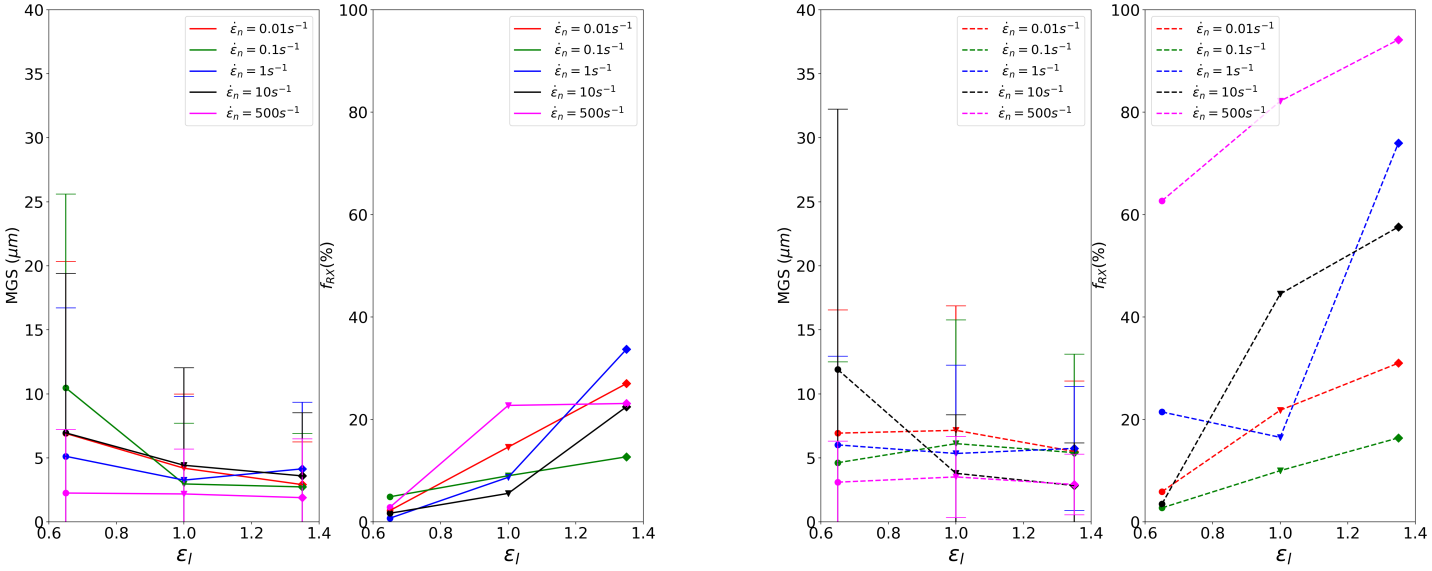


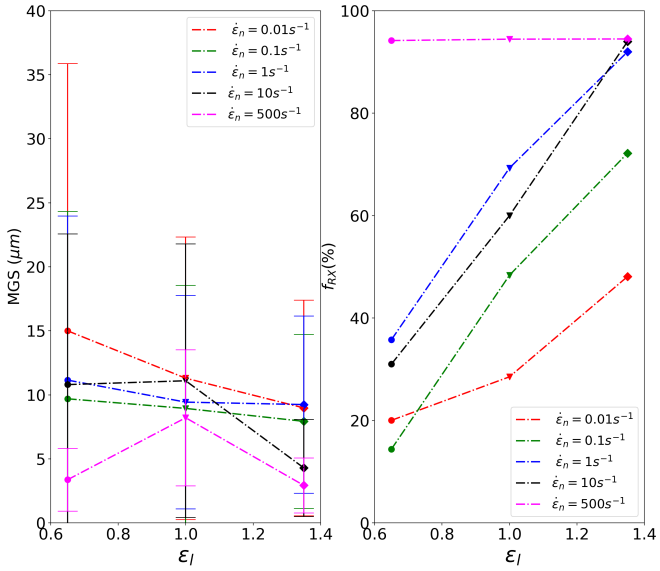
Figure 3.19 – (a) Cartographie des orientations cristallines en IPF Z, (b) distribution en fréquence en nombre et (c) en fraction surfacique associée à cette cartographie à 1000°C, $\dot{\varepsilon} = 1\ \mathrm{s}^{-1}$ et $\varepsilon_l = 1,35$.

à différentes durées de maintien en température après la déformation. Cette fraction recristallisée est calculée comme une soustraction entre la mesure de fraction recristallisée obtenue entre ces deux instants. Les valeurs obtenues pour toutes les conditions sont regroupées dans le tableau 3.15. Cette fraction prend en compte de manière indifférenciée la recristallisation métadynamique et la recristallisation statique. Cependant, dans le cas de notre alliage à faible énergie de faute d'empilement cette dernière n'est pas favorisée. Attention, la valeur de f_{PDRX} ne considère pas la proportion apparaissant pendant le délai de trempe suite aux essais de déformation. Les données de f_{PDRX} sont acquises seulement pour des hautes vitesses de déformation ($> 0{,}1\ \mathrm{s}^{-1}$) et pour des conditions différentes. Pour les cas de figure analysés, la fraction recristallisée totale est proche de 100%, la cinétique post-dynamique vient alors compléter la recristallisation déjà bien avancée lors de la recristallisation dynamique. Il est alors difficile dans ce cas de déterminer l'influence des différents paramètres sur f_{PDRX}.

La figure 3.21a illustre bien les effets lors d'un maintien en température de 1 min de la température et du niveau de déformation sur la taille de grains moyenne et la fraction totale recristallisée. La majorité des conditions affichent une recristallisation totale à l'issue de ce maintien. Le niveau de déformation n'impacte pas davantage l'évolution de ces paramètres



(a) (b)



(c)

FIGURE 3.20 – (a) Évolution en fonction de ε_l de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction de grains recristallisés pour toutes les vitesses de déformation nominales $\dot{\varepsilon}_n$ entre 0,01 s^{-1} et 500 s^{-1} aux températures nominales T_n de (a) 1000°C, (b) 1050°C et (c) 1100°C. Légende : $\circ$: $\varepsilon_l \sim 0,65$, $\triangle$: $\varepsilon_l \sim 1$, $\diamond$: $\varepsilon_l \sim 1,35$, rouge : $\dot{\varepsilon}_n = 0{,}01$ s^{-1}, bleu : $\dot{\varepsilon}_n = 0{,}1$ s^{-1}, vert : $\dot{\varepsilon}_n = 1$ s^{-1} , noir : $\dot{\varepsilon}_n = 10$ s^{-1}, rose : $\dot{\varepsilon}_n = 500$ s^{-1}, - : $T_n = 1000$°C, - - : $T_n = 1050$°C, $-.$: $T_n = 1100$°C.

lors de cette phase, car les droites entre les différents niveaux de déformation restent quasiment parallèles. En revanche la température impacte fortement l'évolution de la taille de

grains moyenne et donc de la cinétique de recristallisation avec des changements de pente notables.

Les figures 3.21b et 3.21c présentent l'effet du temps de maintien post-dynamique pour deux conditions à 1050°C aux vitesses de déformation de 1 et 500 s^{-1}. Deux étapes dans la cinétique d'évolution de la taille de grains moyenne à 1 s^{-1} peuvent être observées. Initialement, la taille de grains moyenne augmente rapidement avec le temps de maintien, jusqu'à ce que la recristallisation totale soit atteinte. Ensuite, cette augmentation se produit de manière plus progressive, marquant ainsi les phases de croissance de grains influencées par l'énergie stockée puis uniquement par capillarité.
L'écart-type de ces distributions montre une évolution avec le temps de maintien. Les distributions de tailles de grains ont tendance à s'étaler lors de la croissance de grains.

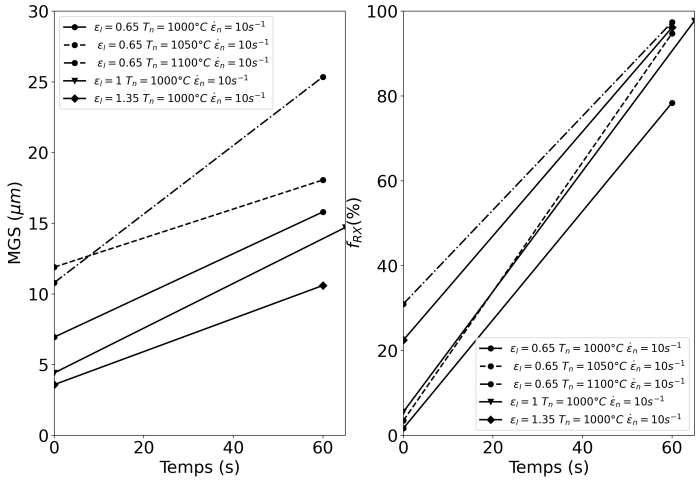
Température nominale (°C)	Vitesse de déformation nominale (s^{-1})				
	1	10			500
Déformation locale nominale − >	**1**	**0,65**	**1**	**1,35**	**0,65**
1000	-	76,7	92,1	73,6	-
1050	1 min : 79,4, 2 min : 80,1, 3 min : 80	94,7	-	-	1 min :33,9, 2 min : 33,4
1100	-	66,4	-	-	-

Table 3.15 – Fractions recristallisées post-dynamiquement f_{PDRX} en (%).

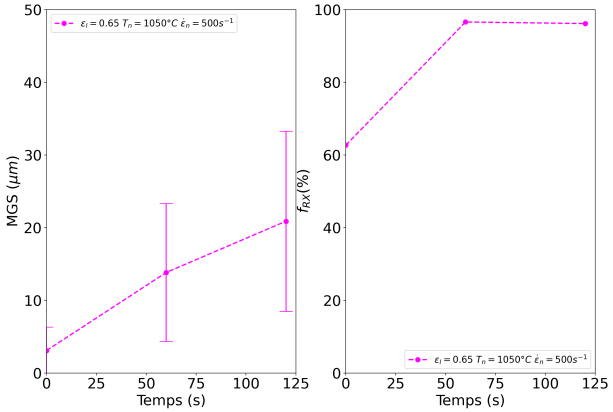
3.9 Conclusion

Ce chapitre détaille dans un premier temps les quatre étapes principales nécessaires à l'obtention de données expérimentales. On considère un procédé de mise en forme à chaud composé de trois phases, en prenant l'exemple d'une passe de laminage on a : un temps de chauffe du matériau, une mise en forme du matériau par une passe de déformation mécanique et un temps d'interpasse à température constante. Tout d'abord, des essais pour recréer les étapes d'un procédé de mise en forme sont mis en place à l'échelle du laboratoire sur des échantillons sous forme de traitements thermiques, d'essais de compression à chaud puis de maintien en température post-déformation. Ces échantillons suivent ensuite un protocole de préparation spécifique à l'acier 316L afin d'être observés au MEB et permettre l'acquisition de données d'orientations (cristallographiques) 2D par la méthode EBSD. Une étape de post-traitement est nécessaire afin d'obtenir les caractéristiques microstructurales d'intérêt.

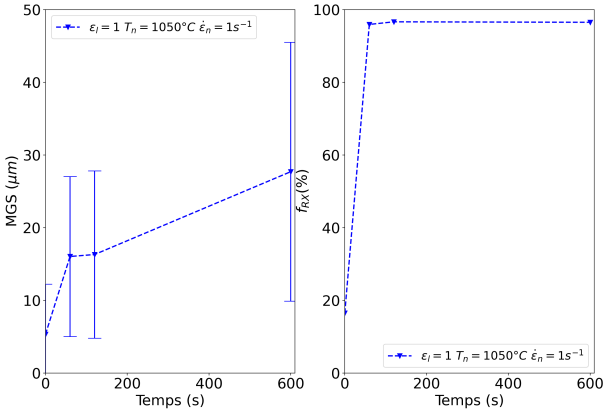
L'ensemble des conditions thermomécaniques appliquées sont rassemblées sous forme de tableaux récapitulatifs au cours du chapitre. Les conditions sont choisies afin de permettre l'observation des phénomènes microstructuraux apparaissant chronologiquement au cours du procédé de mise en forme : la croissance de grains, l'écrouissage, la recristallisation dynamique et la recristallisation post-dynamique. Ces données seront utilisées pour l'identification des paramètres du modèle mais également comme référence lors de comparaisons avec les prédictions du modèle. Pour cela, seule la distribution de tailles de grains de la microstructure et la fraction recristallisée nous importe. Les grandeurs de tailles de grains moyennes et



(a)



(b)



(c)

Figure 3.21 – (a) Evolution de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} à 10 s^{-1} en fonction du temps de maintien post-dynamique pour des conditions de températures entre 1000 et 1100°C et des niveaux de déformation entre 0,65 et 1,35 (b) Evolution de MGS et f_{RX} en fonction du temps de maintien post-dynamique à 1050°C à $\varepsilon_l = 0,65$ et $\dot{\varepsilon}_n = 500$ s^{-1} (c) Evolution de MGS et f_{RX} en fonction du temps de maintien post-dynamique à 1050°C à $\varepsilon_l = 1$ et $\dot{\varepsilon}_n = 1$ s^{-1}.

d'écart-type sont sélectionnées afin de représenter et comparer facilement les distributions de tailles de grains. La fraction recristallisée totale f_{RX} et post-dynamique f_{PDRX} sont également utilisées pour quantifier les différentes cinétiques de recristallisation. L'analyse de ces données expérimentales s'est concentrée sur l'impact des conditions thermomécaniques (température, vitesse et niveau de déformation) sur les caractéristiques microstructurales citées précedemment.

Dans toutes les phases du procédé, la température se révèle être le facteur ayant la plus grande influence sur la taille de grains moyenne et sur la fraction recristallisée, provoquant

une augmentation des valeurs prises par ces grandeurs à mesure que la température augmente. Le niveau de déformation semble uniquement impacter la cinétique de recristallisation dynamique selon une tendance similaire à la température. En revanche, il n'influe pas de manière notoire sur les évolutions post-dynamiques. La vitesse de déformation, quant à elle, a principalement un impact sur les évolutions microstructurales lors des étapes de mise en forme et lors du maintien en température post-dynamique, mais de manière moins significative que la température. La taille de grains moyenne diminue lorsque la vitesse de déformation augmente. En revanche, la fraction recristallisée montre la tendance inverse. La vitesse de déformation affecte les données à la fois par le temps de déformation, mais également par le nombre de germes par unité de temps. Ainsi, à basse vitesse de déformation le temps de déformation est plus long permettant une augmentation de la taille moyenne pendant la déformation, mais avec une germination faible. Lorsque la vitesse de déformation augmente, ces observations s'inversent. Pendant le maintien post-déformation, la fraction recristallisée (totale) et la taille de grains moyenne augmentent. On observe une recristallisation complète dans la plupart des conditions au bout de 1 min de maintien, traduisant une consommation rapide de l'énergie stockée résiduelle issue de l'étape dynamique. Pour des durées plus longues, la taille de grains moyenne continue à augmenter mais avec une cinétique plus lente, plus proche de celle observée en croissance de grains.

Chapitre 4

Calibration et validation du modèle à champ moyen de Maire *et al.* en croissance de grains sur un acier 316L

Résumé Les modèles à champ moyen ont la capacité de prédire l'évolution de la distribution de tailles de grains qui se produit lors de sollicitations thermomécaniques. Ce chapitre se concentre sur une validation du modèle de Maire *et al.* par comparaison avec des modèles développés uniquement pour la croissance de grains et par une comparaison avec les données expérimentales du chapitre 3. Les représentations de la microstructure des modèles d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* sont prises en considération et discutées, en particulier en ce qui concerne la prise en compte de la topologie dans la construction du voisinage. Ces modèles sont également confrontés sur des types de distributions de tailles de grains initiales mono et bimodale pour examiner l'intérêt de l'introduction de la topologie du voisinage dans les modèles de prédiction de la microstructure. Ce chapitre montre des améliorations dans les prédictions obtenues dans les cas mono-modaux pour le modèle d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* mais pour des temps de calcul et une implémentation plus complexe que le modèle d'Hillert offrant quant à lui déjà de bonnes prédictions. Dans les essais bimodaux, aucune comparaison avec des données expérimentales n'a été effectuée, car aucune donnée n'était disponible. Cependant, les comparaisons relatives entre les modèles indiquent de faibles différences dans les prédictions. Pour ces deux types de distributions initiales, l'ordre de construction du voisinage du modèle de Maire *et al.* est discuté, montrant un impact significatif sur les résultats de prédiction de tailles de grains moyennes et de distributions de tailles de grains si la mobilité n'est pas réidentifiée. La topologie du voisinage dans les modèles à champ moyen de croissance de grains n'apporte, dans l'ensemble, que de légères améliorations par rapport aux modèles à champ moyen historiques, notamment lorsqu'on intégre dans la discussion la complexité de leur mise en œuvre.

Abstract Mean-field models have the ability to predict the evolution of grain size distribution that occurs under thermomechanical sollicitations. This chapter focuses on validating the model of Maire et al. by comparisons with mean field models only developped to describe grain growth and by comparison with chapter 3 experimental data. The microstructure representations of Hillert, Abbruzzese *et al.*, and Maire *et al.* models are considered and discussed, particularly concerning the consideration of topology in the neighborhood construction. These models are also compared for different types of initial grain size distributions, both mono-modal and bimodal, to investigate the benefits of introducing neighborhood topology in microstructure prediction models. This chapter demonstrates that improvements in predictions are achieved for mono-modal cases with Abbruzzese *et al.* and Maire *et al.* models, but at the cost of longer computation times and a more complex implementation compared to Hillert model. In bimodal tests, no comparisons with experimental data were conducted as no data were available. However, relative comparisons between the models indicate minimal differences in predictions. For both types of initial distributions, the order of neighborhood construction in the Maire *et al.* model is discussed, showing a significant impact on the prediction results of average grain size and grain size distribution if mobility is not re-identified. The significance of neighborhood topology in mean-field grain growth models provides overall slight improvements compared to other mean-field models when considering the complexity of their implementation.

4.1 Introduction

La représentation de la microstructure et la construction du voisinage employées dans le modèle de Maire *et al.* [4, 67] détaillées dans la section 2.4.2.6 présentent une prise en compte de la topologie et de l'historique de la germination novateurs dans la littérature des modèles de recristallisation dynamique discontinue. Maire *et al.* dans l'article [4] comparent les prédictions de cinétique de recristallisation et de distributions de tailles de grains à celles du modèle à champ moyen de Beltran *et al.* [39] et au modèle champ complet DIGIMU [39, 122], ce dernier étant pris comme référence pour les comparaisons réalisées.

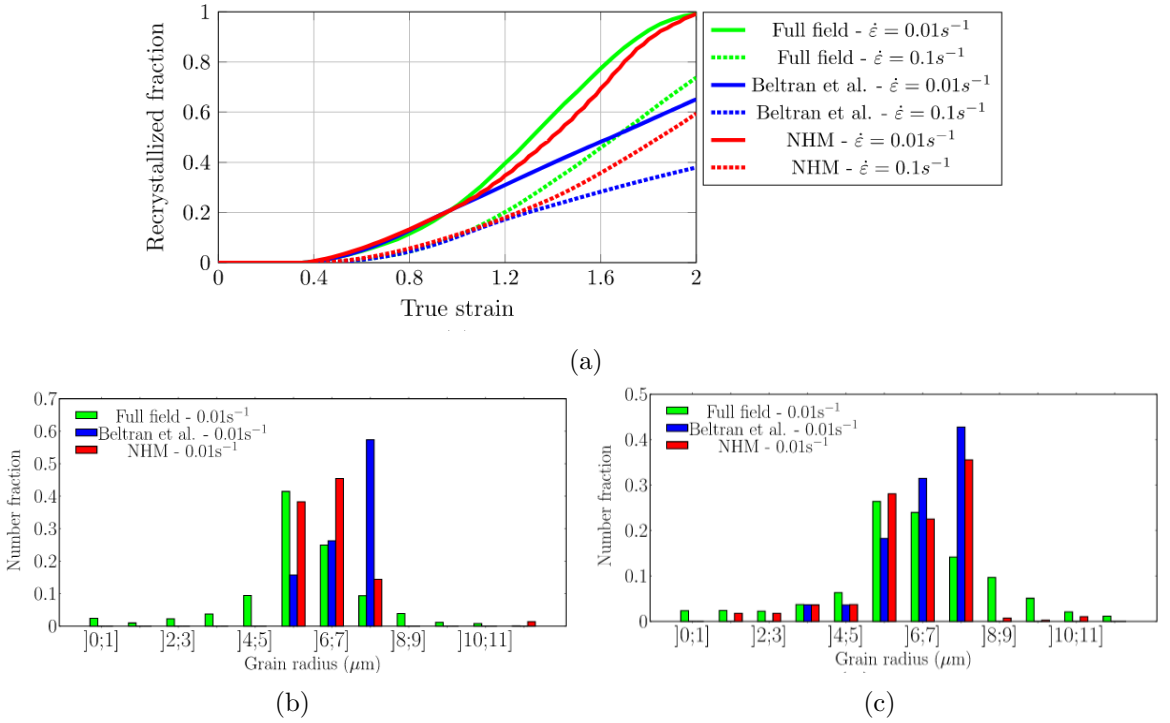


Figure 4.1 – (a) Comparaison de la cinétique de recristallisation pour des vitesses entre 0,1 s^{-1} et 0,01 s^{-1} à 1000°C des modèles de Maire *et al.*, de Beltran *et al.* et de DIGIMU. Comparaison des distributions de tailles de grains de ces trois modèles à $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1} et 1000°C, à des niveaux de déformation de (b) $\varepsilon = 1$ et (c) $\varepsilon = 1,5$ sur un acier 304L. Images tirées de [67].

La figure 4.1a tirée de cet article compare les cinétiques de recristallisation pour ces différents modèles pour des vitesses de déformation de 0,01 s^{-1} et 0,1 s^{-1} à une température de 1000°C. Le modèle de Maire *et al.* présente des valeurs qui se rapprochent davantage de celle du modèle à champ complet. Le modèle de Beltran *et al.*, quant à lui, prédit une cinétique plus lente à partir de $\varepsilon \sim 1,2$ pour les deux vitesses de déformation considérées ici. Les prévisions des distributions de tailles de grains à $\varepsilon = 1$ et $\varepsilon = 1,5$ de ces différents modèles sont illustrées pour la vitesse de déformation de 0,01 s^{-1} dans les figures 4.1b et 4.1c respectivement. Elles montrent une dispersion autour de la moyenne ainsi qu'une prédiction de la queue de distribution plus proche du champ complet avec le modèle de Maire *et al.* qu'avec le modèle de Beltran *et al.*, ce dernier ayant tendance à prédire des distributions plus resserrées autour de

la moyenne que les deux autres. Les travaux de Maire *et al.* se sont concentrés sur le phénomène de recristallisation dynamique en termes de prédiction de cinétique de recristallisation comparé au modèle de Beltran *et al.*.

Afin de s'approprier le modèle développé initialement par Maire *et al.*, ce chapitre s'intéresse aux prédictions de ce modèle en régime de croissance de grains. On s'intéresse en particulier à la représentation semi-topologique de la microstructure proposée par Maire *et al.* et à son impact sur les prédictions de distributions de tailles de grains en croissance de grains qui n'ont pas été analysé et validé lors des études précédentes pour ce phénomène. Pour cette confrontation, des modèles de croissance de grains tels que ceux d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* permettent de discuter l'impact des différentes descriptions de la microstructure sur la prédiction des distributions de tailles de grains. Le modèle de Maire *et al.* ici analysé, est développé en 3D, les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* sont adaptés en 3D pour cette comparaison.

Les données expérimentales en croissance de grains présentées dans le chapitre 3 sont ici utilisées pour deux aspects différents.
Une partie de ces données est employée pour la calibration du modèle. Les données expérimentales restantes étant utilisées à des fins de validation.
Afin de permettre une comparaison méticuleuse de ces modèles, plusieurs étapes s'imposent. Une méthode de comparaison des distributions de tailles de grains est mise en place et sera conservée pour l'ensemble des comparaisons qui suivront dans ces travaux. Les informations expérimentales requises pour les applications évoquées précédemment, ainsi que la distribution initiale utilisée pour les modèles (état initial - à réception ; présenté au chapitre 3), sont extraites à partir de données obtenues en 2D grâce à des analyses EBSD. Un traitement de ces données est effectué en utilisant l'algorithme inverse de Saltykov [95] pour les convertir en une représentation équivalente en 3D permettant ainsi une comparaison avec les modèles 3D. Pour chaque modèle considéré, l'identification des paramètres matériau comme la mobilité des joints de grains ainsi que les paramètres numériques tels que le nombre de classes initiales sont également optimisés.

4.2 Pré-requis à une simulation à champ moyen

Afin de lancer une simulation champ moyen, trois ensembles de données d'entrée sont nécessaires :

- une description du chemin thermo-mécanique (thermique uniquement si l'on simule un simple traitement thermique).
- la microstructure initiale.
- les paramètres matériau et numériques du modèle.

A titre d'exemple pour le modèle de Maire *et al.* et dans le cas d'un traitement thermique

simple, la figure 4.2 présente de manière schématique les données d'entrée et les données de sortie du modèle. Elles sont définies dans des fichiers texte. Les éléments disponibles en sortie de ce modèle sont les évolutions temporelles moyennes ou individuelles par classes de grains des grandeurs internes du modèle telles que le diamètre, la densité de dislocations, la fréquence en nombre. L'évolution du nombre de classes de grains est également accessible.

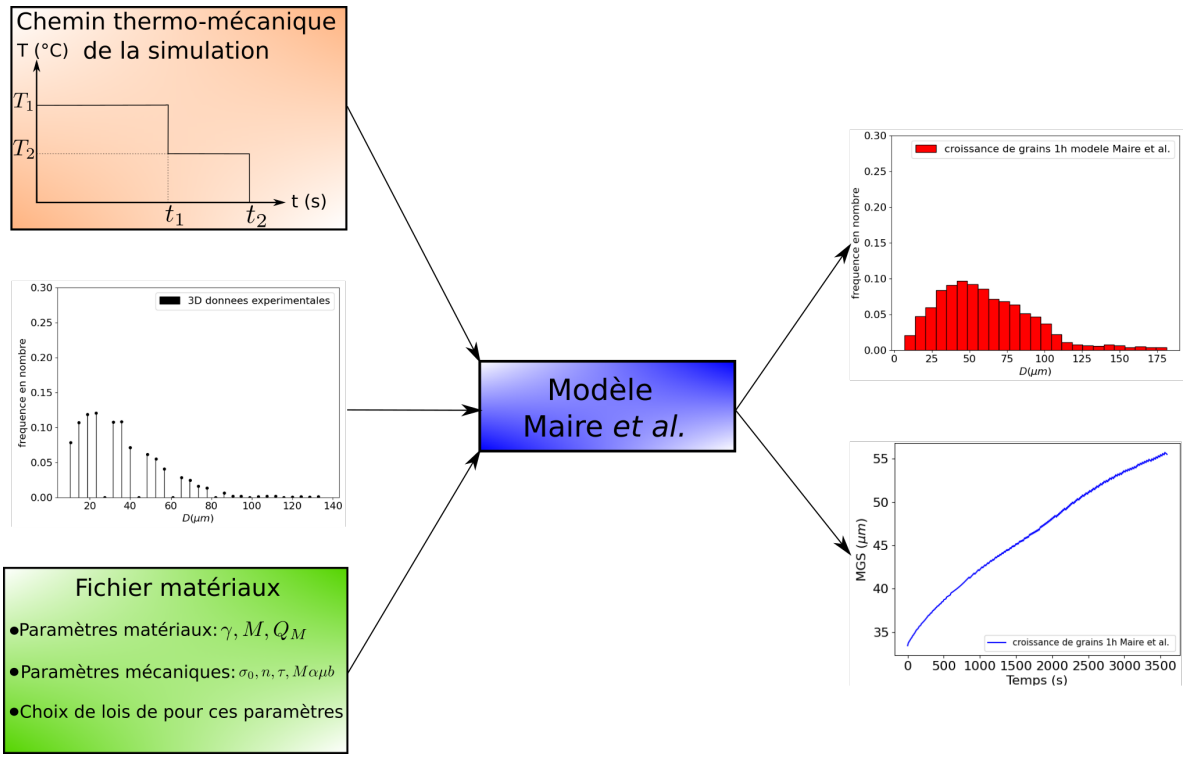


Figure 4.2 – Représentation des champs d'entrée et de sortie dans le modèle de Maire *et al.*

4.3 Méthodes d'analyse

4.3.1 Outils de comparaison de distributions de tailles de grains

Avant toute analyse comparative, il est important de détailler de quelle manière les distributions de tailles de grains sont comparées entre elles. On nommera pour cet exemple les distributions de tailles de grains 1 et 2 représentées en vert et rose respectivement sur la figure 4.3. Ces dernières peuvent être composées d'un nombre de classes différent et avoir des bornes de distributions qui diffèrent comme montré dans la figure 4.3(a). Une manière couramment employée pour comparer strictement ces distributions est de définir un nouveau vecteur de classes de tailles de grains commun aux deux distributions et déterminé par :

- Des bornes communes aux deux distributions de tailles de grains telles que : $max_{tot} = max(max_1, max_2)$ et $min_{tot} = min(min_1, min_2)$.
- Un vecteur de tailles de grains commun à ces deux distributions, utilisé pour la représentation graphique. Les tailles de grains seront réparties à intervalles réguliers entre les nouvelles bornes (min_{tot}, max_{tot}) comme illustré par les figures 4.3(b) et 4.3(c) où un

vecteur commun de neuf classes de grains a été employé pour l'exemple. Dans le cadre de ce travail, le nombre de classes du vecteur commun est fixé arbitrairement à 25.

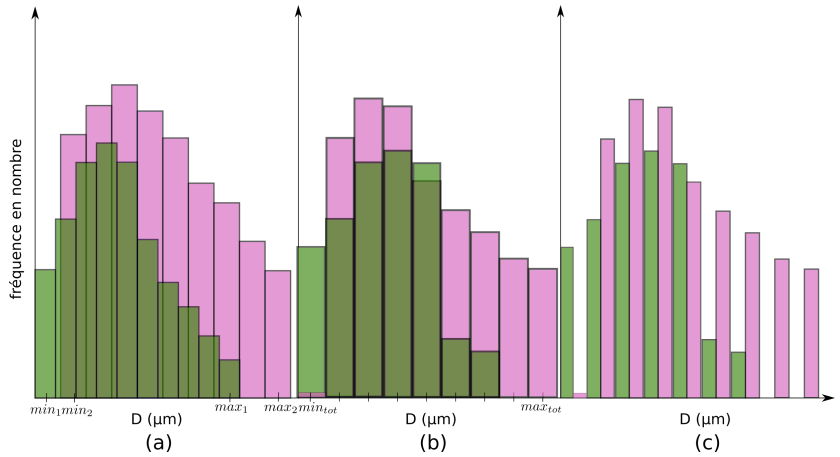


Figure 4.3 – (a) Superposition de deux distributions de tailles de grains issues de différentes simulations, (b) Adaptation des deux distributions de tailles de grains à un vecteur de tailles de grains commun et (c) Comparaison finale de ces deux distributions.

4.3.2 La méthode de Saltykov

La méthode de Saltykov [95] a été développée pour obtenir des données de sections 2D à partir de données de granulométrie 3D de particules sphériques. Dans le cas de notre étude, la méthode inverse de Saltykov est d'intérêt, car elle permet de transformer les données d'un histogramme 2D en une distribution discrète 3D.

Il est aisé de comprendre que la proportion du volume occupé par un grain dans une microstructure est équivalente à la proportion de la surface occupée par une section de ce grain. Il est cependant plus compliqué de déterminer la taille de ce grain. En effet, la coupe 2D effectuée n'est pas systématiquement réalisée au rayon maximum de la sphère 3D existante. Il est alors difficile de remonter aux sphères réellement présentes dans la microstructure 3D. Cette méthode considère une approche probabiliste avec plusieurs hypothèses [123] :

- Il est considéré qu'aucune superposition entre les grains n'a lieu.
- Le rayon maximal R_{max} observable dans la microstructure est le rayon du plus gros grain observé dans la section 2D.

À l'aide de ces hypothèses, on crée alors un histogramme en classes avec les grains présents dans la section 2D. Les classes de grains sont réparties de manière équidistante entre elles avec $\Delta = \frac{D_{max}}{n}$, où D_{min} et D_{max} sont les tailles des plus petits et plus gros grains de la microstructure respectivement et n est le nombre de classes de grains tel que :

$$D_i = i\Delta \text{ avec } i \in [\![1, n]\!] \tag{4.1}$$

D'un point de vue géométrique, on peut définir la probabilité qu'un grain de rayon R soit

observé avec un cercle de rayon compris entre r+dr sur la coupe 2D (cf. figure 4.4a) telle que :

$$p(r)dr = 2R\frac{rdr}{R\sqrt{(R^2 - r^2)}} \tag{4.2}$$

En intégrant cette probabilité sur une classe de grain i, on peut obtenir la probabilité de trouver des sections de la classe i à partir d'un rayon de taille r_k tel que :

$$p_{ik} = \int_{r_{i-1}}^{r_i} p(r)dr = \begin{cases} 2\Delta(\sqrt{k^2 - (i-1)^2} - \sqrt{k^2 - i^2}), \text{ si } i \leq k, \\ 0, \text{si } i > k. \end{cases} \tag{4.3}$$

Dans la méthode Saltykov initiale permettant de passer d'un volume 3D à une section 2D, on peut alors exprimer la relation du nombre de sections à celle du grain telle que :

$$N_A(i) = \Delta \sum_{k=1}^{n} p_{ik} N_v(k) \longrightarrow N_A = \Delta P N_v, \tag{4.4}$$

avec $N_A(i)$ le nombre de grains de la classe i par unité de surface et $N_v\,(k)$ le nombre inconnu de grains de la classe k par unité de volume.

La matrice P étant inversible, on peut ainsi par réciprocité obtenir :

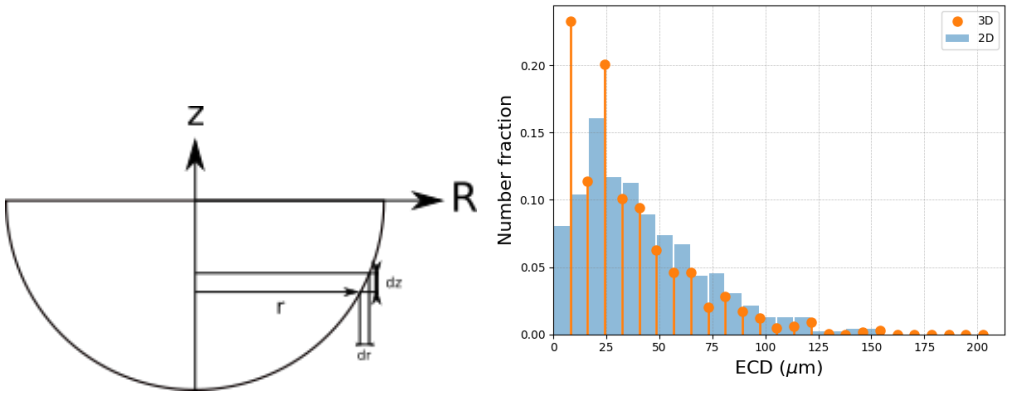
$$N_v = \frac{1}{\Delta} P^{-1} N_A. \tag{4.5}$$

La méthodologie garantit que la moyenne d'un nombre infini de coupes 2D d'un polycristal respectant la distribution discrète 3D obtenue convergera vers la distribution d'histogramme 2D imposée. Bien entendu, la qualité de la méthodologie est également liée à la représentativité statistique de la distribution de tailles de grains 2D utilisée en entrée.
Les hypothèses de cette méthode sont compatibles avec la topologie de la microstructure initiale des échantillons de 316L de ce travail et la méthode Saltykov s'est déjà avérée efficace sur polycristaux cubiques à faces centrées présentant des grains équiaxes [124]. Aucune hypothèse n'est requise sur le type de distribution en entrée, de sorte que des distributions multimodales peuvent également être soumises à une telle méthode [125].

4.4 Identification des paramètres matériaux

Les modèles à champ moyen, malgré leur base physique, emploient un nombre limité de paramètres dépendants du matériau et/ou du modèle qui doivent être identifiés. Dans le cas de la croissance de grains, la mobilité des joints de grains est un paramètre à identifier. Il est difficile de quantifier expérimentalement la mobilité intrinsèque d'un matériau. Une approche courante consiste à modéliser l'évolution de la migration des joints de grains (avec l'équation $v = MP$ par exemple) et de considérer la mobilité M comme un paramètre matériau, dépendant de la forme utilisée pour décrire la pression P. Pour cela, une méthode d'identification a été mise en place dans les travaux [18, 126] et sera employée tout au long de cette étude pour l'identification de la mobilité réduite $M\gamma$.

Ce processus d'identification se déroule en deux étapes :



(a) (b)

Figure 4.4 – (a) Schéma représentant la méthode de Saltykov adaptée des travaux de [123], (b) Méthode inverse de Saltykov illustrée sur la distribution de la taille de grains 2D d'un échantillon traité thermiquement à 1000°C pendant 3 h, l'histogramme bleu correspond à la distribution 2D et la distribution discrète orange correspond aux résultats 3D obtenus après l'application de l'algorithme inverse de Saltykov.

- Une valeur initiale de la mobilité réduite est obtenue grâce à la loi de Burke et Turnbull [68].
- La valeur de mobilité réduite initiale est utilisée pour lancer une première simulation. La mobilité est ensuite affinée en minimisant l'erreur L^2 entre la cinétique de croissance de grains simulée et les points expérimentaux.

Pour cela, les données expérimentales en croissance de grains du chapitre 3 sont utilisées (cf. section 3.6.1).

4.4.1 Une première approximation de la mobilité réduite en utilisant la loi de Burke et Turnbull

Cette première étape d'identification est utilisée pour déterminer une valeur de mobilité réduite initiale $(M\gamma)_{ini}$ à partir de la forme intégrée de la loi de Burke et Turnbull [68] :

$$\bar{R}^2 - \bar{R_0}^2 = 2\alpha(d-1)t(M\gamma)_{ini}, \tag{4.6}$$

avec $\bar{R_0}$ le rayon moyen de la distribution initiale, α une constante géométrique valant 1,5 pour les aciers austénitiques comme démontré dans [127] pour du 304L, d la dimension d'espace égale ici à 3, et t le temps.

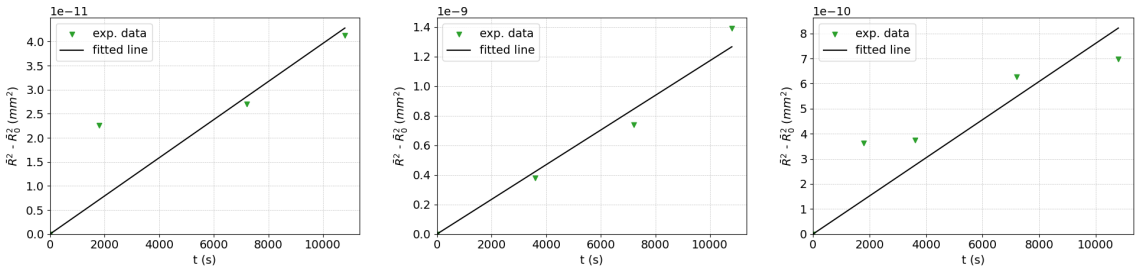
Le produit $M\gamma$ contient également l'énergie de joints de grains. Dans tous les modèles qui sont utilisés, celle-ci prendra une valeur isotrope pour toutes les classes de grains $\gamma = 0,6$ J.m^{-2}. Cette valeur correspond à l'énergie de joints de grains identifiée dans la littérature [128] pour du nickel pur. En effet, le 316L possède une structure cristalline proche. En considérant γ constant, c'est la mobilité identifiée qui contiendra la dépendance au matériau et au modèle considérés.

Le tableau 4.1 rassemble les valeurs de mobilité réduite initiale $(M\gamma)_{ini}$ obtenues aux trois températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C :

Température	1000 °C	1050 °C	1100 °C
$(M\gamma)_{ini}(\mathrm{m}^2/\mathrm{s})$	7,92e-15	2,34e-13	1,52e-13

Table 4.1 – Tableau rassemblant les valeurs de mobilité réduite initiales $(M\gamma)_{ini}$ pour les températures des traitements thermiques des conditions expérimentales à 1000°C, 1050°C, 1100°C.

La figure 4.5 présente la loi de Burke et Turnbull appliquée sur les points expérimentaux aux trois températures considérées. À ce stade, notre objectif est simplement de trouver une valeur initiale de la mobilité. Cela nous permettra de lancer une première simulation en utilisant un des modèles à champ moyen. Notre but n'est pas de modéliser de manière précise la cinétique de croissance des grains à l'aide de la loi de Burke et Turnbull, mais plutôt d'établir un point de départ pour le processus d'identification.



(a) (b) (c)

Figure 4.5 – Représentation du fit linéaire de $\bar{R}^2 - \bar{R}_0^2$ en fonction du temps simulé avec le modèle de Burke et Turnbull [68] afin de déterminer $(\gamma M)_{ini}$ aux températures de (a) 1000°C, (b) 1050°C et (c) 1100°C.

4.4.2 Raffinement de la mobilité réduite par minimisation de l'erreur L^2

Une première simulation à l'aide du modèle considéré est alors lancée avec cette valeur de mobilité réduite $(M\gamma)_{ini}$ qui est ensuite comparée avec les données expérimentales afin d'affiner la valeur approximée. La figure 4.6 présente une schématisation de cette méthode dans un graphique d'évolution du temps en fonction du rayon de grains moyen. Les données expérimentales sont représentées par des croix noires et la courbe orange représente le résultat interpolé de la simulation avec la valeur de mobilité réduite $(M\gamma)_{ini}$ avec le modèle de Maire *et al.*. Le but de cette méthode est de déterminer la nouvelle valeur de mobilité réduite $(M\gamma)_{fit}$ augmentant la fidélité de la simulation par rapport aux données expérimentales. On définit alors le coefficient de translation c_{fit} déterminé par la méthode des moindres carrés afin d'obtenir la valeur identifiée de la mobilité réduite :

$$(M\gamma)_{fit} = c_{fit}(M\gamma)_{ini} \tag{4.7}$$

Le coefficient de translation c_i peut être défini pour chaque point expérimental donnant alors la courbe simulée translatée associée :

$$c_i = \frac{t_{sim(r_{exp_i})}}{t_{exp_i}}, \tag{4.8}$$

avec $t_{sim(r_{exp_i})}$ la valeur de temps obtenue de l'interpolation de la courbe simulée pour la valeur de rayon expérimental r_{exp_i} et t_{exp_i} la valeur de temps associée à r_{exp_i}.

La fonction coût employée par la méthode des moindres carrés est dépendante du paramètre c de la manière suivante :

$$F(c) = \sum_{i=0}^{n} f_i(c_i), \tag{4.9}$$

avec n le nombre de points expérimentaux pris en compte et où $f_i(c_i)$ calcule l'erreur L^2 globale entre les points expérimentaux (r_{exp_k}, t_{exp_k}) et les points simulés (r_{exp_k}, t_{sim_k}) $\forall k \in [\![1, n]\!]$:

$$f_i(c_i) = L_i^2(c_i) = 100 \times \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{n} (\frac{t_{sim_k}}{c_i} - t_{exp_k})^2}{\sum_{k=1}^{n} t_{exp_k}^2}} \ \forall i \in [\![1, n]\!], \tag{4.10}$$

La méthode des moindres carrés va donc donner la valeur de c_{fit} qui sera appliquée à la mobilité réduite comme décrit dans l'équation (4.7) permettant d'obtenir le coefficient de translation répondant à la minimisation globale de l'erreur L^2 par rapport à tous les points expérimentaux.

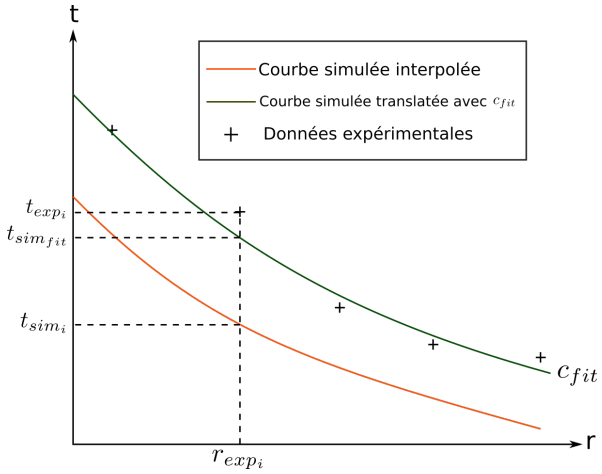


Figure 4.6 – Représentation de la translation de la courbe simulée interpolée du coefficient c_{fit} défini par la méthode des moindres carrés.

Dans le cas de l'étude en croissance de grains, les valeurs de mobilités réduites $(M\gamma)_{fit}$ sont définies pour le modèle de Maire *et al.* aux températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C et synthétisées dans le tableau 4.2.

La figure 4.7 expose l'évolution de la taille de grains moyenne en fonction du temps selon la mobilité définie par l'approximation de Burke et Turnbull $(M\gamma)_{ini}$ pour les modèles de Maire *et al.* et Hillert à 1100°C avec les lignes continues. Les courbes en pointillés décrivent

Température	1000 °C	1050 °C	1100 °C
$(M\gamma)_{fit}(\mathrm{m^2\,s^{-1}})$	2,30e-15	1,9e-13	1,10e-13

Table 4.2 – Tableau des valeurs de mobilité réduite $(M\gamma)_{fit}$ pour le modèle de Maire *et al.* pour les températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C sur du 316L.

les résultats de simulations des évolutions de tailles de grains moyennes pour les valeurs de mobilité réduite $(M\gamma)_{fit}$ calculées pour chacun des deux modèles. Avec la même méthode, une valeur de mobilité réduite $(M\gamma)_{fit}$ est déterminée pour les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* à la température de 1100°C. Les valeurs de mobilité réduite obtenues sont regroupées dans le tableau 4.3.

Modèles	Hillert	Abbruzzese	Maire
$(M\gamma)_{fit}(\mathrm{m^2\,s^{-1}})$	1,08e-13	1,27e-13	1,10e-13

Table 4.3 – Tableau des valeurs de mobilités réduites $(M\gamma)_{fit}$ pour les différents modèles à 1100°C.

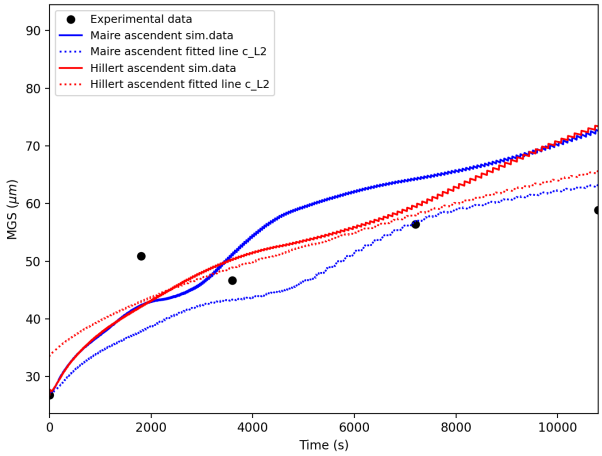


Figure 4.7 – Graphique représentant les réponses de simulations de la taille de grains moyenne en traits continus des modèles de Maire *et al.* et Hillert pour la même valeur $(M\gamma)_{ini}$ à 1100°C et en traits pointillés pour des valeurs de mobilité réduite $(M\gamma)_{fit}$ ajustées à chacun des modèles pour du 316L.

4.5 Identification des paramètres numériques

Un modèle numérique exige également des paramètres spécifiques pour son fonctionnement. Dans le contexte d'un modèle à champ moyen, la manière dont la microstructure est décrite peut influencer de manière significative les résultats. Le nombre de classes de grains introduites initialement au début d'une simulation est un paramètre numérique qui concerne la représentativité statistique d'une microstructure expérimentale. Dans un premier temps,

l'objectif est de déterminer une valeur initiale optimale qui garantisse la préservation de cette fidélité.

4.5.1 Étude de convergence du nombre de classes de grains initiales

Tous les modèles nécessitent une distribution de tailles de grains initiale qui doit refléter fidèlement la condition expérimentale en vue de toute comparaison ultérieure avec des données expérimentales. La notion de représentativité statistique peut se traduire par deux critères :

- Par un nombre minimal de classes de grains nécessaire pour décrire une microstructure expérimentale.
- Par la détection de toutes les populations de classes de grains présentes dans la microstructure (détection de distributions monomodale ou multimodale.)

La fidélité statistique est un aspect important tout au long de la simulation de la croissance des grains. Ce processus entraîne une réduction du nombre de classes lorsque la taille moyenne des grains augmente. Une construction de voisinage efficace dans les modèles repose sur une bonne représentativité statistique. Pour établir une simulation reproductible, deux études de convergence sont menées en utilisant le premier critère. Ces études visent à déterminer le nombre de classes de grains seuil pour les distributions initiale et finale d'une simulation.
Des simulations avec sept valeurs de nombre de classes de grains initiales différentes sont sélectionnées et comparées à une simulation que l'on nommera simulation de référence. Cette dernière est une simulation issue du même modèle que les simulations tests, mais composée d'un nombre de classes initiales fixé à 5 000 classes de grains, très grand devant les nombres seuils des simulations tests. Celle-ci est considérée comme représentative des données expérimentales. Pour comparer quantitativement les réponses des simulations avec la référence, une erreur $L^2(t)$ est calculée après la durée t du traitement thermique et est tracée dans la figure 4.8a :

$$L^2(t) = 100 \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N}(S_i - S_i')^2}{\sum_{i=1}^{N}(S_i')^2}}, \tag{4.11}$$

avec N le nombre de classes du vecteur commun de comparaison des distributions fixé à 25 classes, S_i la surface du rectangle représentant la i^{eme} classe de grains du vecteur commun pour la simulation test à k nombre de classes initiales avec $k \in \{25, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000\}$ et S_i la surface du rectangle représentant la i^{eme} classe de grains du vecteur commun pour la simulation de référence avec k=5000 classes de grains.

La figure 4.8b décrit l'évolution de l'erreur $L^2(1h)$ après un traitement thermique de 1 h pour les trois modèles à champ moyen d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* selon le nombre de classes initiales. Il est fixé arbitrairement qu'une simulation converge vers la simulation de référence lorsque l'erreur $L^2(t)$ calculée est inférieure ou égale à 5% (limite tracée en pointillé sur la figure). L'erreur $L^2(1h)$ chute drastiquement entre 25 et 500 classes de grains initiales, passant d'une valeur supérieure à 100% à une valeur sous le seuil de convergence pour les trois modèles. Le modèle d'Hillert affiche des erreurs $L^2(1h)$ plus réduites dans chacune

des simulations utilisant moins de 500 classes initiales. Cela suggère que le modèle d'Hillert maintient une meilleure fidélité avec moins de classes initiales par rapport aux deux autres modèles. Au-delà de 500 classes de grains, l'erreur $L^2(1h)$ sature autour de la valeur seuil, traduisant une stabilité des réponses des simulations tests par rapport à la référence quel que soit le modèle. Le choix du nombre de classes de grains initiales seuil se porte sur 1000 afin d'assurer la stabilité et l'efficacité de temps de calcul.

Il est également important de pouvoir estimer combien de classes de grains à la fin d'une simulation sont nécessaires pour assurer la convergence au seuil fixé à 5%. Pour cela, la figure 4.8c présente pour chaque condition de simulation (représentée par un point dans la figure 4.8b) le nombre de classes de grains obtenu à la fin de la simulation. D'après ce graphique, il peut être estimé qu'un minimum de 200 classes de grains en fin de simulation est nécessaire pour permettre une bonne représentativité statistique. Comme le modèle fonctionne avec des classes de grains, 200 classes peuvent décrire correctement la gamme du nombre de grains observés dans les cartes EBSD pour différentes conditions, allant de 130 à 3500 (cf. tableau 3.9).

Quatre autres points représentés par des triangles colorés sont également présents dans cette figure. Il s'agit des différentes durées de traitement thermique à 1100°C de 2h à 5h de la campagne de croissance de grains qui seront utilisés dans la suite de cette étude. Il est nécessaire de s'assurer que ces simulations sur des temps plus longs vérifient également la représentativité statistique. Ces simulations sont réalisées avec la valeur de nombre de classes initiale fixée précédemment de 1000. Des simulations de référence associées à chacun de ces tests sont réalisées avec une durée respective de 30 min, 2 h, 3 h et 5 h avec 5000 classes de grains initiales. Ces quatre points se trouvent sur le seuil et valident donc les simulations dans ces conditions d'utilisation.

4.5.2 Etude du choix de la dimension spatiale de la probabilité de contact

Pour rappel, les équations de migration de joints de grains et de probabilité de contact employées dans le contexte de croissance de grains des trois modèles en 3D considérés sont les suivantes :

Dans le modèle d'Hillert l'équation de migration des joints de grains en 3D pour la classe de grains i vaut :

$$dR_i = M\gamma \left(\frac{1}{\bar{R}} - \frac{1}{R_i} \right) dt. \tag{4.12}$$

Le modèle d'Abrruzzese *et al.* est également adapté en 3D en utilisant l'équation de migration des joints de grains des travaux d'Abbruzzese *et al.* [58] et la probabilité de contact p_j présentée dans les travaux de Di Schino *et al.* [72] :

$$dR_i = \sum_{j=1}^{n} p_j dR_{(i,j)} = M\gamma \sum_{j=1}^{n} p_j \left(\frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i} \right) dt. \tag{4.13}$$

$$p_j = \frac{\eta_j R_j^2}{\sum_{k=1}^{n} \eta_k R_k^2} \text{ pour } j \in [\![1, n]\!], \tag{4.14}$$

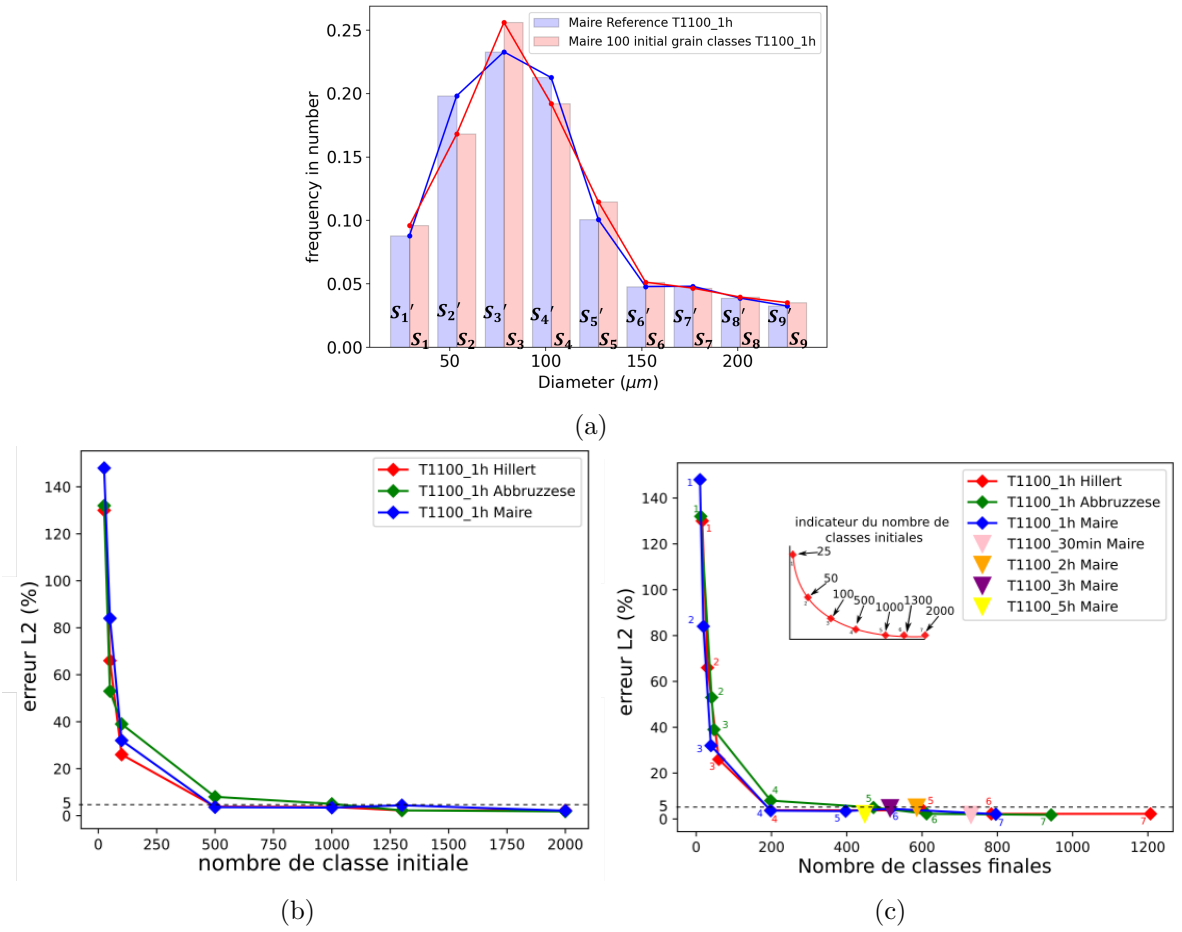


Figure 4.8 – (a) Schéma de la méthode de calcul de l'erreur $L^2(1h)$ pour l'analyse de convergence, (b) Etude de convergence du nombre de classes initiales par calcul de l'erreur $L^2(1h)$ à 1100°C pour les modèles d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* en utilisant sept valeurs de nombre de classes initiales entre 25 et 2000 en comparaison avec une distribution de référence pour chaque modèle composée de 5000 classes de grains initiales sur du 316L, (c) Étude de convergence du nombre de classes de grains en fin de simulation des trois modèles par le calcul de l'erreur $L^2(1h)$ à 1100°C pour chacune des conditions de classes de grains initiales testées dans la figure 4.8b en comparaison avec une distribution de référence pour chaque modèle composée de 5000 classes de grains sur du 316L. Cette même analyse est réalisée pour le modèle de Maire *et al.* uniquement pour $L^2(30min), L^2(2h), L^2(3h) et L^2(5h)$ à 1100°C.

avec n le nombre total de classes de grains de la microstructure.

Pour le modèle de Maire *et al.* l'équation de migration des joints de grains en croissance de grains et la loi de probabilité de contact associée sont :

$$dR_i = \sum_{j=1}^{N_i} p_j dR_{(i,j)} = M\gamma \sum_{j=1}^{N_i} p_{(i,j)} \left(\frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i} \right) dt. \tag{4.15}$$

$$p_{(i,j)} = \frac{\eta_j R_j^3}{\sum_{k=1}^{n_i} \eta_k R_k^3} \text{ pour } j \in [\![1, N_i]\!], \tag{4.16}$$

avec η_j le nombre de grains appartenant à la classe de grains j et n_i le nombre de classes de grains avec un voisinage incomplet quand le voisinage de la i^{eme} classe est construit et N_i le nombre de voisins de la classe de grains i.

4.5.2.1 Description des différentes dimensions spatiales de probabilité de contact

L'équation (4.16) employée pour décrire la probabilité de contact dans le modèle de Maire *et al.* est inspirée de celle du modèle d'Abbruzzese *et al.* en 2D en choisissant cependant une dimension spatiale de contact volumique. L'impact du choix de la dimension spatiale peut être intéressante pour comprendre les effets sur la prise en compte topologique lors de la construction du voisinage. Pour cela, quatre types de probabilité de contact peuvent être construites. D'une probabilité de contact uniquement basée sur la fréquence en nombre (ne faisant pas intervenir le diamètre, l'aire ou le volume des grains - dimension 0) à une probabilité de contact pondérée par le volume des grains (dimension 3) :

$$p_{(i,j)}^m = \frac{\eta_j R_j^m}{\sum_{k=1}^{n_i} \eta_k R_k^m} \quad \text{avec } m \in [\![0, 3]\!], \tag{4.17}$$

avec n_i le nombre de classes de grains de la microstructure avec un voisinage incomplet pour la construction du voisinage de classe de grain i et m la dimension de contact entre deux classes voisines i et j.

La figure 4.9 retrace pour chaque type de probabilité de contact, les valeurs prises par celle-ci pour chaque classe faisant partie du voisinage de la première classe $i = 1$ de la distribution de tailles de grains de la microstructure au pas de temps $t = 0s$. La distribution employée pour cette étude correspond à la distribution initiale expérimentale en 3D décrite dans le chapitre 3 (cf. section 3.8.1). Les quatre types de probabilité de contact sont utilisées dans le cadre du modèle de Maire *et al.* en remplacement de l'équation (4.16).

En considérant dans l'équation (4.17) $m = 0$, $p_{(i,j)}^0$ désignent une probabilité de contact en nombre. La représentation d'une classe voisine dans le voisinage de la classe i n'est alors conditionnée que par sa fréquence en nombre d'apparition dans la microstructure. Dans la distribution initiale considérée, la majorité du poids est alors donné aux petites classes (classes avec les *id* les plus faibles) qui sont les plus nombreuses.
On analyse maintenant pour $m = 1$, $p_{(i,j)}^1$ que l'on peut considérer comme équivalente en dimension à la probabilité de contact décrite en 2D dans le modèle d'Abbruzzese *et al.* [58].

Celle-ci prend en compte le périmètre de la classe voisine pour décrire la probabilité de contact. Un équilibre des poids donné à chaque classe voisine se dessine entre les classes de petites et moyennes tailles dans la figure 4.10.

En augmentant de nouveau la dimension spatiale prise en compte dans la probabilité de contact, on se retrouve proche du cas de la probabilité de contact décrite par Di Schino *et al.* [72], qui correspond à l'adaptation 3D du modèle d'Abbruzzese. Celle-ci décrit un contact surfacique entre deux classes voisines, déplaçant un peu plus le poids vers les classes de grains voisines de taille supérieure.
Enfin pour $m = 3$, $p^3_{(i,j)}$ représente une probabilité en contact volumique. La tendance est inversée par rapport à $p^0_{(i,j)}$, les plus grosses classes sont alors plus représentées que les petites sur le voisinage de la classe k.

Un choix ne semble, *a priori*, pas plus justifié qu'un autre, mais présente plutôt lié à une volonté de représentation. Afin d'étayer cette discussion, une comparaison de l'utilisation de ces différentes probabilités de contact avec des données expérimentales aux trois températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C est mise en place dans la figure 4.10. Pour toutes les températures $p^3_{(i,j)}$ montre une bonne corrélation avec les données expérimentales sur la prédiction des queues de distributions qui sont moins bien prédites par les autres types de probabilité de contact.
En effet, $m = 3$ favorise la représentation des gros grains dans le calcul de la probabilité de contact. Ceci aura pour conséquence d'augmenter le volume échangé avec la classe de grains i lors de la migration des joints de grains et donc d'augmenter les chances de présence de ces grains au cours de la simulation.

De la même manière, $p^0_{(i,j)}$ offre également une bonne prédiction sur les faibles classes de grains, mais la corrélation se dégrade dans la distribution avec l'augmentation de la taille de grains. Les types $p^m_{(i,j)}$ intermédiaires présentent un accord avec les données expérimentales en demi-teinte avec une bonne corrélation des valeurs centrales de la distribution, mais une corrélation réduite aux extrémités. La description de la probabilité de contact volumique sera conservée pour la suite de cette étude permettant une corrélation générale satisfaisante avec une bonne description de la queue de distribution.

4.5.3 Étude de l'impact de l'ordre de sélection des classes de grains dans la distribution de tailles de grains lors de la construction du voisinage.

Comme décrit dans la section 2.4.2.6 l'ordre de sélection des classes dans la distribution de tailles de grains pour la construction du voisinage du modèle de Maire *et al.* a arbitrairement été choisi croissant. Cette étude vise alors à mesurer l'impact et les répercussions de ce choix de modélisation sur la prédiction de l'évolution de la microstructure en faisant varier l'ordre de sélection. Les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* ne sont, eux, pas influencés. En effet, la topologie n'est pas impliquée dans la construction du milieu homogène équivalent du modèle d'Hillert. Dans le cas du modèle d'Abbruzzese *et al.*, l'ensemble des classes participe à

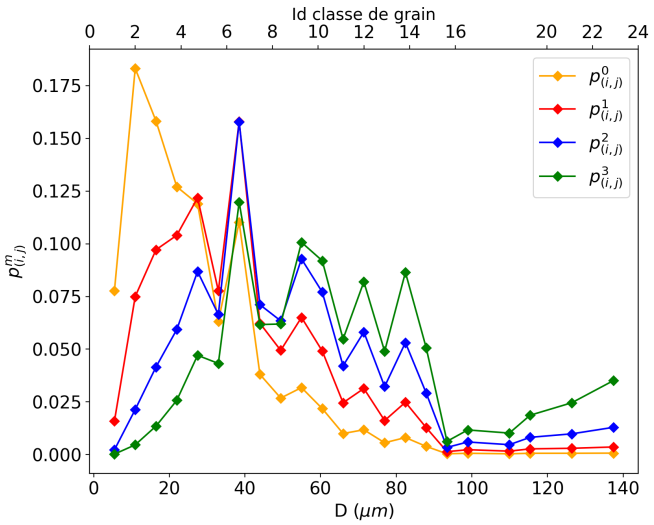


Figure 4.9 – Représentation des valeurs prises par les quatre types de probabilités de contact $p^m_{(i,j)}$ par les classes de grains voisines d'une classe de grains $i = 1$ appartenant à la distribution initiale à $t = 0s$.

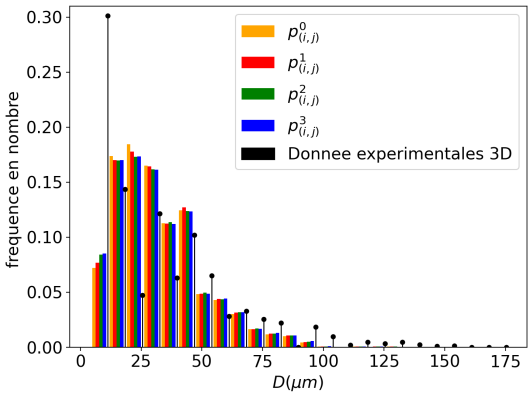
la construction du voisinage, l'ordre de sélection des classes n'a dans ce cas pas d'impact sur les résultats. Dans le modèle hybride de Maire *et al.*, la sélection des voisins est basée sur un critère de bijectivité, responsable en partie de la dimension topologique associée à l'approche. Cette bijectivité ajoutant un côté déterministe à la construction du voisinage implique un nombre de voisins plus limité que le modèle d'Abbruzzese *et al.*.

Pour analyser cet effet, trois méthodes de sélection d'ordre des classes de grains dans la distribution de tailles de grains sont définies :

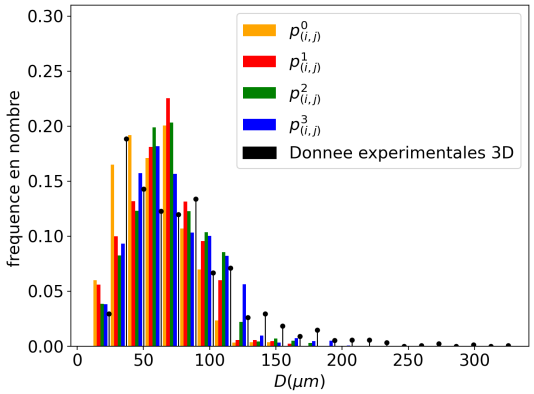
- Ascendant : Sélection dans l'ordre croissant de la distribution.
- Descendant : Sélection dans l'ordre décroissant de la distribution.
- Aléatoire : Sélection de manière aléatoire dans la distribution.

La figure 4.11a, présente l'évolution temporelle de la taille de grains moyenne dans le cas des trois choix de construction. Les cinétiques en lignes continues sont simulées avec une mobilité identique. La construction du voisinage en choisissant un ordre de construction descendant semble fortement impacter la taille de grains moyenne. Cette différence est moins marquée dans le cas aléatoire. Afin de pouvoir comparer rigoureusement l'impact sur les distributions de tailles de grains, une nouvelle identification de la mobilité est effectuée pour les cas descendant et aléatoire dont les nouvelles valeurs prises sont consignées dans le tableau 4.4 et présentent les cinétiques alors tracées en pointillé.

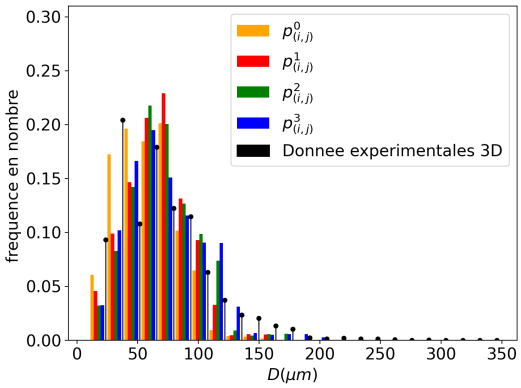
Les figures 4.11b et 4.11c comparent les distributions de tailles de grains résultantes après un traitement thermique de 1 h à 1100°C pour les trois ordres de sélection pour la construction du voisinage. Les distributions sont illustrées sous deux formes de représentation, en



(a)



(b)



(c)

Figure 4.10 – Comparaison de l'impact du choix de $p^m_{(i,j)}$ sur la distribution de tailles de grains avec $m \in [\![0,3]\!]$ pour un traitement thermique de 2h aux températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C sur du 316L.

fréquence en nombre et en fraction volumique. Après ré-identification de la mobilité dont les valeurs employées sont rassemblées dans le tableau 4.4, les distributions se comportent de manière similaire quel que soit le type de représentation. La sélection aléatoire semble cependant présenter une légère différence de description de la queue de distribution. Il est important de noter qu'avec une mobilité bien identifiée, l'ordre de construction n'a pas d'impact sur la prédiction des distributions de tailles de grains.

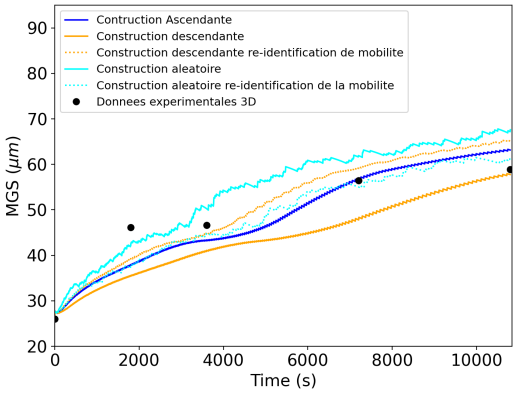
Dans le cas où celle-ci n'est pas ré-identifiée, la différence observée dans la cinétique de la figure 4.11a pour l'ordre de sélection descendant, s'explique par la différence de construction de voisinage pour une classe donnée. La figure 4.12 présente schématiquement la construction du voisinage de cette même classe dans le cas des ordres de sélection ascendant et descendant, les classes de grains rouges ne faisant pas partie du voisinage. En effet, le voisinage créé avec ces deux ordres de sélection diffère, ayant ainsi un effet sur la variation de volume total échangé entre cette classe courante et les deux types de voisinage dans l'équation de migration des joints de grains.
Dans le cas où deux simulations avec l'ordre de sélection des classes aléatoire sont lancées avec la même microstructure initiale et les mêmes conditions, on observerait des différences entre les distributions de tailles de grains au bout d'un même temps de traitement thermique : le voisinage créé pour chaque classe étant dans ce cas différent à chaque pas de temps.
Pour la suite de cette étude, l'ordre de sélection ascendant des classes dans la distribution de tailles de grains est conservé.

Ordre de sélection dans la distribution	Ascendant	Descendant	Aléatoire
$(M\gamma)_{fit}(\mathrm{m^2\,s^{-1}})$	1,10e-13	2,40e-13	1,60e-13

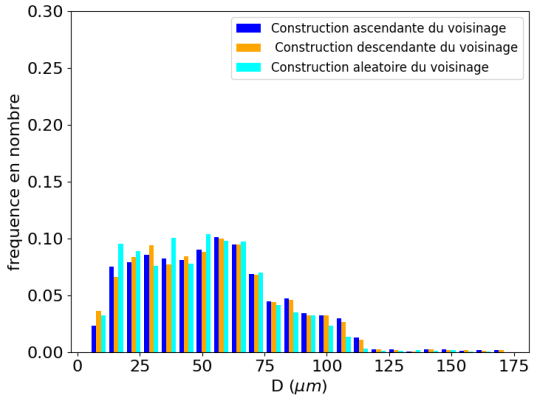
Table 4.4 – Tableau des valeurs de mobilités réduites $(M\gamma)_{fit}$ pour le modèle de Maire *et al.* à 1100°C pour du 316L.

4.6 Comparaison des modèles à champ moyen en croissance de grains pour différentes microstructures initiales

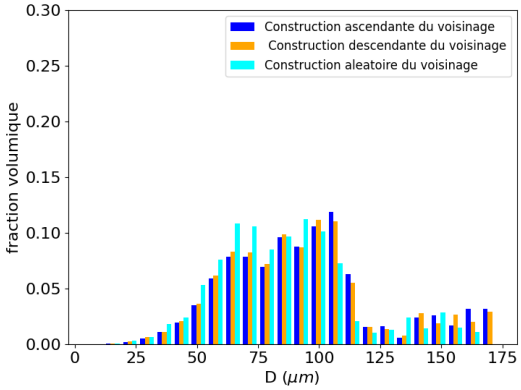
Une fois les paramètres identifiés et optimisés ainsi que les choix de modélisation établis, une comparaison rigoureuse des distributions de tailles de grains entre les différents modèles et les données expérimentales peut être réalisée. Pour rappel, les modèles emploient une distribution initiale composée de 1000 classes de grains. Le modèle de Maire *et al.* utilise la probabilité de contact volumique $p^3_{(i,j)}$ et un ordre ascendant de sélection des classes dans la distribution de tailles de grains pour la construction du voisinage. La comparaison de ces modèles va être soumise à deux types de distributions initiales afin d'observer les variations de comportement entre ceux-ci. Une première partie de cette étude portera sur une comparaison des modèles à partir de la distribution initiale expérimentale. Pour cette étude, toutes les durées de traitement thermique à 1100°C sont considérées. La seconde partie considérera une distribution bimodale générée numériquement. Cependant, aucune donnée expérimentale n'est



(a)



(b)



(c)

Figure 4.11 – (a) Comparaison de l'évolution temporelle de la taille de grains moyenne du modèle de Maire *et al.* pour différents choix de sélection de l'ordre de la distribution de tailles de grains lors de la construction du voisinage, (b) représentation des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et (c) en fraction volumique du modèle Maire *et al.* pour les différents ordres de sélection de la distribution pour la construction du voisinage après 1 h de traitement thermique à 1100°C.

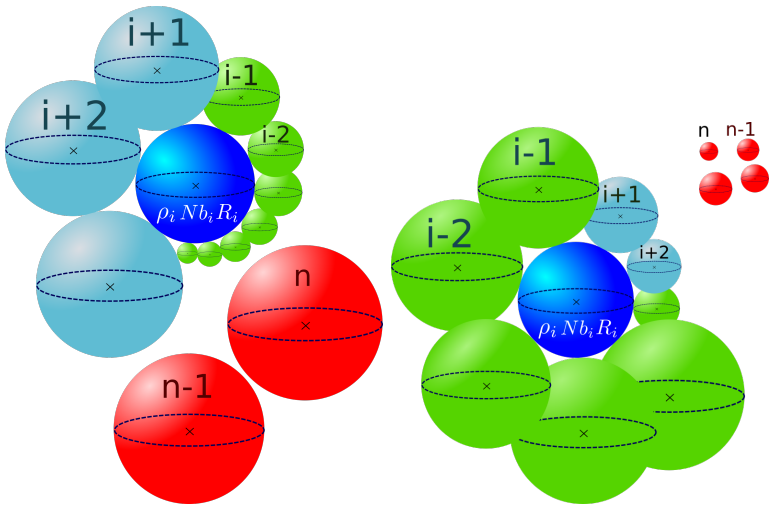


Figure 4.12 – Voisinage d'une classe i avec le modèle de Maire *et al.* pour un choix de construction du voisinage suivant l'ordre de distribution de tailles de grains (a) ascendant et (b) descendant.

disponible pour cette condition, une simple comparaison entre les différents modèles sera alors réalisée.

4.6.1 Comparaison de modèles à champ moyen en considérant la distribution initiale monomodale expérimentale

La figure 4.13 présente la comparaison des distributions de tailles de grains à 1100°C pour les durées de traitements thermiques de 1 h à 5 h en fréquence en nombre et en fraction volumique. Une première analyse qualitative et visuelle est réalisée suivie d'une analyse plus quantitative visant à définir quel modèle donne une meilleure prédiction des données expérimentales.
En première observation, les trois modèles montrent un bon suivi des tendances globales de variations des distributions de tailles de grains expérimentales. Le modèle de Maire *et al.* prédit une queue de distribution plus longue, ce qui s'approche des tendances observées expérimentalement. En revanche, comme le montrent les histogrammes en fraction volumique, aucun des 3 modèles ne permet une prédiction complète de la queue de distribution. Le modèle d'Hillert affiche une meilleure corrélation des distributions en fréquence en nombre qu'en fraction volumique où il semble donner une prédiction surévaluée pour les classes de petites tailles. De manière similaire, les modèles d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* affichent une prédiction sous-estimée dans la représentation en fréquence en nombre sur les classes de petites tailles.

Deux types d'hypothèses peuvent expliquer ces différences :

- Les hypothèses faites dans les modèles afin de simplifier la description peuvent expliquer les résultats obtenus.

Premièrement, une hypothèse commune aux trois modèles est de considérer les grains comme des sphères parfaites. En effet, cette représentation idéalisée fait abstraction de toutes les hétérogénéités de la microstructure initiale qui pourraient avoir un impact sur l'évolution de celle-ci par migration des joints de grains. Ces trois modèles emploient également des propriétés de joints de grains isotropes. La mobilité et l'énergie de joints de grains utilisent chacune une valeur unique pour tous les grains de la microstructure. Or, expérimentalement, une anisotropie de ces propriétés a été observée [17, 129] donnant lieu à une dispersion des valeurs prises par celles-ci. La prise en compte de cette anisotropie favoriserait une dispersion supplémentaire des distributions de tailles de grains prédites.

Le calcul de la variation positive ou négative de volume échangé entre une classe de grains et son entourage (milieu homogène équivalent, milieu statistique ou voisinage) lors de la migration des joints de grains est également dicté par le choix de représentation de la microstructure comme discuté dans la section 4.5.2.
Hillert propose un échange qui sera conditionné par le calcul de la valeur de la taille de grains moyenne prise par le milieu homogène équivalent. Classiquement, celle-ci est calculée par une moyenne arithmétique qui a tendance à favoriser la prédiction des petites classes de grains plus nombreuses en se rapprochant d'une représentation du type $p^1_{(i,j)}$ pour le calcul de la moyenne de tailles de grains. Le modèle d'Abbruzzese *et al.* basé sur une probabilité de contact du type $p^2_{(i,j)}$, peut s'apparenter à un milieu homogène équivalent pondéré en surface offrant une prédiction équilibrée entre les différentes tailles de grains, mais ne permet cependant pas la prédiction de la queue de distribution. La représentation en fraction volumique favorise les modèles d'Abbruzzese *et al.* et Maire *et al.* de par leur choix de probabilité de contact. En effet, la représentation volumique des petites classes de grains est prédite avec une meilleure précision qu'en fréquence en nombre.

- Les incertitudes et les méthodes d'obtention des données expérimentales jouent aussi un rôle lors de la comparaison avec les modèles.

Des facteurs expérimentaux peuvent également être à l'origine de certaines variations. Les microstructures acquises expérimentalement ne considèrent qu'une zone de l'échantillon dont elles proviennent. L'utilisation d'une unique zone permettant de visualiser un nombre de grains représentatifs (les détails des cartographies EBSD sont présentés dans le tableau 3.9) ne garantit pas une distribution fixe et reproductible dans tout l'échantillon. Entre deux zones analysées d'un même échantillon et présentant la même taille de grains moyenne, les distributions de tailles de grains peuvent varier légèrement. La dispersion autour de la moyenne peut légèrement varier et la queue de distribution peut présenter des différences significatives, même entre deux zones statistiquement représentatives. Il est donc difficile pour les modèles de parfaitement prédire les queues de

distribution. Les prédictions obtenues par les modèles donnent une tendance générale de l'évolution de la distribution de tailles de grains selon les conditions thermiques subies.

Enfin, les distributions de tailles de grains expérimentales ont toutes subi un passage dans l'algorithme inverse de Saltykov [95] permettant d'obtenir une équivalence 3D des données acquises par EBSD. Cette technique mathématique donne uniquement une estimation de la distribution expérimentale 3D. Un biais est donc également ajouté par l'utilisation de cet algorithme.

Une comparaison plus quantitative est présentée dans la figure 4.14. Dans cette figure, l'erreur L^2 de l'équation (4.11) est utilisée, avec S_i (respectivement S'_i) la surface du rectangle associée à la $i^{ème}$ classe de grain du vecteur commun de comparaison de la simulation (respectivement la surface du rectangle associée à la $i^{ème}$ classe de grain du vecteur commun de comparaison des données expérimentales) à la durée de traitement thermique considérée. Ici encore, les représentations en fréquence en nombre et en fraction volumique sont utilisées dans les figures 4.14a et 4.14b. Les valeurs de l'erreur L^2 obtenues sont très fortes, mais explicables à l'aide des hypothèses énoncées précédemment. Il faut cependant noter que les valeurs d'erreur L^2 obtenues ici sont très dépendantes du nombre de classes de grains du vecteur commun utilisé pour la comparaison. La valeur de 25 classes est conservée pour cette analyse. Les valeurs calculées à partir des distributions en fréquence en nombre suivent la même tendance pour les modèles d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.*. En revanche, le modèle d'Hillert présente une plus faible stabilité à l'erreur L^2 au cours du temps. Cependant, les taux de prédiction qu'il offre sont du même ordre de grandeur que les deux autres modèles.
En représentation volumique, le modèle d'Hillert affiche des valeurs d'erreur L^2 beaucoup plus élevée atteignant jusqu'à 100% alors que les deux autres modèles conservent un taux d'erreur de l'ordre de grandeur de ceux de la représentation en fréquence en nombre. Le modèle de Maire *et al.* présente également la meilleure prédiction comparée aux distributions expérimentales.

De manière générale le modèle de Maire *et al.* permet de décrire des prédictions de distributions de tailles de grains proches des données expérimentales. Cependant, en fréquence en nombre les deux modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* offrent des prédictions d'une qualité similaire pour des descriptions de la microstructure moins coûteuses et plus simples d'implémentation.

4.6.2 Comparaison de modèles à champ moyen pour une distribution initiale bimodale

La section précédente a montré une réponse similaire pour les trois modèles en champ moyen étudiés dans le cas d'une distribution initiale monomodale. La construction du voisinage de Maire *et al.* est ici mise à l'épreuve en considérant une configuration initiale plus hétérogène. Une microstructure d'entrée bimodale est générée numériquement avec une taille de grain moyenne de 42 μm et une différence de tailles de grains de quatre ATSM entre les

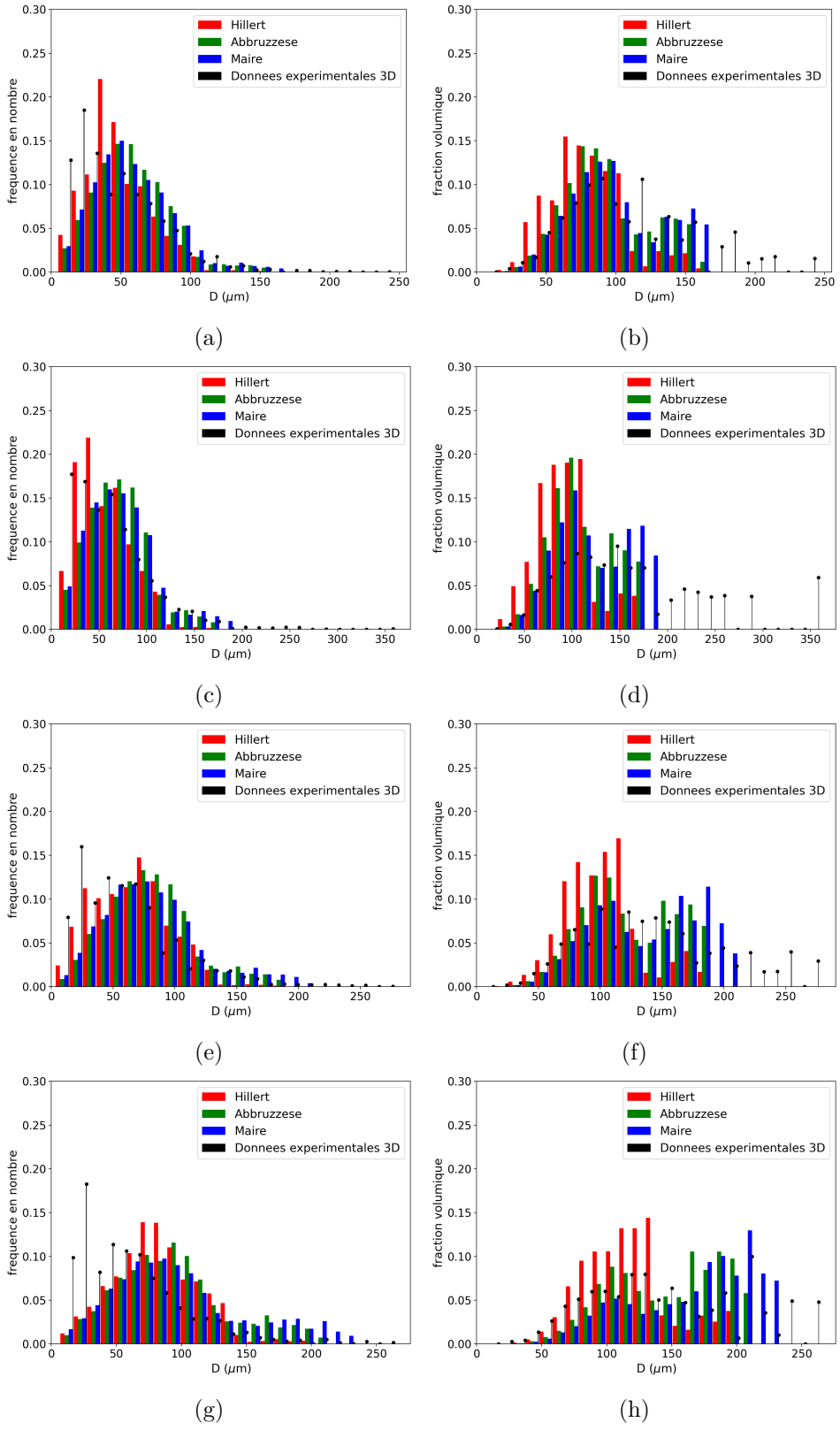
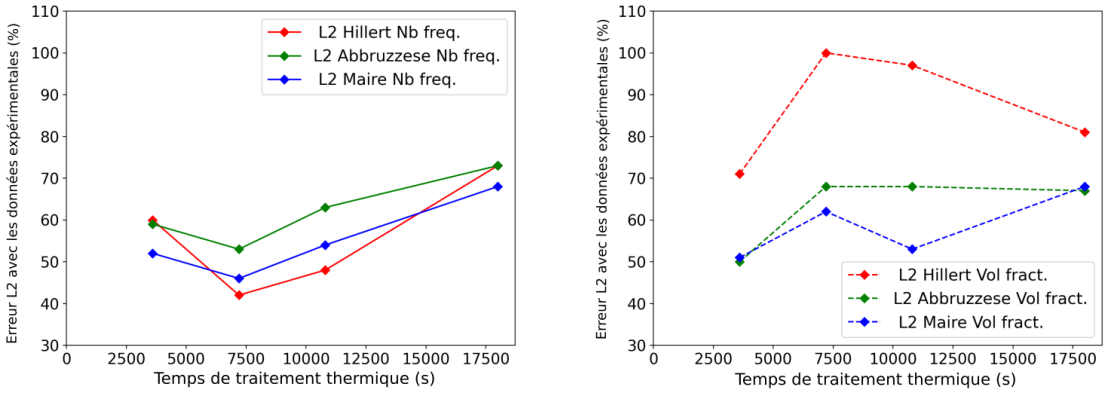


Figure 4.13 – Comparaison des distributions de tailles de grains (a,c,e,g) en fréquence en nombre et (b,d,f,h) en fraction volumique pour les modèles d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et Maire *et al.* à 1100°C pour (a,b) 1h, (c,d) 2h, (e,f) 3h, (g,h) 5h de traitement thermique sur un acier 316L.



(a) (b)

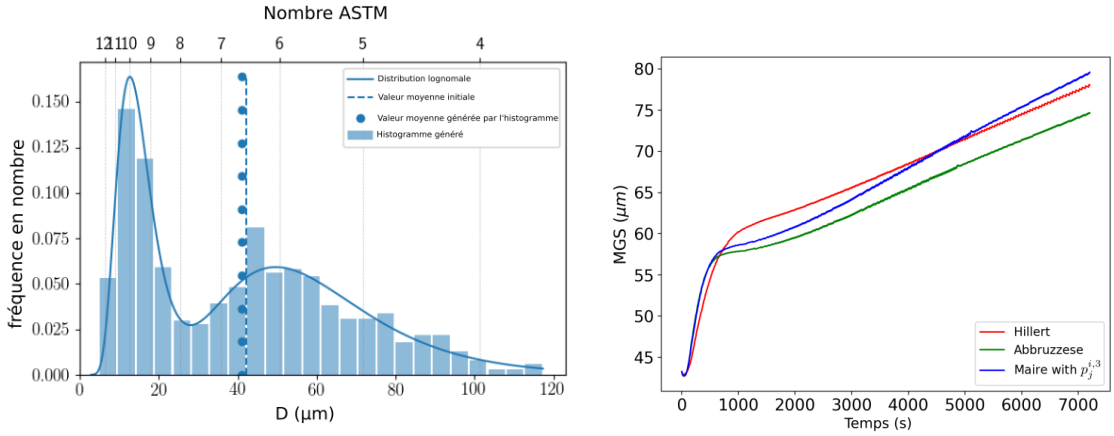
Figure 4.14 – Comparaison de l'erreur L^2 entre les distributions de tailles de grains (a) en fréquence en nombre et (b) en fraction volumique pour les trois modèles pour un traitement thermique de 1 h à 5 h à 1100°C sur du 316L en utilisant un nombre de classes du vecteur de tailles de grains commun fixé à 25.

deux populations de grains sélectionnées pour respecter la définition bimodale de la norme ASTM E1181 [130], comme indiqué dans la figure 4.15a. Les valeurs de mobilité réduite précédemment identifiées sont conservées.

Les figures 4.15b, 4.15c, 4.15d et 4.15e présentent les résultats de l'évolution de la taille de grains moyenne et des distributions de tailles de grains pour des traitements thermiques de 5 min, 10 min et 2 h respectivement avec la distribution bimodale présentée précédemment pour les trois modèles. L'évolution temporelle de la taille de grains moyenne peut être visuellement dissociée en deux cinétiques. Une première phase apparaît au cours des dix premières minutes, avec une évolution très rapide. Puis une cinétique plus lente intervient jusqu'à la fin du traitement thermique de 2 heures. À toutes ces durées, il y a très peu de distinctions entre les prédictions des modèles et l'aspect bimodal est rapidement lissé après 5 minutes avec l'apparition d'une distribution monomodale, à l'exception des prédictions du modèle d'Hillert qui conservent une légère bimodalité à 5 minutes et 10 minutes. Le point d'inflexion entre les deux cinétiques dans l'évolution de la taille de grains moyenne correspond au moment où la distribution devient monomodale après environ 10 minutes. Il est possible que les hétérogénéités introduites par la distribution initiale soient rapidement lissées dues aux propriétés isotropes des joints de grains. En effet, dans le cas testé, les deux populations de grains ont les mêmes propriétés de joints de grains.

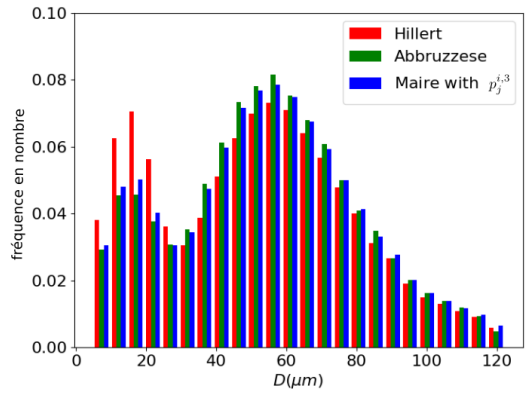
4.6.2.1 Impact de l'ordre de sélection de la construction de voisinage sur la prédiction de la distribution

De la même manière que dans la section 4.5.3, une observation de l'impact de construction du voisinage sélectionnant les voisins dans l'ordre décroissant de la distribution de tailles de grains est réalisée. En l'absence de données expérimentales, il n'est pas possible de réidentifier

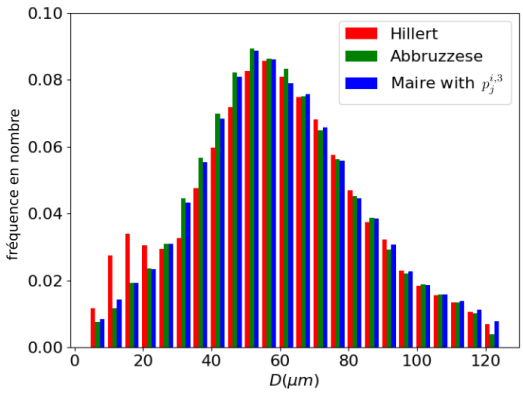


(a)

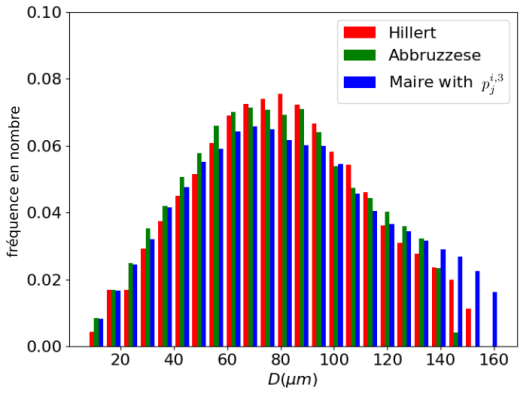
(b)



(c)



(d)



(e)

Figure 4.15 – (a) Distribution bimodale initiale utilisée pour les simulations, (b) comparaison de l'évolution de la taille de grains moyenne (MGS) dans le temps pour les modèles d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* en traitement thermique à 1100°C, prédictions des distributions de tailles de grains pour les trois modèles à 1100°C pour un traitement thermique de (c) 5 min, (d) 10 min et (e) 2 h.

la mobilité. L'impact direct du choix de l'ordre de sélection pour la construction du voisinage est donc examiné. Les tailles de grains moyennes dans les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.*, comme montré dans la figure 4.16a, demeurent inchangées, tandis que la cinétique du modèle de Maire *et al.* est une fois de plus ralentie.
Les distributions pour les temps de 5 minutes et 10 minutes révèlent une bimodalité marquée. Le modèle de Maire *et al.* semble ralentir le lissage vers une distribution gaussienne finale, ce qui maintient une population plus élevée de grains de petites tailles, comme illustré dans les figures 4.16b et 4.16c. Ce comportement est lié à la méthode de sélection en ordre descendant des classes de grains pour la construction du voisinage, comme indiqué dans la figure 4.12.

Dans le cas de la distribution bimodale, l'ordre ascendant dans la construction semble favoriser l'élimination plus rapide des petits grains de la distribution. La pression exercée par les rayons de courbure du phénomène de croissance de grains encourage la disparition des grains plus petits, en tenant compte de la construction du voisinage. À l'inverse, l'ordre descendant dans la construction ralentit cette cinétique d'élimination. Dans ce scénario, les classes de petits grains sont mieux réparties dans la construction du voisinage, ce qui les rend moins susceptibles de disparaître. Cela se traduit par une taille de grains moyenne plus élevée, d'environ 80 μm pour l'ordre ascendant, tandis que l'ordre descendant atteint à peine 66 μm.

4.7 Conclusion

Une fois le modèle à champ moyen sélectionné selon ses caractéristiques, précisées dans le chapitre 2, il est nécessaire de valider son fonctionnement pour tous les phénomènes qui seront étudiés dans ce travail. Le modèle de Maire *et al.*, initialement développé pour prédire les évolutions microstructurales durant la recristallisation dynamique discontinue n'a pas été validé dans le cas de la croissance de grains.

Dans ce chapitre, une étude de convergence est menée pour optimiser le nombre initial et final de classes de grains afin de garantir la représentativité statistique des distributions de tailles de grains. La définition de la probabilité de contact utilisée dans la description de la microstructure est discutée. Quatre probabilités de contact ont été testées, allant d'un ratio en nombre sans implication de la taille des grains à une fraction volumique. Dans le cas d'une probabilité de contact volumique, un poids plus important sera accordé aux gros grains lors de la construction du voisinage. Le choix d'une probabilité de contact donnée a donc un effet sur la prise en compte de la topologie dans le voisinage.

Le choix de la dimension spatiale de la probabilité de contact s'est orienté vers la conservation de la probabilité de contact volumique permettant une représentation se rapprochant au mieux des données expérimentales notamment vis-à-vis des queues de distributions. Enfin, l'ordre de construction du voisinage choisi dans le modèle de Maire *et al.* a un impact significatif sur l'évolution de la microstructure sans réidentification de la mobilité. Les valeurs de mobilité réduite doivent être réidentifiées pour que le modèle soit prédictif en tenant compte

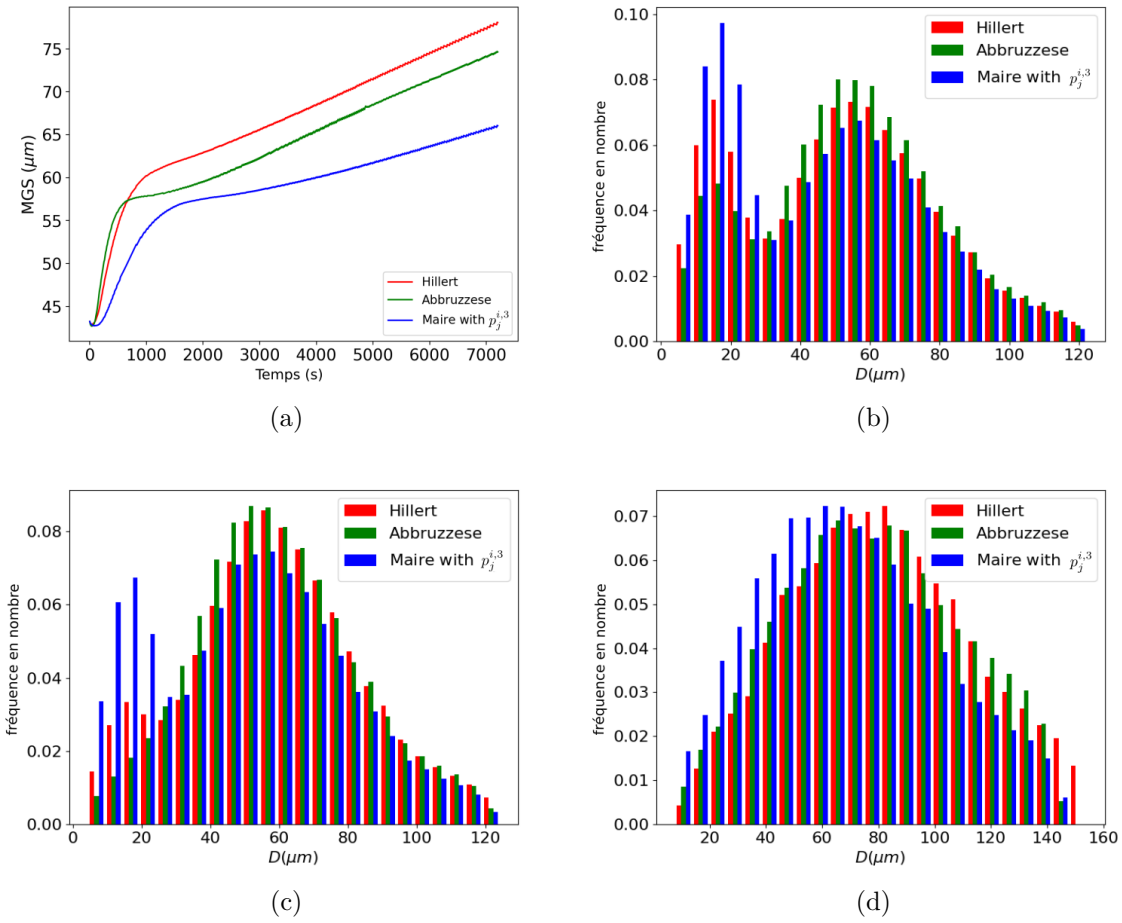


Figure 4.16 – (a) Comparaison de l'évolution de la taille de grains moyenne (MGS) pour les modèles d'Hillert, d'Abbruzzese *et al.* et de Maire *et al.* pour un traitement thermique à 1100°C avec sélection des classes dans l'ordre descendant pour la construction du voisinage. Prédictions des distributions de tailles de grains pour les trois modèles à 1100°C pour un traitement thermique de (b) 5 min, (c) 10 min et (d) 2h.

d'un ordre de tri différent. L'ordre de sélection de la construction du voisinage peut alors être considéré comme une variante du modèle de Maire *et al.*

Après identification du paramètre de mobilité réduite pour les différents modèles considérés, ceux-ci sont comparés entre eux et à des données expérimentales quand celles-ci sont disponibles. La capacité de prédiction des modèles a été testée pour deux types de distributions initiales. Une distribution initiale monomodale extraite de la distribution expérimentale initiale et une distribution bimodale générée numériquement. Cette dernière a pour but de tester la réaction des modèles à l'introduction d'hétérogénéités de tailles de grains dans la distribution initiale. Une bonne concordance générale de tous les modèles avec les données expérimentales est observée. Cependant, le modèle de Maire *et al.* donne de meilleurs résultats dans la description des queues de distribution que les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.*. Le calcul de l'erreur $L^2(t)$ est un outil de mesure permettant de comparer les modèles entre eux. Le modèle de Maire *et al.* sur les cas d'étude de croissance de grains obtient des taux de prédictions plus haut que les deux autres modèles. Cependant, lorsque l'on compare la simplicité de mise en œuvre et la réponse en terme de prédiction de distributions de tailles de grains, le modèle d'Hillert donne de bonnes prédictions avec une description plus simple de la microstructure.

Dans ce chapitre, le modèle de Maire *et al.* a été testé dans le cadre de la croissance de grains. À l'origine conçu pour modéliser les phénomènes associés à la recristallisation dynamique discontinue, sa force réside dans sa capacité à prendre en compte la topologie dans les voisinages des grains, en particulier lorsque la microstructure est partiellement recristallisée. En distinguant les grains recristallisés des autres grains, la construction spécifique du voisinage permet de meilleures prédictions des distributions de tailles de grains par rapport aux données expérimentales en comparaison à d'autres modèles équivalents de la littérature. Ces aspects seront discutés dans les chapitres suivants.

Chapitre 5

Calibration, validation et description des limites du modèle de Maire *et al.* pour la recristallisation dynamique discontinue sur un acier 316L

Résumé Le modèle de Maire *et al.* a été initialement conçu pour la modélisation de la recristallisation dynamique discontinue sur un acier 304L à des vitesses de déformation comprises entre 0,01 s^{-1} et 0,1 s^{-1} [4, 67]. Dans ce chapitre, nous appliquons ce modèle sur un acier 316L avec la base de données expérimentales en recristallisation dynamique capitalisée durant cette étude comme décrit dans le chapitre 3 et avec des vitesses de déformation comprises entre 0,01 s^{-1} et 10 s^{-1}. Pour ce faire, plusieurs étapes préalables sont nécessaires. Dans un premier temps, le modèle de Maire *et al.* est soumis à des améliorations permises par une compréhension fine du modèle initial. La mise en place d'un outil de sous-discrétisation est effectuée. Cette méthode vise à valoriser l'utilisation des classes de grains dans ce modèle et permettre une conservation du nombre de classes de la microstructure entre des bornes restreintes. L'identification des paramètres K_1, K_2 et K_L associés à la recristallisation pour la plage de données expérimentales considérée a été réalisée en utilisant la méthode exposée dans ce chapitre. Une comparaison des prédictions des caractéristiques de taille des grains moyenne et de fraction recristallisée est réalisée par rapport aux données expérimentales dans le cas d'un chemin thermomécanique simple de déformation suivi d'une trempe eau. Ce modèle est également confronté aux prédictions obtenues à l'aide de la représentation de la microstructure statistique proposée par Abbruzzese *et al.* avec les lois constitutives du modèle de Maire *et al.*. Les distributions de tailles de grains sont analysées, soulignant une bonne prédiction des évolutions microstructurales pour la vitesse de déformation de 0,01 s^{-1}. Pour les vitesses de déformation supérieures, les prédictions sont très différentes des données expérimentales. Les différences de prédiction entre les deux représentations microstructurales sont également mises en évidence et discutées. L'impact du délai de trempe est observé, et les limites de la description actuelle de la germination dans le modèle est identifiée comme source principale des divergences observées.

Abstract Maire *et al.* model was initially designed for discontinuous dynamic recrystallization on a 304L steel at deformation rates between 0,01 s^{-1} and 0,1 s^{-1} [4, 67]. In this chapter, we apply this model to a 316L steel using the experimental database on dynamic recrystallization capitalized during these works and described in Chapter 3 with deformation rates ranging from 0,01 s^{-1} to 10 s^{-1}. To do this, several preliminary steps are necessary. First, the Maire et al. model undergoes improvements allowed by a detailed understanding of the initial model. The implementation of the sub-discretization tool is carried out. This method aims to enhance the use of grain classes in this model and allows for the conservation of the number of microstructure classes within restricted bounds. The identification of the parameters K_1, K_2, and K_L associated with recrystallization for the considered experimental data range is performed using the method outlined in this chapter. A preliminary analysis of the average grain size and recrystallized fraction predictions, is conducted compared to experimental data in the case of a simple thermomechanical deformation followed by a water quenching. This model is also compared to predictions obtained using the statistical microstructure representation proposed by Abbruzzese et al. with the constitutive laws of the Maire et al. model. Grain size distributions are analyzed, emphasizing good prediction of microstructural evolutions for a deformation rate of 0,01 s^{-1}. For higher deformation rates, the predictions differ significantly from experimental data. The differences in prediction between the two microstructural representations are also highlighted and discussed. The impact of the quench delay is observed, and the limitations of the nucleation description in the model are highlighted as the main sources of the observed discrepancies.

5.1 Introduction

Lors des travaux précédents de Maire *et al.* [67], le modèle a été validé en recristallisation dynamique discontinue en utilisant un acier 304L sur une gamme de vitesses de déformation restreinte, *i.e.* entre 0,01 et 0,1 s^{-1}. Ce chapitre s'attachera dans un premier temps à observer le comportement de ce modèle sur un acier 316L pour une gamme de vitesses de déformation plus étendue entre 0,01 et 10 s^{-1} après calibration. Il sera confronté aux données expérimentales du chapitre 3 ainsi qu'à un second modèle. Ce dernier emploie l'ensemble des lois constitutives associées au modèle de Maire *et al.* (migration des joints de grains, écrouissage et germination) avec une description de la microstructure empruntée au modèle d'Abbruzzese *et al.* (milieu statistique, probabilité de contact). Par abus de langage, nous continuerons par la suite à appeler ce modèle le modèle d'Abbruzzese *et al.*. Puis, à partir de ces résultats, une discussion sur les limites de ces modèles sera proposée.

En recristallisation dynamique discontinue, l'équation de migration des joints de grains de ces modèles est enrichie pour tenir compte à la fois de l'effet de capillarité comme en croissance de grains (4.15) mais également de l'énergie stockée sous forme de dislocations pendant la déformation plastique :

$$dR_i = \sum_{j=1}^{N_i} p_{(i,j)} dR_{(i,j)} = M \left[\sum_{j=1}^{N_i} p_{(i,j)} \left(\gamma \left(\frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i} \right) + \tau(\rho_j - \rho_i) \right) \right] dt, \tag{5.1}$$

avec M la mobilité des joints de grains, γ l'énergie de joints de grains, τ l'énergie par unité de longueur de dislocation, ρ_i et ρ_j les densités de dislocations respectives d'une classe de grains i et de sa classe voisine j, R_i et R_j les rayons représentatifs des classes de grains i et j et N_i le nombre de voisins de la classe de grains i.

Pour rappel, la loi d'écrouissage employée dans ce modèle est celle de Yoshie–Laasraoui-Jonas [87]. Elle traduit un écrouissage homogène dans l'ensemble de la microstructure. Ainsi, jusqu'à la germination, deux classes de grains voisines auront la même densité de dislocations $\rho_i = \rho_j$.

5.2 Calibration du modèle

La calibration du modèle de Maire *et al.* et du modèle d'Abbruzzese *et al.*, tout comme en régime de croissance de grains, passe par l'identification de paramètres matériau et numériques.

5.2.1 Identification des paramètres matériau

5.2.1.1 Identification de la mobilité des joints de grains

La mobilité des joints de grains caractérise la facilité de déplacement d'un joint de grains sous l'application d'une pression motrice. Cette mobilité est physiquement reliée à l'évolution de la microstructure conditionnée par le choix de l'équation de migration des joints de

grains du modèle considéré. Bien que lié à une définition physiquement motivée, ce paramètre est donc toujours modèle dépendant. La procédure d'identification est celle présentée et employée dans le chapitre 4 (cf. section 4.4) à partir des conditions expérimentales de traitement thermique rassemblées dans le tableau 3.6. Une loi d'Arrhenius est utilisée afin de décrire la dépendance en température de la mobilité :

$$M = M_0 e^{-\frac{Q_M}{RT}}, \tag{5.2}$$

avec M_0 et Q_M valant respectivement $9,73 \times 10^{-5}$ m^4.s^{-1}.J^{-1} et $2,13 \times 10^5$ J.mol^{-1}.

5.2.1.2 Identification des paramètres d'écrouissage K_1 et K_2

Dans ces modèles, l'évolution de la densité de dislocations est gouvernée par une équation du type Yoshie–Laasraoui–Jonas (cf. équation (2.95)) [87]. Elle se définit par un paramètre K_1 relié à la création de dislocations lors de l'écrouissage et par un paramètre K_2 traduisant l'annihilation des dislocations pendant la restauration. L'identification de ces paramètres est obtenue à partir des évolutions des grandeurs macroscopiques de contrainte et de déformation et en observant la taille de grains recristallisés moyenne. Ils ne sont donc pas dépendants du modèle utilisé. Trois étapes d'identification sont réalisées. Lors de la première étape, une estimation de ces paramètres est faite pour chaque condition thermomécanique rassemblée dans le tableau 3.7. Un affinement de ces valeurs est ensuite effectué afin de prédire la courbe de contrainte-déformation et la taille de grains recristallisés moyenne expérimentale. Enfin, des équations mathématiques sont mises en place afin d'obtenir leur description continue en fonction des grandeurs thermomécaniques $\dot{\varepsilon}$ et T. Seules les grandes étapes de cette identification sont illustrées dans cette section, plus de détails sont disponibles dans les travaux [18, 126].

Étape 1 : Une première estimation des paramètres K_1 et K_2

L'estimation de K_1 et K_2 est faite à partir des travaux de Jonas [91]. Jonas *et al.* définissent l'équation de contrainte d'écoulement au point particulier de saturation où les phénomènes de restauration et d'écrouissage se compensent parfaitement, permettant de relier cette contrainte à ces deux paramètres selon l'équation :

$$\sigma_s = \sigma_0 + M_T \alpha \mu b \sqrt{\frac{K_1}{K_2}}, \tag{5.3}$$

avec σ_0 définie graphiquement à partir des courbes contrainte-déformation à $\varepsilon = 0,2\%$.

À partir de l'équation (2.95) de l'évolution de la densité de dislocations de Yoshie–Laasraoui–Jonas et l'équation ci-dessus, on peut écrire l'équation décrivant le taux d'écrouissage associé à la courbe contrainte-déformation considérée :

$$\frac{d\Theta}{d\varepsilon} = \frac{M_T \alpha \mu}{2\sqrt{\rho}}(K_1 - K_2 \rho). \tag{5.4}$$

En multipliant par Θ l'équation (5.4) puis en utilisant l'équation de Taylor (2.99) et enfin en introduisant la contrainte d'écoulement de saturation, on obtient l'équation suivante :

$$\Theta\frac{d\Theta}{d\varepsilon} = 0,5K_2(\sigma_s - \sigma_0)^2 - 0,5K_2\Theta^2. \tag{5.5}$$

K_2 et σ_s peuvent alors être obtenus graphiquement en traçant $\Theta\frac{d\Theta}{d\varepsilon}$ en fonction de Θ^2 comme illustré dans la figure 5.1. Une valeur de K_1 est ensuite déduite à partir de l'équation de Jonas (5.3) :

$$K_1 = \frac{\sigma_s - \sigma_0}{M_T\alpha\mu b}K_2. \tag{5.6}$$

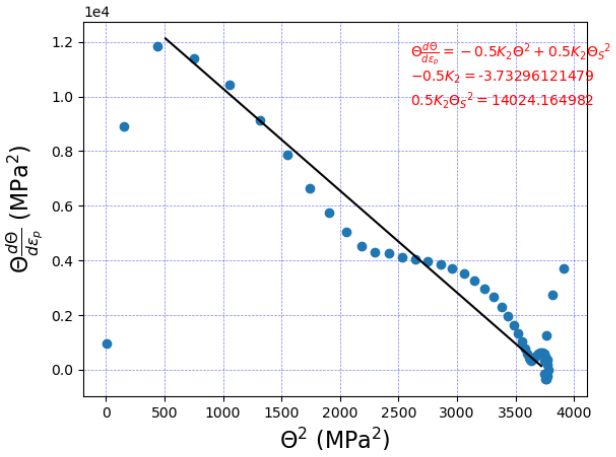


Figure 5.1 – Estimation du paramètre K_2 à partir de l'équation (5.5) à 1000°C, $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1} et $\varepsilon_l = 1{,}35$.

Ces premières valeurs de K_1, K_2 et σ_0 permettent de tracer une première courbe contrainte/déformation à l'aide de l'équation (2.95) et de la comparer avec la courbe expérimentale.

Étape 2 : Raffinement des valeurs des paramètres K_1 et K_2

L'emploi de la méthode de Jonas comme première estimation permet de se rapprocher d'une valeur physique pour les paramètres K_1 et K_2 qui sont ensuite ajustés manuellement pour s'approcher de la courbe expérimentale comme dans la figure 5.2 tout en s'assurant d'une taille de grains recristallisés moyenne cohérente (affichée en bas à droite de l'image). Cette figure illustre l'outil python utilisé pour cette étape et développé par B. Flipon. La prédiction initiale correspond à la courbe contrainte-déformation en orange obtenue en considérant les valeurs précédemment estimées des paramètres σ_0, K_1, K_2. Celle-ci est comparée aux données expérimentales (courbe bleue). La courbe orange donnée par la loi d'écrouissage peut alors être ajustée par rapport à la courbe expérimentale par déplacements manuels des curseurs des valeurs des paramètres précédents jusqu'à l'obtention de paramètres "optimaux". Cette notion de paramètre "optimaux" restent cependant ici visuels car il n'y a en effet pas forcément unicité des différents paramètres pouvant mener à une erreur L^2 minimale qu'il n'est pas non plus possible de déterminer de manière exacte. Les résultats obtenus par cette procédure sont également très dépendants de la qualité des données expérimentales.

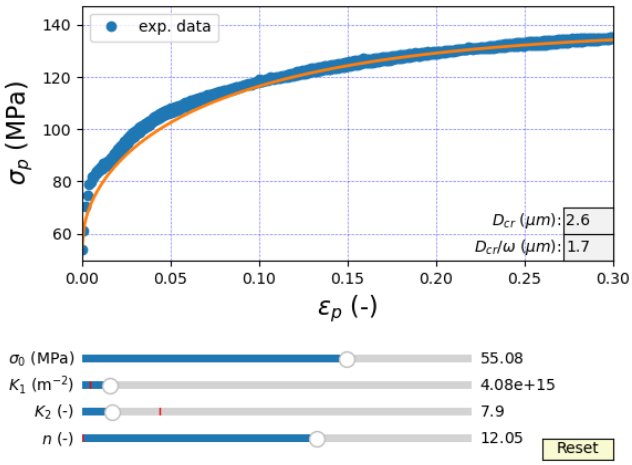


Figure 5.2 – Raffinement manuel des paramètres K_1 et K_2 et σ_0 à partir de données expérimentales à 1000°C, $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1} et $\varepsilon = 1{,}35$. Le paramètre n permet de passer d'une valeur de densité de dislocations locale (proche du joint de grains qui est plus élevée) à une valeur moyenne de densité de dislocations que l'on utilise pour tracer la courbe macroscopique orange [18].

Étape 3 : Définition d'équations mathématiques pour K_1 et K_2

Afin de permettre une description continue de K_1 et K_2, des équations mathématiques sont utilisées pour décrire leurs évolutions selon les grandeurs thermomécaniques T et $\dot{\varepsilon}$.

Les formes suivantes d'équations ont été sélectionnées :

$$K_1 = (a_1 Z^{b_1}) \quad \text{et} \quad K_2 = (a_2 T + b_2)\dot{\varepsilon}, \tag{5.7}$$

avec Z le paramètre de Zener–Hollomon, $a_1 = 6,65 \times 10^{12}$ $s.m^{-2}$, $b_1 = 2,92 \times 10^{-1}$, a_2=0,02 $s.(°C)^{-1}$ et b_2=-12 s.

5.2.2 Identification des paramètres numériques

5.2.2.1 Identification du paramètre K_L

Dans le modèle de Maire *et al.* la germination est décrite par le calcul d'un volume total disponible à la germination au temps t, $V_{nucl_t}^{disp}$, selon l'équation (2.97). Il dépend d'un paramètre K_L exprimant la modulation du nombre de germes global par unité de temps. Il illustre le passage du cas idéal où toutes les surfaces de joints de grains (représentées par S_{cr}) ont atteint le seuil critique de germination à celui où seulement une portion l'a atteint. K_L est physiquement relié à la cinétique de recristallisation du matériau employé. Sa valeur est donc définie dans un premier temps manuellement pour chaque condition thermomécanique afin d'obtenir une cinétique de recristallisation simulée proche de la cinétique expérimentale. Comme pour K_1 et K_2 il est important de déterminer une loi mathématique d'évolution de K_L en fonction des grandeurs thermomécaniques afin de permettre sa description continue

et une utilisation par interpolation au sein des plages de températures et de vitesses de déformation considérées. Une forte dépendance à la vitesse de déformation est observée pour le paramètre K_L. Une dépendance plus faible à la température est également notable, traduisant l'activation thermique du phénomène de germination et sa probabilité plus favorable lorsque la densité de dislocations est plus importante. La forme d'équation suivante est choisie :

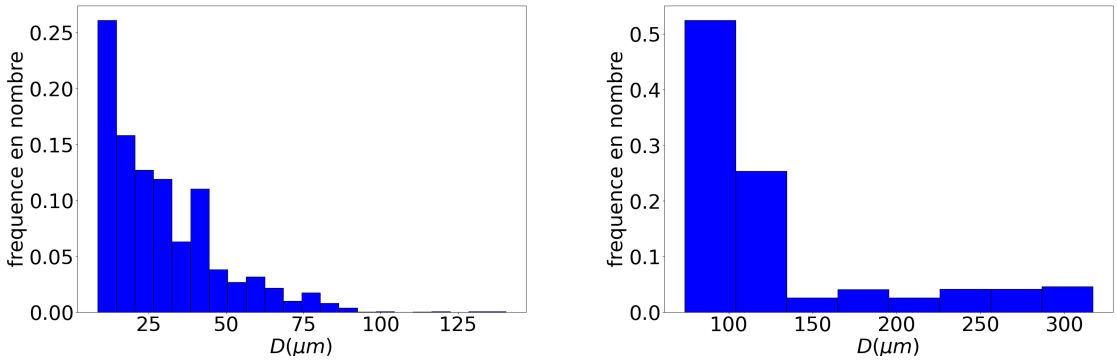
$$K_L = (ae^{Tb})\dot{\varepsilon}^c, \tag{5.8}$$

avec a=$5,54 \times 10^{-13}$ m, b=$1,60 \times 10^{-2}$ $(°C)^{-1}$ et c=1,25.

5.2.2.2 La sous-discrétisation : un outil d'optimisation

La méthode

Dans l'étude en croissance de grains proposée dans le chapitre 4, une partie de la discussion s'est portée sur l'obtention de données simulées statistiquement représentatives des données expérimentales. On a en effet déterminé le nombre de classes de grains initiales nécessaires afin d'obtenir un nombre de classes à la fin de la simulation qui soit représentatif d'une distribution expérimentale. Le phénomène de croissance de grains a tendance à faire disparaître des grains au profit d'une augmentation de la taille de grains moyenne, comme décrit en détail dans la section 1.2. Numériquement, dans le modèle initial de Maire *et al.*, aucun paramètre ne permettait de prendre en compte la notion de représentativité statistique de la microstructure. Il est donc possible d'obtenir une microstructure en fin de simulation de traitement thermique composée de quelques classes de grains et n'étant donc plus suffisamment discrétisée par rapport à des données expérimentales. La figure 5.3 illustre l'exemple d'une simulation composée initialement d'une distribution de 22 classes de grains. Après un traitement thermique de deux heures à 1100°C, la distribution obtenue est pauvrement décrite puisque uniquement composée de 8 classes de grains.



(a) (b)

Figure 5.3 – (a) Distribution de tailles de grains initiale donnée en entrée du modèle de Maire *et al.*, (b) Distribution de tailles de grains obtenue après une simulation de 2 h de traitement thermique à 1100°C.

Pour éviter ce problème numérique, une méthode dite de sous-discrétisation a été mise en place. Considérons une distribution initiale composée de n classes dont la représentativité statistique est faible. La sous-discrétisation consiste à regénérer une distribution avec un nombre de classes plus important à partir de la distribution initiale tout en conservant la forme de la distribution. Cette méthode ne permet pas de conserver le volume total du système qui est donc mis à jour. Elle est dirigée par deux paramètres : le nombre de classes seuil N_{min} à partir duquel la sous-discrétisation est activée et le nombre de classes de grains N_{max} obtenu après son utilisation. Ce processus interroge le nombre de classes de grains du système à chaque pas de temps d'une simulation, si N_{min} est atteint alors la distribution est sous-discrétisée pour viser un nombre N_{max} de classes. Un ratio de sous-discrétisation est alors mis en place entre ces deux valeurs $r = \frac{N_{max}}{N_{min}}$ et on impose que r soit toujours pair.

Chaque classe de grains est caractérisée par six des attributs microstructuraux : D_i, η_i, ρ_i et le type de grains considéré (RX, NR ou Germes (G)). Les deux dernières caractéristiques sont reliées à l'historique de germination : le volume de germes total créé sur la classe de grains i depuis sa création jusqu'au pas de temps courant, $\sum_{t=t_c}^{t_n} V_{nucl_{(i,t)}}^{disp}$ (cf. équation 2.86), et le volume disponible à la germination sur la classe de grains i au temps t, $V_{nucl_{(i,t)}}^{disp}$.
Les fréquences en nombre associées aux classes de la nouvelle distribution sont générées par interpolation linéaire entre deux classes de la distribution préexistante selon l'équation 5.9. Les figures 5.4a et 5.4b illustrent les différentes étapes de cette interpolation lors d'une sous-discrétisation pour un ratio $r = 4$. Le ratio $\frac{1}{r}$ est appliqué à la nouvelle valeur de fréquence définie η_{j_0} pour respecter la fonction de densité de probabilité et obtenir η_j selon l'équation (5.9). Quatre nouvelles classes j, $j+1$, $j+2$ et $j+3$ sont créées à partir des classes i et $i+1$ avec les diamètres D_j, D_{j+1}, D_{j+2} et D_{j+3} répartis de manière équidistante entre D_i et D_{i+1}. Les autres attributs associés à ces classes ρ_j, $\sum_{t=t_c}^{t_n} V_{nucl_{(j,t)}}^{disp}$ et $V_{nucl_{(j,t)}}^{disp}$ se font par héritage des classes initiales tel que j et $j+1$ prennent les valeurs de i et $j+2$ et $j+3$ les valeurs de $i+1$. Le type de grain est également attribué par héritage mais uniquement de deux classes initiales, i et $i+1$, de même type. Dans le cas d'une distribution partiellement recristallisée composée de grains recristallisés et non recristallisés, la distribution initiale est rangée dans l'ordre croissant et par type de grains préalablement à l'activation de la méthode. La méthode est alors appliquée sur chaque type de grains séparément. Cette étape permet alors un héritage sans conflit, puisque les deux classes initiales adjacentes sont toujours issues du même type de grains.

$$\eta_j = \frac{D_j\left(\eta_{i+1} - \eta_i\right) + \eta_i D_{i+1} - \eta_{i+1} D_i}{\left(D_{i+1} - D_i\right)} \times \frac{1}{r}, \tag{5.9}$$

avec η_j la valeur de la fréquence en nombre considérée après interpolation pour la nouvelle classe de grains j, D_j la valeur de diamètre de la nouvelle classe de grains j, D_i et D_{i+1} les valeurs des diamètres des classes de grains i et $i+1$ de la distribution initiale et η_i et η_{i+1} les valeurs de la fréquence en nombre considérée avant interpolation pour les classes de grains i et $i+1$ de la distribution initiale et r le ratio de sous-discrétisation.

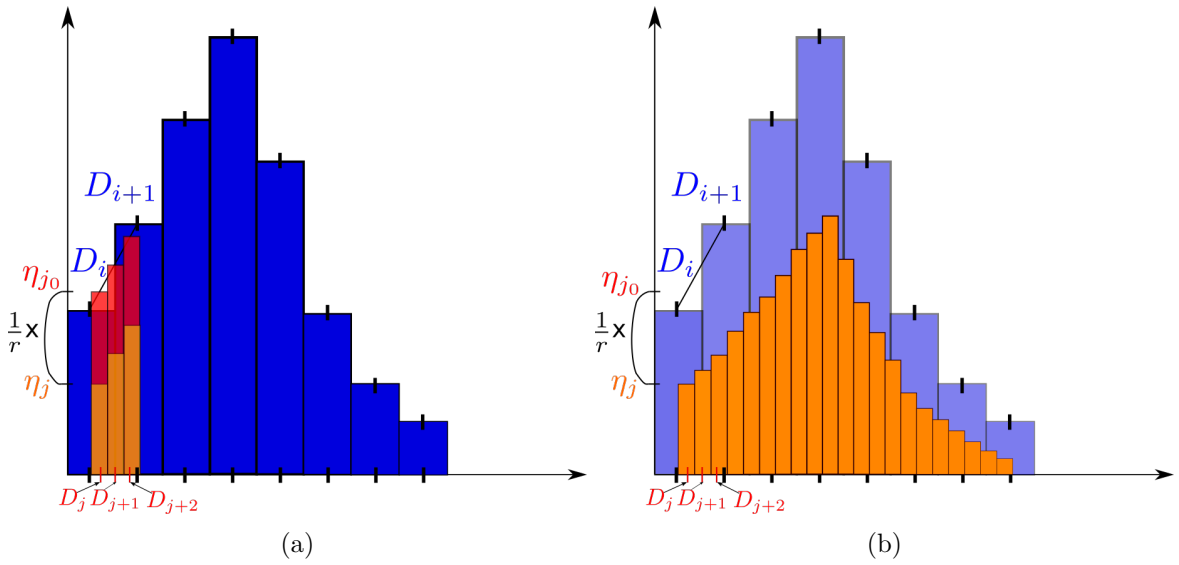


Figure 5.4 – Étapes du processus de sous-discrétisation d'une distribution de tailles de grains.

Le choix des paramètres de sous-discrétisation N_{min} et N_{max}

D'après les études de convergence du chapitre 4 (cf. section 4.5.1) une distribution peut être considérée comme statistiquement représentative si 200 classes de grains sont encore présentes en fin de simulation de croissance de grains comme illustré dans la figure 4.8 par le trait en pointillés. Afin d'obtenir cette valeur finale représentative, un nombre de classes initiales minimum de 500 classes étaient nécessaires, toujours selon la figure 4.8. Dans le cadre actuel, avec l'ajout de cette méthode de sous-discrétisation, on peut alors considérer qu'il ne faut jamais descendre en dessous de 200 classes de grains pour conserver la représentativité en fixant $N_{min} = 200$. On vise alors un rapport $r = 2$ avec $N_{max} = 400$. Ces valeurs de N_{min} et N_{max} sont cependant librement modulables par l'utilisateur.

5.3 Étude de comportement du modèle de Maire *et al.* sur une large gamme de vitesses de déformation

Les modèles de Maire *et al.* et d'Abbruzzese *et al.* sont ici testés et comparés dans le cas du phénomène de recristallisation dynamique discontinue pour toutes les conditions testées expérimentalement dans le chapitre 3 sur la gamme de vitesses de déformation 0,01 s^{-1} à 10 s^{-1} avec les paramètres identifiés précédemment. La taille de grains moyenne (MGS) et la fraction recristallisée f_{RX} s'attacheront à illustrer les évolutions à l'échelle mésoscopique. Une comparaison des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et en fraction volumique selon la méthode énoncée dans le chapitre 4 (cf. section 4.3.1) est proposée. Toutes les distributions exposées dans cette partie correspondent au niveau de déformation nominal de 1,35.

Le chemin thermomécanique suivi pour chaque condition est illustré en figure 5.5. La distri-

bution initiale d'entrée des modèles est issue des données expérimentales après un traitement thermique de 30 min à la température de déformation à chaud. La simulation est composée d'une passe de déformation à la vitesse de déformation nominale $\dot{\varepsilon}_n$ et à la température nominale T_n suivie d'un temps avant trempe t_{trempe} modélisé par un maintien en température. Le délai avant trempe moyen pour l'ensemble des conditions est de 1 s. La trempe est ici supposée instantanée (sur les données expérimentales les trempes sont réalisées à l'eau). La distribution de tailles de grains simulée obtenue à la suite de cette trempe est utilisée pour les comparaisons avec les données expérimentales.

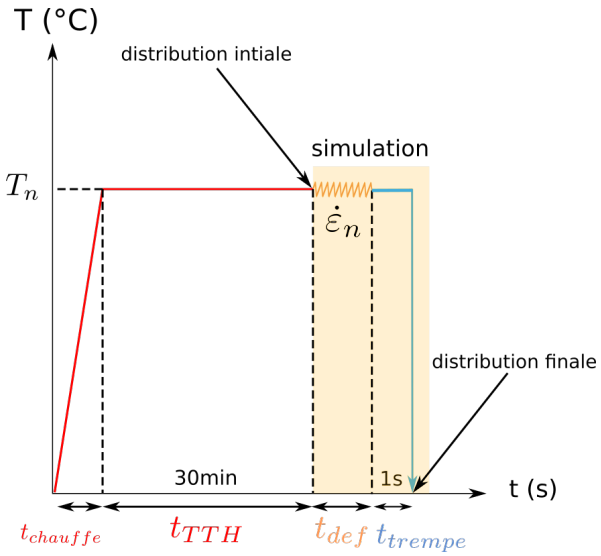


Figure 5.5 – Schématisation du chemin thermomécanique simulé au cours d'une passe de déformation mécanique afin de simuler le phénomène de recristallisation dynamique discontinue.

5.3.1 Analyse globale de l'évolution des grandeurs de tailles de grains moyenne et de fractions de grains recristallisés

Les figures 5.6a, 5.6b, 5.6c regroupent les évolutions de tailles de grains moyenne (MGS) et les cinétiques de fraction recristallisée f_{RX} de toutes les conditions thermomécaniques selon la température.
En recristallisation dynamique discontinue, le phénomène de germination tend à faire baisser drastiquement la taille de grains moyenne par la création de germes comme reproduit par les modèles. La taille de grains moyenne est fortement conditionnée par la taille des germes créés à chaque pas de temps. La taille du germe est identique pour une condition thermomécanique donnée et suit le critère de Bailey–Hirsh [44]. Elle est donc proportionnelle à la densité de dislocations critique ρ_{cr} définie par l'équation (2.72), elle même dépendante des paramètres K_1 et K_2. L'ensemble de la microstructure est également soumis à la croissance de grains favorisée par la température et de longs temps de déformation en particulier pour de faibles vitesses de déformation transcrivant avec cohérence les observations expérimentales.

La cinétique de recristallisation est fortement dépendante de l'identification du paramètre

K_L et donc de la loi choisie pour sa représentation continue. Les modèles ne corrèlent donc pas parfaitement avec les données expérimentales en tous points par ce choix de travailler avec une loi continue. Cependant, celle-ci permet une évolution cohérente de la cinétique de recristallisation qui est observée par rapport aux conditions thermomécaniques imposées. La surestimation de la valeur de fraction recristallisée principalement observée aux hautes vitesses de déformation est le résultat de plusieurs effets. Elle dépend du choix de la loi sur le paramètre K_L mêlée à la possible surestimation de la taille de germes à ces vitesses par le critère de Bailey-Hirsch et de l'effet de croissance post-dynamique modélisée après la déformation sur cette population de germes à taille unique.

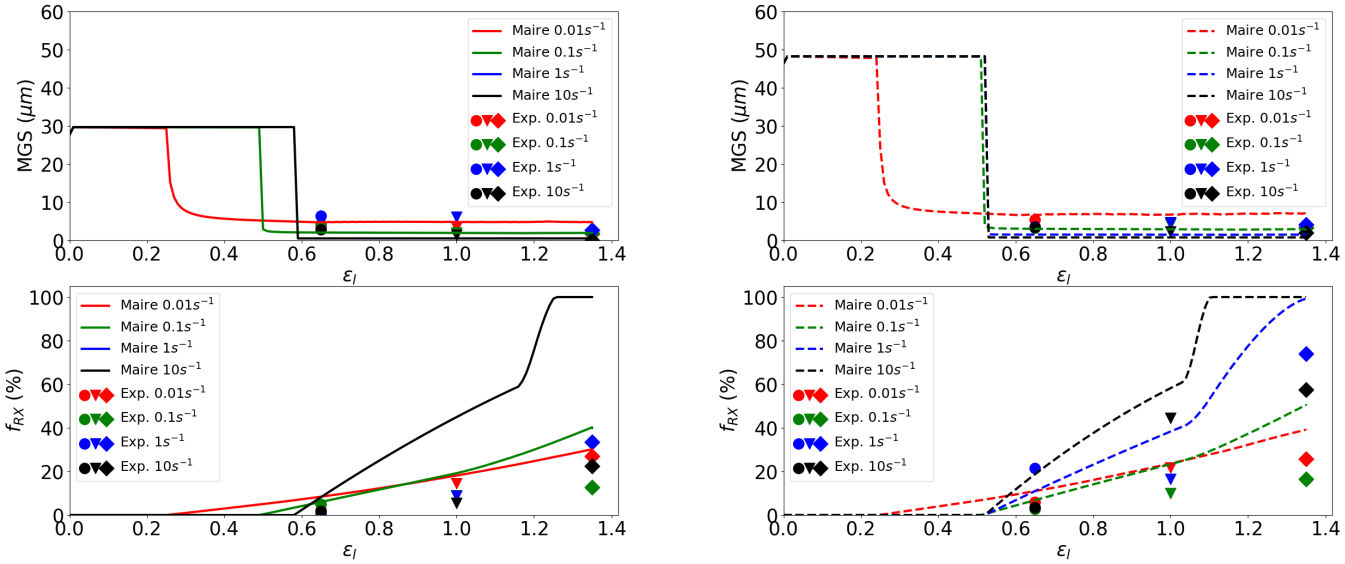
5.3.2 Analyses des distributions de tailles de grains à basse vitesse de déformation

Observons dans un premier temps les distributions de tailles de grains à basse vitesse de déformation (0,01 s^{-1}) illustrées dans la figure 5.7 pour les températures de 1000°C, 1050°C et 1100°C puis leur corrélation avec les évolutions des grandeurs de la section précédente. Les distributions de tailles de grains des deux modèles reproduisent les tendances générales des données expérimentales.

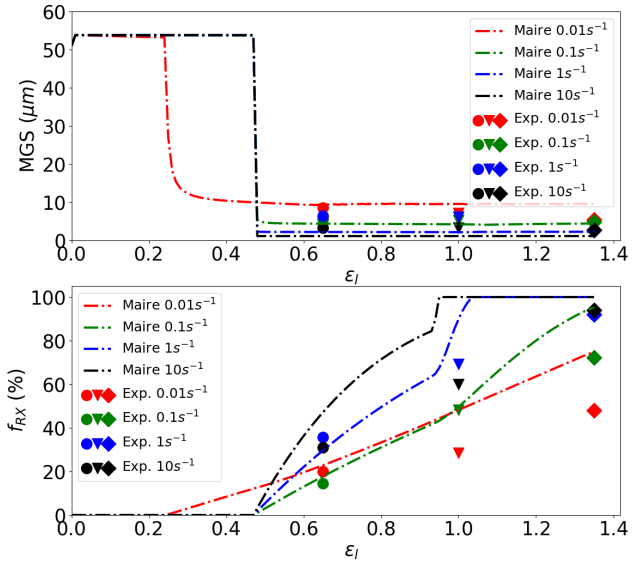
Cependant, les queues de distributions prédites en représentation volumique présentent des valeurs beaucoup plus importantes que celles obtenues expérimentalement. Les classes de grains se trouvant dans ces queues de distributions correspondent à des grains non recristallisés de la distribution initiale. Il s'agit donc de gros grains avec une faible fréquence en nombre mais dont la présence est exacerbée par la représentation volumique. Cette différence avec les données expérimentales s'explique par deux facteurs.
Selon la représentativité statistique des distributions expérimentales utilisées en entrée et des distributions expérimentales après déformation, les résultats obtenus vont varier.
Une des hypothèses fortes de ces modèles est également de considérer une valeur de densité de dislocations moyenne par grain. Expérimentalement, les grains déformés présentent un fort gradient de densité de dislocations avec une concentration importante proche des joints de grains incitant alors la croissance des grains recristallisés les entourant et favorisant la disparition de ces grains non recristallisés. Les modèles ont alors une tendance plus forte que la réalité à conserver plus longtemps ces grains non recristallisés provoquant ainsi la persistance d'une queue de distribution plus longue.

Un zoom sur la distribution des petites classes de grains est effectué dans la représentation en fréquence en nombre dans la figure 5.7, cela donnant un aperçu de la distribution des grains recristallisés participant à la microstructure. Ces distributions obtenues par simulation présentent une dispersion plus faible que les données expérimentales sur ces petites classes de grains. Le modèle d'Abbruzzese *et al.* présente également des distributions légèrement moins étendues que le modèle de Maire *et al.* sur cet aspect.

La figure 5.8 affiche la comparaison pour ces trois cas à 0,01 s^{-1} des distributions de tailles



(a) (b)



(c)

FIGURE 5.6 – Évolution en fonction du niveau de déformation de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} pour la plage de vitesse de déformation de 0,01 s^{-1} à 10 s^{-1} (a) à 1000°C, (b) à 1050 °C et (c) à 1100°C.

de grains recristallisés confirmant les observations précédentes. La germination est gérée de la même manière dans ces modèles donc des germes de tailles identiques apparaissent à chaque pas de temps dans les deux cas. Cependant, la prise en compte d'un voisinage en partie déterministe dans la migration des joints de grains dans le modèle de Maire *et al.* peut favoriser la croissance des nouveaux grains recristallisés. Plus précisement, la prise en compte de l'historique lors de la construction du voisinage au travers des poids topologiques dans le calcul de la probabilité de contact crée des voisinages favorables à la croissance des grains recristallisés. En effet, les grains déformés se retrouvent avec un voisinage exclusivement composé de grains recristallisés dont la probabilité de contact est avantagée par les poids topologiques. Ce type de construction est alors à l'avantage de la croissance des grains recristallisés. La tendance inverse est observée dans le modèle d'Abbruzzese *et al.* avec une décroissance de ces nouveaux grains.

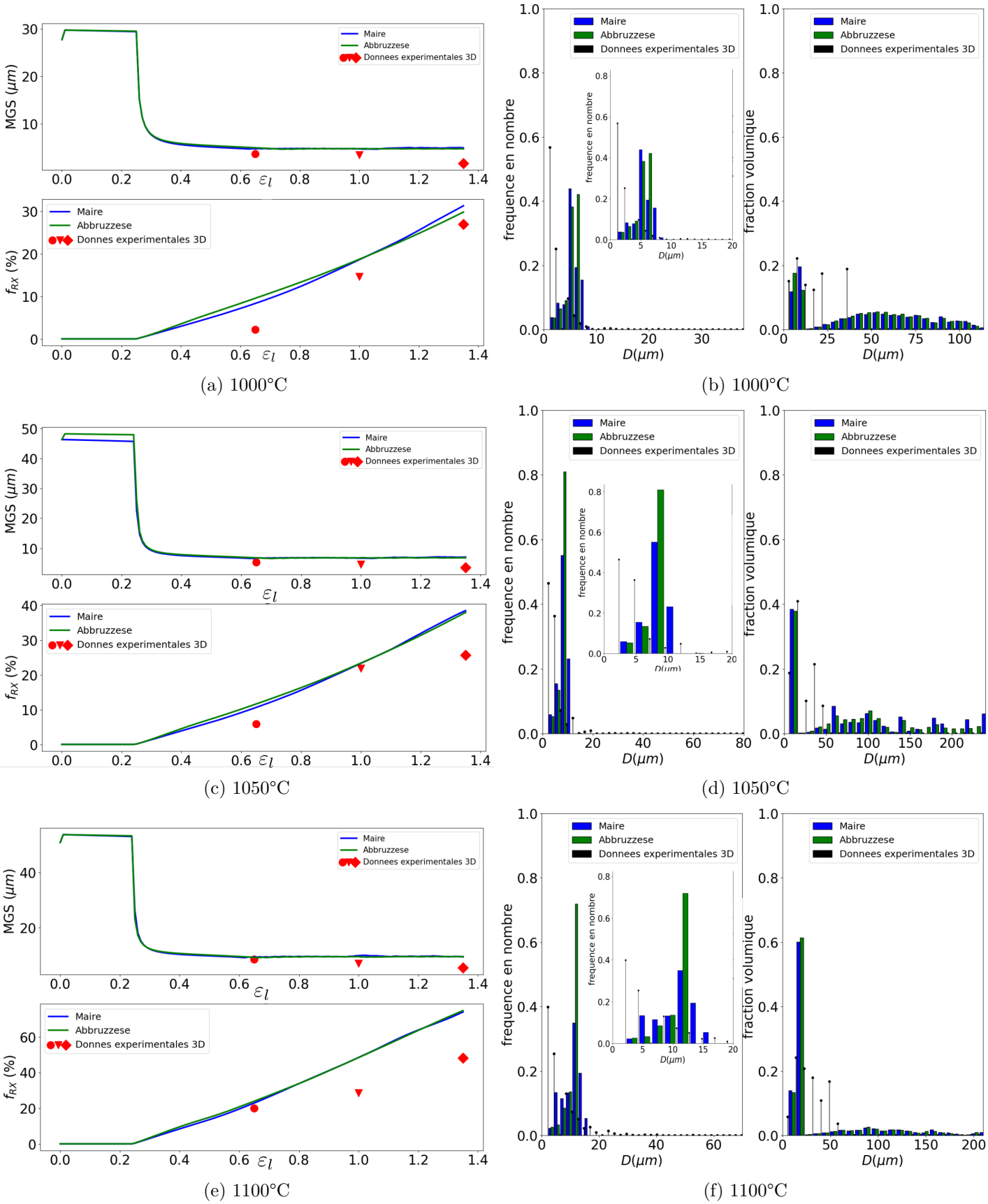
Les différences résultant des échanges lors de la migration des joints de grains impactent également le calcul du volume disponible à la germination. Ce volume est directement proportionnel à la surface des joints de grains pour une même loi de K_L. Ces observations expliquent donc les légères variations de cinétiques de recristallisation et de la taille de grains moyenne observées dans les évolutions en fonction de la déformation entre les deux modèles.

5.3.3 Analyses des distributions de tailles de grains à hautes vitesses de déformation

L'analyse de l'évolution des comportements des modèles selon la vitesse de déformation est faite à la température de 1100°C et illustrée dans la figure 5.9. Cette température a été sélectionnée pour observer clairement l'effet de la vitesse de déformation sur les résultats, car elle correspond aux plus grandes différences observées entre les deux modèles.

En comparant les évolutions en fonction de la déformation de la taille de grains moyenne et de la fraction recristallisée, on note une bonne prédiction globale de la cinétique de recristallisation malgré quelques écarts autour de 1 de déformation avec un changement de pente associé à une accélération soudaine de la cinétique. Cet effet numérique se déclenche lorsque les plus gros grains déformés disparaissent de la distribution. La fraction recristallisée étant calculée volumiquement, la disparition de gros grains avec de faibles fréquences en nombre impacte donc fortement la valeur de la fraction recristallisée. La cinétique de recristallisation accélère avec l'augmentation de la vitesse de déformation, conduisant ainsi à des structures plus fortement recristallisées. Les prédictions de tailles de grains moyennes restent cependant cohérentes avec les données expérimentales.

La vitesse de déformation impacte cependant fortement les prédictions de distributions de tailles de grains des modèles. En observant les distributions de tailles de grains, on peut constater une dispersion très limitée, voire des distributions qui se restreignent à une seule classe de grains lorsque la microstructure est fortement recristallisée. Cette prédiction s'écarte significativement des données expérimentales qui présentent des distributions beaucoup plus

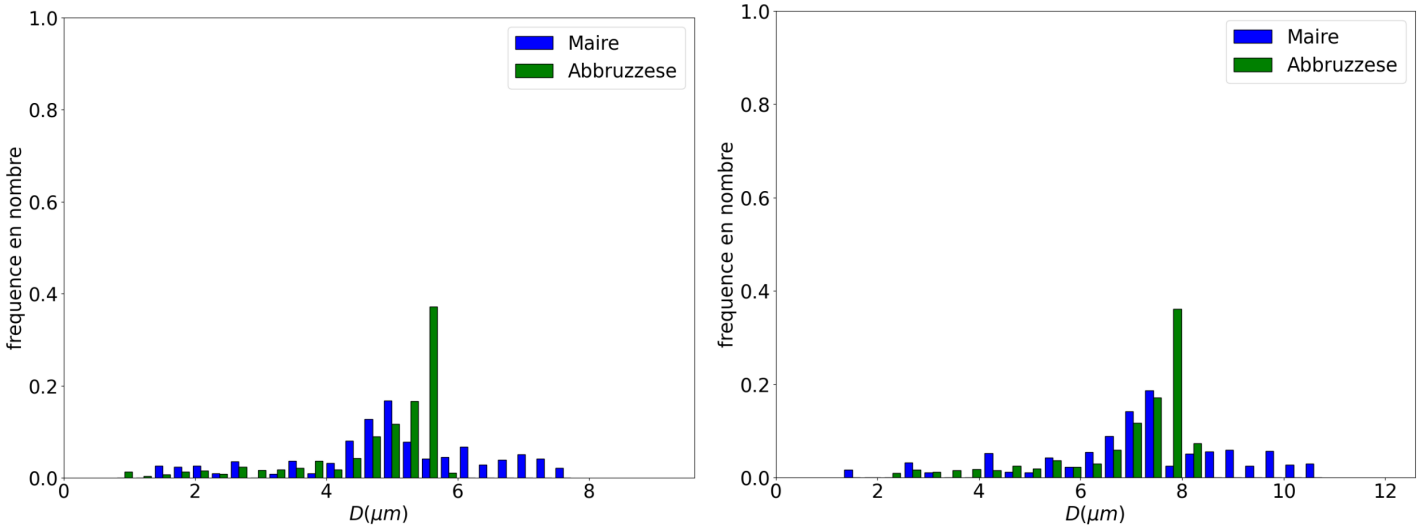


(a) 1000°C (b) 1000°C

(c) 1050°C (d) 1050°C

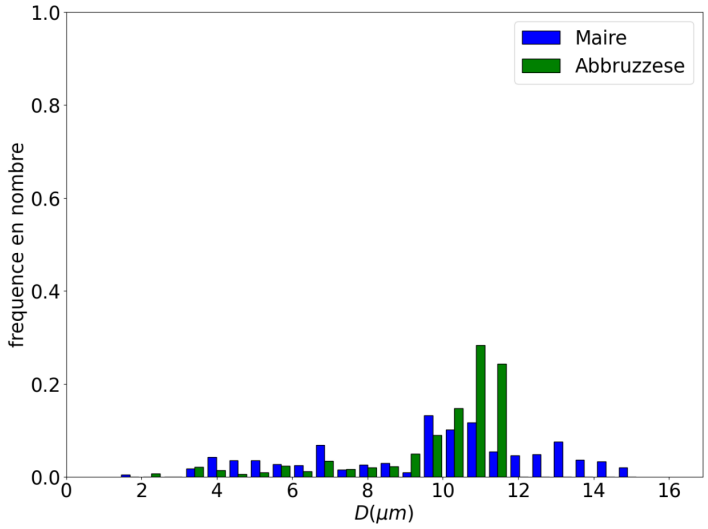
(e) 1100°C (f) 1100°C

Figure 5.7 – Comparaisons des évolutions de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} en fonction de la déformation et comparaisons des distributions de tailles de grains pour un niveau de déformation 1,35 en fréquence en nombre et en fraction volumique entre les prédictions des modèles de Maire *et al.*, d'Abbruzzese *et al.* et les données expérimentales (a)(b) à 1000°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1}, (c)(d) à 1050°C, $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1} et (e)(f) à 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1}.



(a) 1000°C
label$1000_001_c ompa_d istrib_R X_1 35$

(b) 1050°C
label$1050_001_c ompa_d istrib_R X_1 35$



(c) 1100°C
label$1100_001_c ompa_d istrib_R X_1 35$

Figure 5.8 – Comparaisons des distributions de tailles de grains recristallisés en fréquence en nombre pour les modèles de Maire *et al.* et d'Abbruzzese *et al.* à (a) 1000°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1}, (b) 1050°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1} et (c) 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 0{,}01$ s^{-1}.

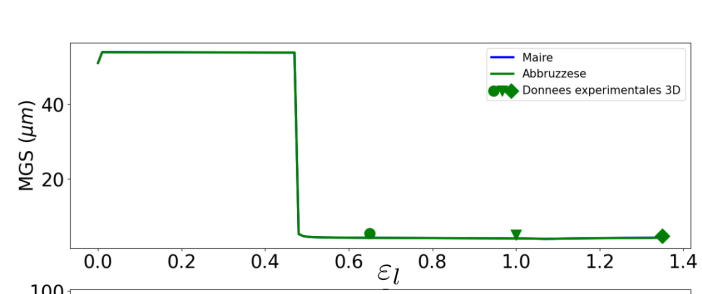
larges comme présenté dans les figures 5.9b, 5.9d et 5.9f. À la température considérée, cette tendance apparaît de manière évidente à partir de la vitesse de déformation de 0,1 s^{-1}.

À chaque pas de temps, lorsque le seuil de recristallisation est dépassé, le modèle ajoute une classe de germe unique de rayon R_{cr} (cf. section 2.4.2.6) associée à une fréquence η_G (cf. section 2.4.2.6). La cinétique de recristallisation est favorisée par l'augmentation de la vitesse de déformation comme décrit précédemment. La distribution va alors se retrouver composée uniquement de l'ajout de ces classes de germes dont la taille n'aura pas ou peu le temps d'évoluer pendant le temps de déformation. Les faibles dispersions observées dans les distributions de tailles de grains sont permises à ces vitesses par le temps avant trempe post-déformation de 1 s pris en compte dans les simulations. Pendant cette période, par le phénomène de recristallisation métadynamique, les derniers germes créés pendant la déformation vont croître et donc apporter cette dispersion dans la distribution de tailles de grains. Plus la vitesse de déformation augmente, plus le temps avant trempe devient grand devant le temps de déformation. On analyse l'impact de l'effet du temps avant trempe avec la vitesse de déformation dans la figure 5.10.
On y représente les quatre vitesses de déformation de 0,01 s^{-1} à 10 s^{-1} à 1100°C et on compare les distributions des deux modèles directement à la fin de la déformation et à la suite du temps de maintien de 1 s avant trempe. À basse vitesse (0,01 s^{-1}), la trempe a très peu d'effet sur les distributions de tailles de grains pour les deux modèles. La dispersion observée est donc uniquement due à la croissance de grains ayant le temps de se mettre en place durant le temps de déformation. À 0,1 s^{-1} l'effet de la trempe reste faible et augmente légèrement à 1 s^{-1}. Dans ces deux cas, la dispersion avant ou après la trempe reste très limitée. En revanche, à partir de 10 s^{-1} la tendance s'inverse. On note un réel impact du temps avant trempe sur la dispersion de la distribution de tailles de grains. En effet, le temps passé entre la fin de la déformation et la trempe effective est sept fois plus long que le temps de déformation. L'effet post-dynamique est donc beaucoup plus marqué notamment sur la distribution de tailles de grains comme observé expérimentalement.

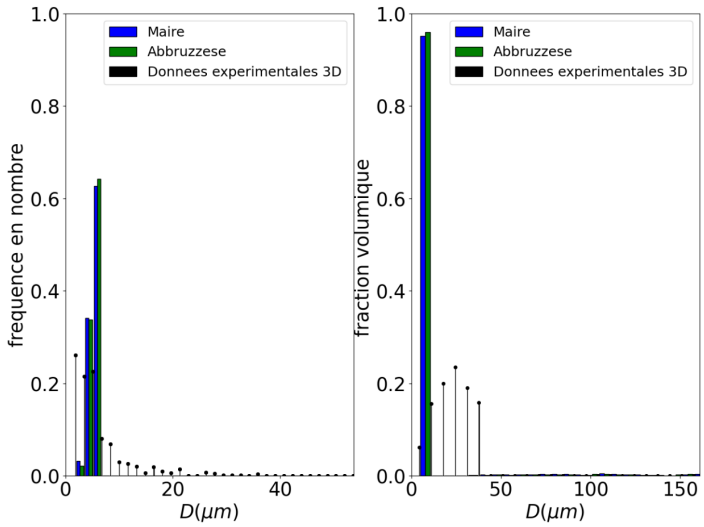
À ces vitesses, les résultats obtenus par le modèle d'Abbruzzese *et al.* présentent des résultats très proches de ceux proposés par le modèle de Maire *et al.*. En effet, les mêmes lois constitutives concernant la germination sont employées. Les distributions étant majoritairement constituées par des classes de germes de par les valeurs élevées de fraction recristallisée, l'effet de la description de la microstructure sur les distributions de classes de grains est gommé devant l'accumulation des classes de germes créées à chaque pas de temps.

5.3.4 Discussion générale sur le modèle de Maire *et al.*

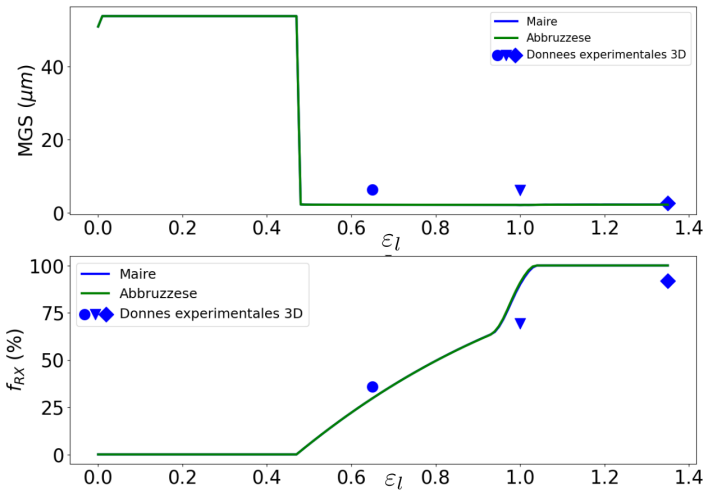
Le modèle de Maire *et al.* se veut être un modèle à champ moyen permettant d'introduire de la topologie. La méthode utilisée dans ce modèle est fortement inspirée des modèles à champ complet notamment par la volonté d'utiliser un voisinage déterministe et bijectif. Cependant, il conserve également l'idée de champ moyen avec l'emploi de classes de grains et



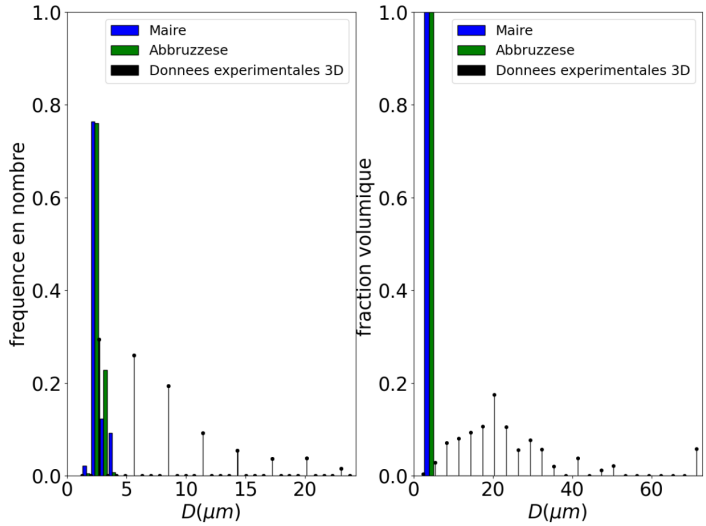
(a) $0{,}1s^{-1}$



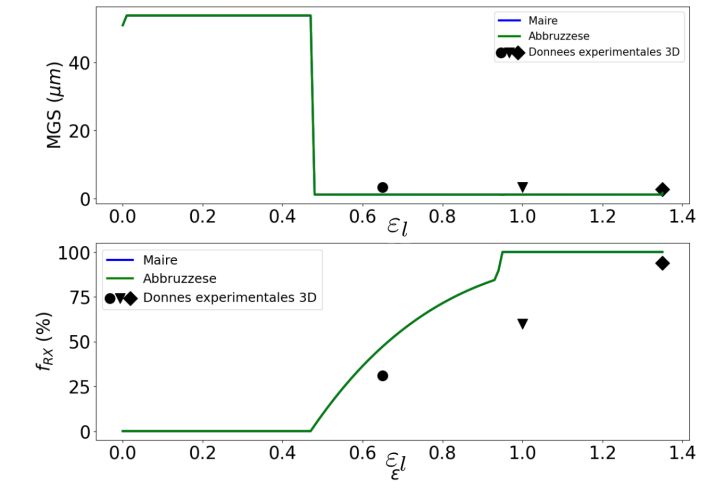
(b) $0{,}1s^{-1}$



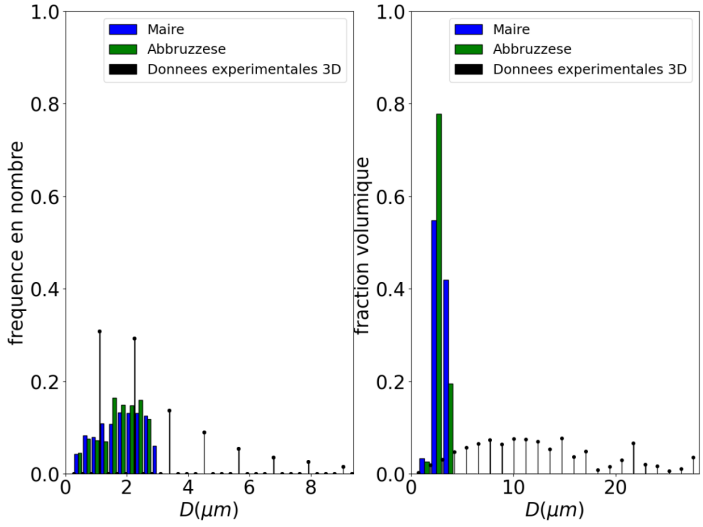
(c) $1s^{-1}$



(d) $1s^{-1}$

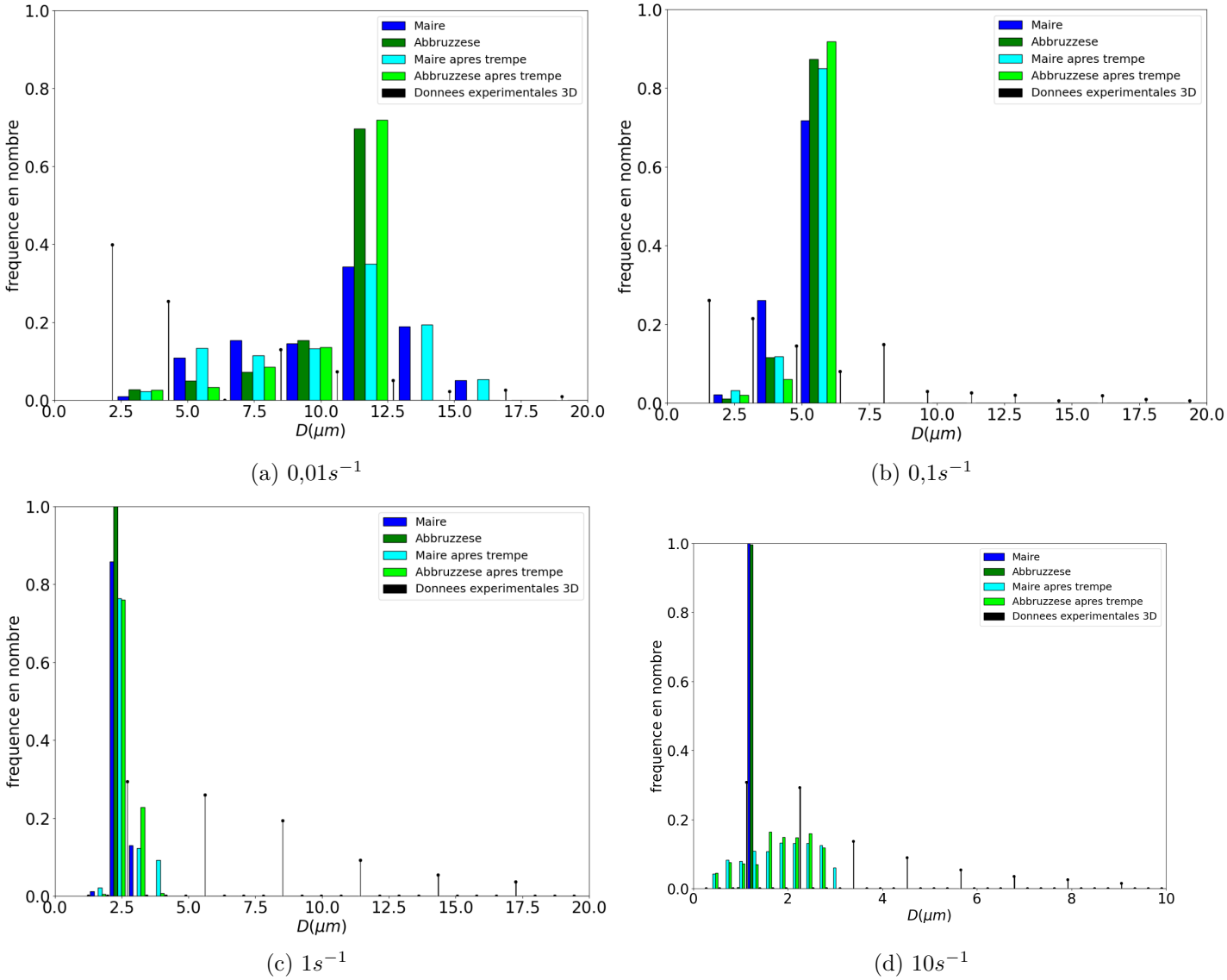


(e) $10s^{-1}$



(f) $10s^{-1}$

FIGURE 5.9 – Comparaisons des évolutions de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} en fonction de la déformation et distributions de tailles de grains au niveau de déformation 1,35 en fréquence en nombre et en fraction volumique entre les modèles de Maire *et al.*, d'Abbruzzese *et al.* et les données expérimentales à 1100°C (a)(b) $\dot{\varepsilon} = 0{,}1$ s^{-1}, (c)(d) $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{-1} et (e)(f) $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{-1}.



(a) $0{,}01s^{-1}$

(b) $0{,}1s^{-1}$

(c) $1s^{-1}$

(d) $10s^{-1}$

Figure 5.10 – Comparaison de l'effet de temps avant trempe sur les distributions de tailles de grains pour les modèles de Maire *et al.* et d'Abbruzzese *et al.* à 1100°C et (a) 0,01 s^{-1}, (b) 0,1 s^{-1}, (c) 1 s^{-1} et (d) 10 s^{-1}.

de statistique par l'utilisation de probabilités de contact.
Ce modèle se retrouve alors à la limite entre les deux types de modèles en ayant l'avantage d'apporter une certaine topologie et un historique de la germination sur les grains, mais avec aussi certains désavantages de travailler avec une méthode hybride. Le nombre de classes employées pour un fonctionnement optimal de ce modèle comme discuté précédemment est beaucoup plus élevé que le nombre de classes garantissant une bonne représentativité statistique expérimentale (habituellement compris entre 20 et 30 classes). L'intérêt premier d'un nombre important de classes est d'obtenir en fin de simulation une réponse stable et avec une bonne représentativité statistique vis-à-vis des données expérimentales, mais également de permettre un voisinage suffisamment représentatif pour l'ensemble des classes lors de la construction du voisinage (car différent pour chaque classe comme discuté dans les sections 2.4.2.6 et 4.6.2.1). En cela, on reconnaît l'inspiration des modèles à champ complet travaillant avec des listes de grains. Les classes de grains utilisées dans ce modèle ne sont donc pas réellement utilisées au même titre que ce à quoi on s'attendrait dans un modèle à champ moyen si l'on recherche des résultats optimaux.

Il est possible que l'effet de persistance des queues de distribution soit également un effet du modèle et du nombre de classes employées. De plus, la queue de distribution sera d'autant plus longue que la distribution initiale contiendra des classes de grains de grandes tailles. Les données expérimentales passées dans l'algorithme de Saltykov présentent inévitablement de la perte d'information et se trouvent très dépendantes de la qualité des données d'entrée. En augmentant la représentativité statistique (nombre de grains mesurés) on limiterait sûrement ces hétérogénéités. Il pourrait également être intéressant de partir d'une microstructure initiale obtenue à partir de données expérimentales 3D, même si cela reste coûteux à l'heure actuelle en termes de temps d'acquisition et de post-traitement.

5.4 Conclusion et limites du modèle

Au travers de ce chapitre, une analyse précise du comportement des modèles de Maire *et al.* et d'un modèle employant les lois constitutives du modèle de Maire *et al.* et la description de la microstructure du modèle d'Abbruzzese *et al.* a été effectuée. Les évolutions des grandeurs globales de tailles de grains moyenne et de fraction recristallisée prédites par ces modèles sont cohérentes avec les tendances expérimentales. Les distributions de tailles de grains montrent une échelle plus locale de comparaison donnant ainsi une idée plus précise des différences entre les modèles et par rapport aux données expérimentales.

Les résultats à basse vitesse de déformation (0,01 s^{-1}) permettent d'obtenir des distributions en cohérence avec les données expérimentales. Les différences observées en queue de distributions s'expliquent à partir des hypothèses faites dans le modèle de Maire *et al.*. La croissance de grains semble également avoir un effet couplé avec la recristallisation dynamique sur les distributions de tailles de grains contribuant à la dispersion des tailles des nouveaux

grains recristallisés.

À des vitesses de déformation supérieures, la recristallisation a lieu avec des cinétiques beaucoup plus rapides. Les modèles éprouvent de plus grandes difficultés à prédire une tendance de distribution de tailles de grains cohérente avec les données expérimentales. Les distributions de tailles de grains simulées affichent des dispersions très faibles voir nulles comparées à celles des données expérimentales.
Ces observations permettent de montrer les limites de validité de ces modèles. En effet, la prise en compte de la germination dans ces modèles se base sur la notion d'apparition instantanée d'un germe dont la taille est définie par le critère de Bailey–Hirsch [44]. Expérimentalement, les germes ne sont pas observables, seuls les grains recristallisés sont perçus. Il n'y a donc pas de données expérimentales de calibration disponibles. De plus, l'emploi d'une unique classe de germes ajoutée à la distribution à chaque pas de temps conduit à des distributions sans dispersion centrée sur la taille de germes, empêchant la bonne corrélation avec les données expérimentales. L'effet post-dynamique devient prépondérant à ces vitesses de déformation lorsque le temps avant trempe dépasse le temps de déformation. Ce phénomène est donc le principal facteur agissant sur la forme de la distribution de tailles de grains obtenue à ces vitesses.

La description de la germination employée ici est donc mise en défaut pour les raisons précédemment énoncées. Il serait donc intéressant de réfléchir à une autre manière d'aborder la description de la germination pour qu'elle soit valide sur toute la plage de vitesses de déformation employée.

La comparaison entre la description microstructurale de Maire *et al.* et d'Abbruzzese *et al.* révèle la capacité du modèle de Maire *et al.* à décrire une distribution de grains recristallisés plus dispersée que le modèle d'Abbruzzese *et al.*. Le travail d'intégration de l'historique de germination à la construction du voisinage est propice à la croissance des grains recristallisés en favorisant la proportion de germes et de grains recristallisés dans le voisinage des grains déformés par l'intermédiaire des probabilités de contact.
Le modèle de Maire *et al.* avec sa méthode hybride de description de la microstructure se trouve cependant à la limite d'une description champ moyen. Cette dernière est très inspirée du champ complet, lui conférant des avantages de représentativité indéniables. Cependant, elle apporte aussi des désavantages notamment par la complexité de son implémentation et par son fonctionnement avec un nombre de classes de grains optimal élevé, diminuant ainsi l'intérêt de travailler avec des classes de grains. La description plus statistique d'Abbruzzese *et al.* propose un milieu homogène équivalent pondéré par la surface avec une implémentation beaucoup plus simple et rapide pour une première prise en compte de la topologie et des résultats proches du modèle de Maire *et al.* aux basses vitesses de déformation.

Chapitre 6

Proposition d'une alternative à la loi de germination dans un modèle à champ moyen sur un acier 316L

Résumé Le précédent chapitre a révélé les limitations du modèle de Maire *et al.* pour les vitesses de déformation élevées, généralement au-delà de 0,1 s^{-1}, en grande partie attribuables au formalisme utilisé pour décrire la germination. Dans ce nouveau chapitre, une approche est proposée pour résoudre ce problème inhérent à la description des germes dans le cadre des modèles à champ moyen en recristallisation dynamique discontinue. La base de cette méthode est de se rapprocher davantage des observations expérimentales en introduisant directement des grains recristallisés dans les modèles. Cela est réalisé en se basant sur les données expérimentales et en élaborant une loi phénoménologique 3D dépendant des conditions thermomécaniques adaptées pour le matériau 316L permettant de décrire les grandeurs significatives d'une distribution de tailles de grains recristallisés : la taille de grains moyenne et l'écart-type. Le développement de cette adaptation au niveau numérique est également détaillé au cours du chapitre. Grâce à cette évolution, le modèle devient applicable sur toute la plage de vitesses de déformation, couvrant la gamme de 0,01 s^{-1} à 500 s^{-1}. Les résultats obtenus montrent une nette amélioration des prédictions de distributions de tailles de grains sur l'ensemble des vitesses de déformation testées. Les distributions de tailles de grains sont mieux dispersées, ce qui permet une meilleure corrélation avec les données expérimentales. À partir de ces développements, des chemins thermomécaniques comprenant des maintiens en température avant et après la déformation ont été ajoutés pour simuler un procédé de mise en forme, incluant un chauffage d'homogénéisation du matériau, une passe de déformation mécanique, suivie d'une interpasse avec maintien de température. Les résultats de ces prédictions sont prometteurs, présentant une bonne fidélité par rapport aux données expérimentales. Tout comme dans le chapitre précédent, le modèle est comparé avec un modèle utilisant la description de la microstructure d'Abbruzzese *et al.* et les lois constitutives du nouveau modèle. Les différences de prédictions obtenues seront également discutées au cours de ce chapitre.

Abstract The previous chapter revealed the limitations of Maire *et al.* model for high strain rates, typically beyond 0.1 s^{-1}, largely attributable to the formalism used to describe nucleation. In this new chapter, an approach is proposed to address this inherent problem in describing nuclei in the context of mean-field models in discontinuous dynamic recrystallization. The essence of this method is to bring the models closer to experimental observations by directly introducing recrystallized grains. This is achieved based on experimental data and by developing a 3D phenomenological law dependent on thermomechanical conditions, adapted for the 316L material, to describe the significant parameters of a recrystallized grain size distribution : average grain size and standard deviation. The numerical implementation of this adaptation is also detailed throughout the chapter. With this proposal, the model becomes applicable over the entire range of deformation rates, covering the range from 0.01 s^{-1} to 500 s^{-1}. The results obtained show a significant improvement in the predictions of grain size distributions across all tested deformation rates. Grain size distributions are better dispersed, allowing for a better correlation with experimental data. Building on these developments, thermomechanical paths involving temperature holds before and after deformation have been added to simulate a forming process, including material homogenization heating, a mechanical deformation pass, followed by an interpass with temperature hold. The predictions of these paths are promising, demonstrating good fidelity to experimental data. As in the previous chapter, the model is compared with a model using the microstructure description of Abbruzzese *et al.* and the constitutive laws of the new model. The differences in predictions obtained are also discussed in this chapter.

6.1 Introduction

Le chapitre précédent a permis de mettre en évidence les limites du modèle de Maire *et al.* pour les hautes vitesses de déformation ($> 0{,}1\ s^{-1}$) principalement dues au formalisme employé pour décrire la germination. Ce chapitre propose une méthode afin de contourner le problème émanant de la description d'un germe dans le cadre des modèles à champ moyen pour la recristallisation dynamique discontinue. La notion d'existence et de description d'un germe est un sujet à débat dans la littérature, car il est très complexe expérimentalement d'observer ou de quantifier les germes. Seuls les grains recristallisés sont mesurables expérimentalement. Partant de ce postulat, le principe de cette méthode consiste à se rapprocher des observations expérimentales et d'introduire directement des grains recristallisés dans le modèle en se basant sur les distributions de tailles de grains recristallisés expérimentales. L'objectif de ces développements est de trouver une formulation permettant au modèle d'être valide sur l'ensemble de la plage de vitesse de déformation entre $0{,}01\ s^{-1}$ et $10\ s^{-1}$ et d'observer si cette formulation fonctionne encore pour une vitesse de $500\ s^{-1}$. Pour cela, les données expérimentales en recristallisation dynamique du chapitre 3 sont utilisées afin d'extraire les distributions de grains recristallisés pour chaque condition thermomécanique selon la méthode de post-traitement de la section 3.7.2. Cette nouvelle approche passe par la mise en place d'une loi phénoménologique adaptée au 316L capable de prédire les distributions de grains recristallisés à partir des conditions thermomécaniques. Une fois ce nouveau formalisme mis en place, différents chemins thermomécaniques seront testés, simulant de un à plusieurs phénomènes microstructuraux. Une déformation simple sera dans un premier temps simulée et sera par la suite couplée au traitement thermique la précédant et enfin un traitement thermique suivant la déformation sera ajouté. De la même manière que dans le chapitre précédent ce nouveau modèle sera comparé au modèle d'Abbruzzese *et al.*, défini par la description de la microstructure initiale du modèle d'Abbruzzese *et al.* en 3D et les lois constitutives du nouveau modèle.

Lors de la simulation de la recristallisation dynamique, le modèle de Maire *et al.* prend en compte dans le calcul de sa probabilité de contact l'historique de germination des grains, faisant intervenir les poids topologiques (cf. section 2.4.2.6). Une simplification du formalisme initial du poids topologique rapporté aux grains non recristallisés est appliquée ici dans un but d'homogénéisation. En effet, ce poids topologique est exprimé initialement comme une loi polynomiale permettant de décrire le nombre de voisins en fonction de la taille de grains. Afin d'homogénéiser sa description avec celle du poids topologique des grains recristallisés, la formulation suivante sera alors considérée :

$$W_{(1-\theta(i))}(i) = \frac{(1-\theta(i))S_i}{\pi \bar{R}_{NR}^2}, \tag{6.1}$$

avec $1-\theta(i)$ la fraction surfacique allouée aux grains non recristallisés et $\bar{R}_{NR}$ la taille moyenne des grains non recristallisés de la microstructure.

6.2 Une loi continue basée sur les paramètres thermomécaniques pour prédire la distribution de tailles de grains recristallisés

L'objectif de ce développement est de mettre en place une loi permettant de prédire de manière continue une distribution de tailles de grains recristallisés à partir d'un minimum de paramètres. Les deux paramètres les plus courants pour décrire une distribution de tailles de grains sont la taille de grains moyenne arithmétique et l'écart-type de cette distribution. Une analyse des données expérimentales est réalisée sur ces deux paramètres afin d'observer leurs tendances d'évolution en fonction des conditions thermomécaniques.

6.2.1 Analyse des données expérimentales de distributions de tailles de grains recristallisés

Afin de prédire les évolutions de la taille de grains moyenne et de l'écart-type de la population de grains recristallisés, on cherche à mettre en évidence les tendances de ces paramètres statistiques en fonction de la température, de la vitesse de déformation et du niveau de déformation. La figure 6.1a illustre l'évolution de la taille de grains recristallisée moyenne expérimentale ($MGS_{RX_{exp}}$) en fonction de la température pour les différentes vitesses de déformation et niveaux de déformation observés expérimentalement. Chaque niveau de déformation local nominal de 0,65, 1 et 1,35 est représenté par symbole différent : rond, triangle et losange, respectivement. Différents styles de lignes permettent quant à eux de distinguer les différentes températures. Dans cette figure, une tendance claire de l'augmentation de $MGS_{RX_{exp}}$ avec la température est observée. À vitesse et niveau de déformation constants, la taille de grains recristallisée moyenne est 2 fois plus grande à 1100°C qu'à 1000°C.

La figure 6.1b emploie les mêmes données que la figure précédente mais tracées en fonction de la vitesse de déformation à des températures fixées pour différents niveaux de déformation. Cette figure permet facilement d'observer les effets du niveau de déformation sur $MGS_{RX_{exp}}$. Le niveau de déformation semble avoir un effet peu marqué et sans tendance spécifique sur l'évolution de la taille moyenne. D'après l'analyse des données expérimentales de la section 3.8.3, le niveau de déformation impacte de manière plus significative la fraction recristallisée. Le niveau de déformation semble plutôt avoir un effet sur le nombre de grains recristallisés (plus grande densité de germes) que sur leur taille.

L'effet de la vitesse de déformation peut être observé sur les figures 6.1b et 6.2. Cette dernière figure affiche également pour chaque condition thermomécanique le temps avant trempe associé. Ces deux figures montrent une évolution non monotone dans le temps de $MGS_{RX_{exp}}$, avec une baisse de la taille de grains moyenne pour la majorité des conditions à la vitesse de 0,1 s^{-1}. Ces courbes affichent les mêmes tendances que celles obtenues pour les fractions recristallisées à plusieurs reprises dans la littérature [46–48]. La baisse des tailles de grains recristallisés entre 0,01 s^{-1} et 0,1 s^{-1} peut s'expliquer par la diminution du temps de déformation ne permettant pas aux grains recristallisés de croître pendant cette période. En revanche, pour des vitesses de déformation plus élevées (1 et 10 s^{-1}) la tendance s'inverse

avec des tailles de grains recristallisées moyennes qui augmentent à nouveau. À ces vitesses, le temps avant trempe devient proche ou plus long que la durée de la déformation ce qui favorise les évolutions post-dynamiques. Cela expliquerait l'augmentation de la taille de grains recristallisés moyenne observée à ces vitesses par rapport à 0,1 s^{-1}. On observe en revanche peu de différences entre les résultats obtenus à 1 et à 10 s^{-1}. Deux hypothèses peuvent expliquer ce résultat :

- Le délai avant trempe des essais réalisés à 10 s^{-1} est légèrement plus faible que ceux réalisés à 1 s^{-1} dans le jeu de données considéré ici : ce qui limiterait les évolutions post-dynamiques à 10 s^{-1} par rapport à 1 s^{-1}.
- À partir de 1 s^{-1} la quantité d'énergie stockée dans la microstructure sature et évolue peu pour des vitesses plus élevées (> 1 s^{-1}) avec une recristallisation dynamique faible due à la réduction du temps de déformation. La taille de grains recristallisés est donc dirigée par l'étape post-dynamique ayant lieu après la déformation de manière identique à ces vitesses.

En traçant les valeurs d'écart-type en fonction de la taille de grains moyenne, une dépendance linéaire est observée dans la figure 6.3. Dans le but de minimiser le nombre de paramètres, cette dépendance est employée et permet de limiter la description de la distribution de tailles de grains à ces deux paramètres.

6.2.2 Choix des lois phénoménologiques pour prédire les distributions de tailles de grains recristallisés

6.2.2.1 La taille de grains moyenne recristallisée MGS_{RX}

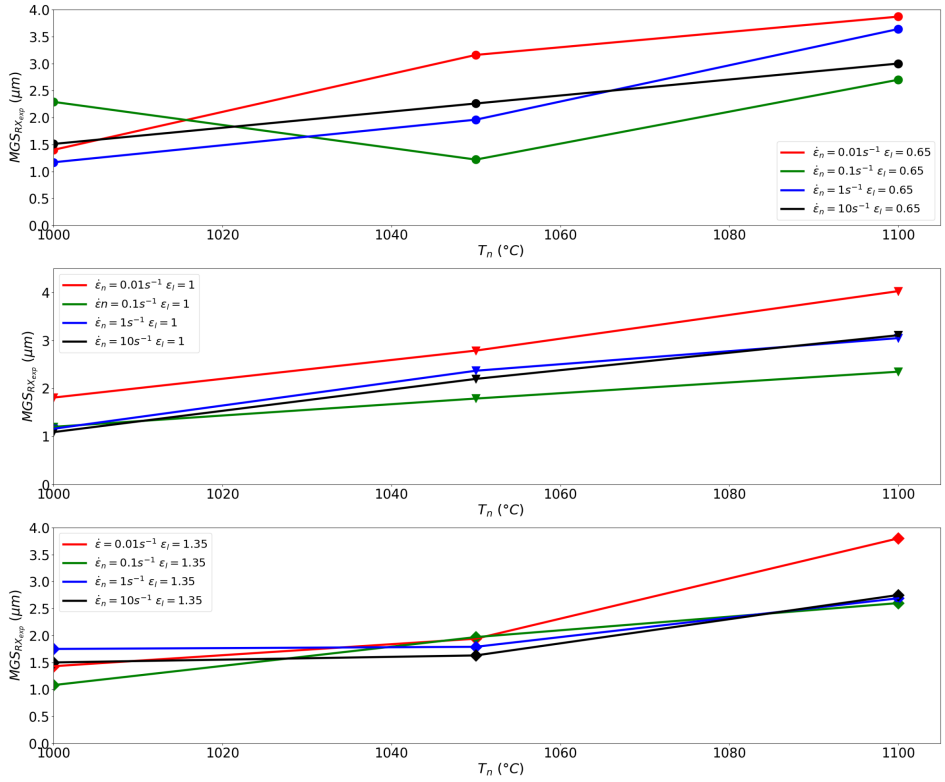
L'analyse des données expérimentales a montré :

- Un impact d'ordre 1 de la température sur la taille de grains recristallisés moyenne,
- Un effet moins marqué de la vitesse de déformation,
- Peu d'influence du niveau de déformation.

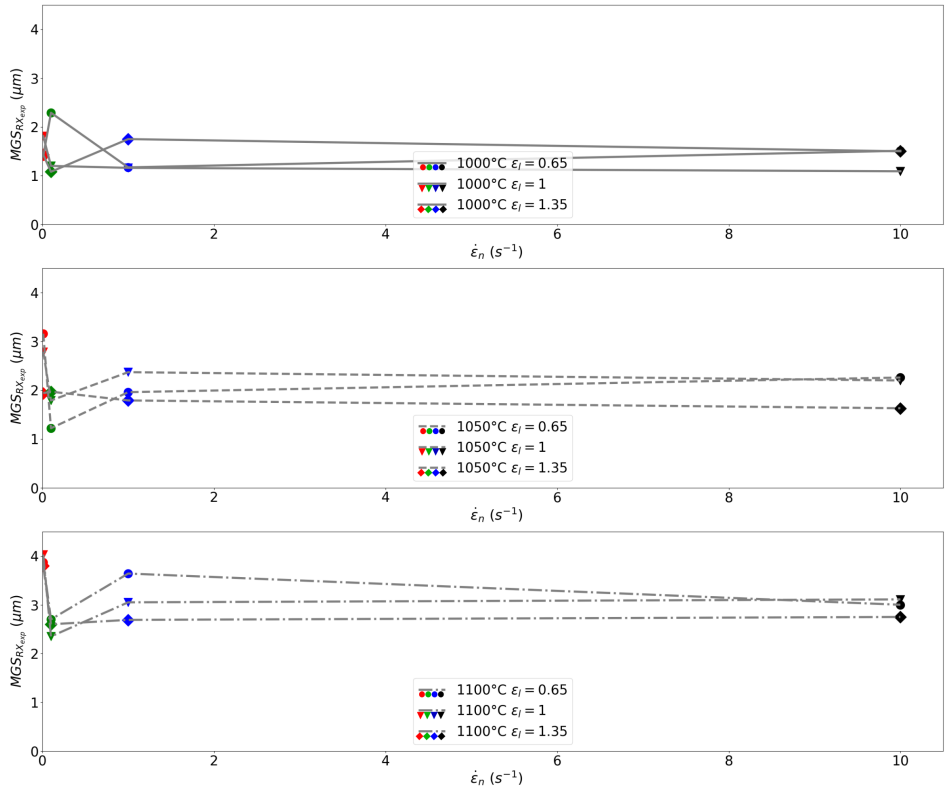
Dans ce cadre, une loi phénoménologique prenant comme paramètres la vitesse de déformation et la température est mise en place. Maintenant que les conditions thermomécaniques les plus influentes ont été identifiées, il convient également de discuter de la manière dont on peut définir la température et la vitesse de déformation. Ces conditions thermomécaniques peuvent en effet prendre des valeurs différentes à la fois spatialement au niveau de l'échantillon ou temporellement. Pour la température :

- Trois grandeurs peuvent être considérées au cours de l'essai : T_i la température initiale de l'essai, T_f la température finale de l'essai et T_{moy} la température moyenne au cours de l'essai.
- La température peut aussi différer spatialement : T_n la température nominale macroscopique et T_l la température locale au centre de l'échantillon.

Lors d'essais à haute vitesse, le phénomène d'auto-échauffement a lieu, augmentant significativement la température. Dans cette situation, la température maximale observée par la



(a)



(b)

FIGURE 6.1 – (a) Évolution de la taille de grains moyenne recristallisée expérimentale ($MGS_{RX_{exp}}$) en fonction de T_n pour différentes vitesses de déformation nominales (b) Évolution de la taille de grains moyenne recristallisée expérimentale ($MGS_{RX_{exp}}$) en fonction de $\dot{\varepsilon}_n$ à différents niveaux de déformation. Les niveaux de déformation 0,65, 1 et 1,35 sont représentés par les symboles rond, triangle et losange et les températures 1000, 1050 et 1100°C sont représentés par les styles de ligne continue, pointillée et alternée respectivement.

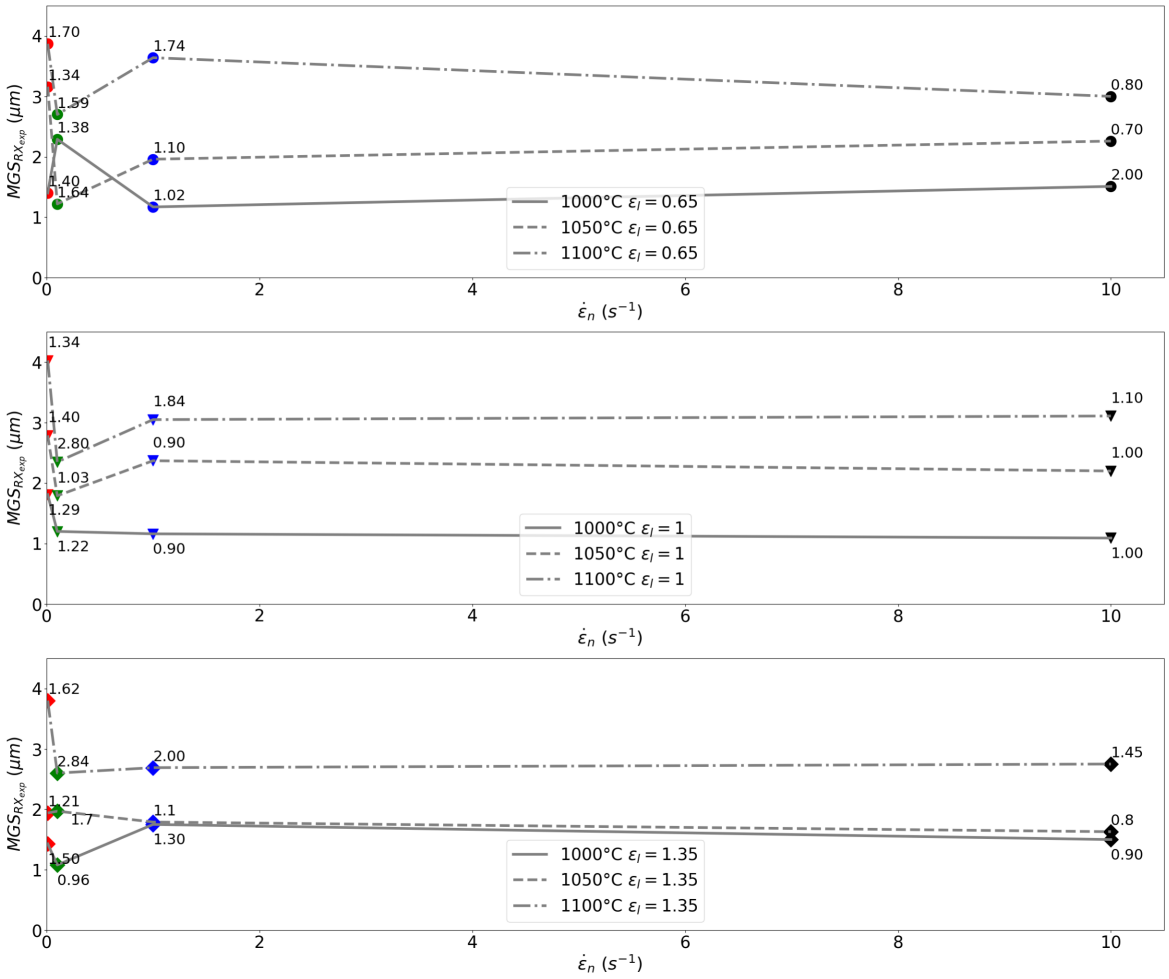


Figure 6.2 – Évolution de la taille de grains moyenne recristallisée expérimentale ($MGS_{RX_{exp}}$) en fonction de $\dot{\varepsilon}_n$ pour des niveaux de déformation locaux nominaux fixés à différentes températures avec le temps avant trempe en secondes affiché pour chaque condition.

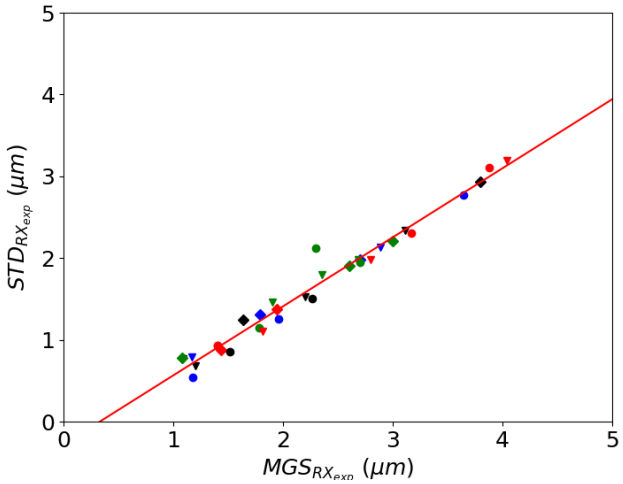


Figure 6.3 – Dépendance linéaire de l'écart type des distributions de grains recristallisés expérimentales $STD_{RX_{exp}}$ en fonction de la taille de grains moyenne recristallisée expérimentale $MGS_{RX_{exp}}$.

microstructure se situe à la fin de l'essai, prenant en compte l'augmentation de la température due à la déformation. C'est donc cette dernière au centre de l'échantillon qui est prise en compte dans la construction de la loi de MGS_{RX}.
Expérimentalement, il est très difficile de mesurer cet auto-échauffement précisément. Afin d'obtenir une valeur de T_f pour chaque condition, des simulations avec le logiciel FORGE de ces essais de compression sont réalisées. Le logiciel tient compte de l'auto-échauffement au travers de l'équation de conservation de l'énergie. La variation de la température est principalement due à une proportion du travail mécanique se transformant en chaleur tel que :

$$\Delta T = 0,9\frac{\bar{\sigma}\Delta\varepsilon}{\rho C_p}, \tag{6.2}$$

avec C_p la capacité calorifique et ρ la densité du matériau. Le coefficient 0,9 représente la proportion de travail mécanique $\bar{\sigma}\Delta\varepsilon$ se transformant en chaleur.

Deux grandeurs de vitesse de déformation sont d'intérêt pour la description de cette loi. La vitesse de déformation locale moyenne au centre de l'échantillon $\dot{\varepsilon}_{l_{moy}}$ qui prend en compte la variation temporelle et spatiale de la vitesse de déformation qui est en moyenne 1,6 fois supérieure à la vitesse de déformation nominale. Cette vitesse locale est celle vue par la microstructure et peut avoir un impact sur l'énergie stockée locale. La seconde grandeur à considérer est la vitesse de déformation macroscopique ou nominale imposée à l'échantillon $\dot{\varepsilon}_n$. Au travers de cette grandeur, le temps de déformation global subi par l'échantillon est considéré, ce qui permet d'être représentatif des conditions de l'essai. De plus, cette valeur de vitesse de déformation est accessible de manière directe par l'utilisateur. La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_n$ sera alors privilégiée pour cette description.

Au vu du peu d'influence du niveau de déformation sur la taille de grains recristalli-

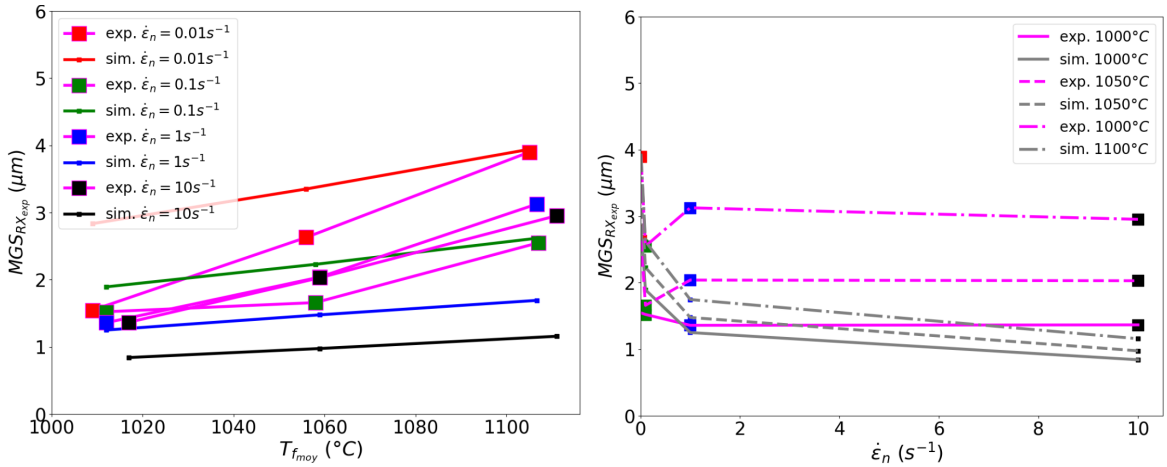
sée moyenne, une seule valeur $MGS_{RX_{exp}}$ est considérée par couple température/vitesse de déformation. Cette valeur correspond à la moyenne des $MGS_{RX_{exp}}$ pour les trois niveaux de déformation (cette nouvelle taille $MGS_{RX_{exp}}$ sera représentée par des carrés dans les graphiques). De manière similaire, une seule température finale $T_{f_{moy}}$ est associée à chaque couple température/vitesse de déformation. Celle-ci est également calculée pour la valeur moyenne de T_f comme les trois niveaux de déformation.

En premier lieu, la loi de Derby [131], reliant la taille de grains moyenne au paramètre de Zener–Hollomon (tenant compte simultanément de la température et de la vitesse de déformation), a été testée :

$$MGS_{RX_{sim}} = AZ^b = A(\dot{\varepsilon}e^{\frac{Q_D}{RT}})^b = A\dot{\varepsilon}^b e^{\frac{Q_D b}{RT}}, \tag{6.3}$$

avec Q_D l'énergie d'activation liée à la déformation pour le 316L fixée à $2,8 \times 10^5$ J.mol^{-1} et A et b des constantes.

Cependant, aucune valeur des paramètres du couple (A, b) n'a permis de prédire avec une bonne corrélation les valeurs de $MGS_{RX_{exp}}$ sur nos données. La figure 6.4 présente les meilleurs résultats obtenus en jouant sur ces constantes. En utilisant cette loi, l'effet de la vitesse de déformation et de la température sur $MGS_{RX_{sim}}$ est associé à la valeur et au signe de b et A. Cependant, dans notre cas, les effets de la température et de la vitesse de déformation sur l'évolution de $MGS_{RX_{exp}}$ sont opposés. L'augmentation de la température tend à augmenter $MGS_{RX_{exp}}$ tandis que la vitesse de déformation a l'effet inverse. Ce comportement ne peut pas être capté correctement au travers d'une loi de Derby dans laquelle l'influence de la température ne peut pas être décorrélée de celle de la vitesse de déformation.



(a) (b)

Figure 6.4 – (a) Comparaison des valeurs de $MGS_{RX_{sim}}$ avec les valeurs de $MGS_{RX_{exp}}$ en fonction de la température pour toutes les vitesses de déformation en utilisant la loi de Derby (6.3), (b) Comparaison des valeurs de $MGS_{RX_{sim}}$ avec les valeurs de $MGS_{RX_{exp}}$ en fonction de la vitesse de déformation pour toutes les températures en utilisant la loi de Derby (6.3).

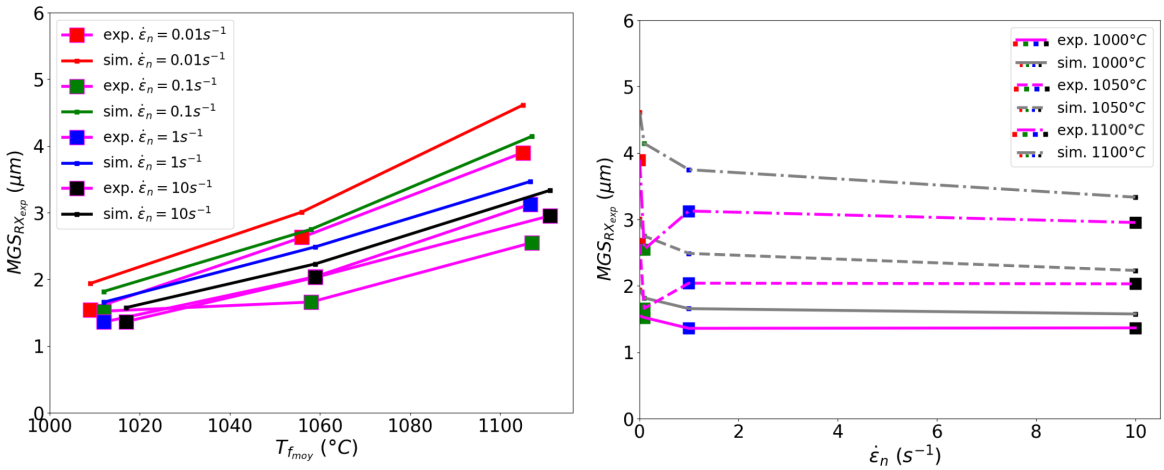
Une nouvelle équation est alors proposée en combinant l'utilisation d'une loi d'Arrhenius

pour décrire la dépendance en température et d'une loi puissance pour prendre en compte l'effet de la vitesse de déformation. L'équation de prédiction de la taille de grains moyenne recristallisée $MGS_{RX_{sim}}$ se définit dans cette approche selon les grandeurs thermomécaniques $T_{f_{moy}}$ et $\dot{\varepsilon}_n$ par la loi :

$$MGS_{RX_{sim}} = \dot{\varepsilon}_n^B \times Ae^{-\left(\frac{Q}{RT_{fmoy}}\right)}, \tag{6.4}$$

avec A=$2,2 \times 10^5$, B=$-0,04$ et Q=$1,26 \times 10^5$ J.mol^{-1}.

Les figures 6.5a et 6.5b présentent des comparaisons des résultats obtenus avec la nouvelle équation de prédiction de $MGS_{RX_{sim}}$ et les valeurs expérimentales en fonction de la température finale d'essai et de la vitesse de déformation nominale. L'effet de la température sur l'évolution de MGS_{RX} dans la figure 6.5a est bien capturée par la prédiction, sauf à la vitesse de 0,1 s^{-1}. L'effet de la vitesse de déformation est cohérent avec les données expérimentales pour l'ensemble des vitesses de déformation exceptée à 0,1 s^{-1} où la baisse systématique de $MGS_{RX_{exp}}$ n'a pas pu être capturée par la fonction utilisée, expliquant également les différences de résultats observés dans la figure précédente à cette vitesse.



(a) (b)

Figure 6.5 – (a) Comparaison des valeurs de $MGS_{RX_{sim}}$ avec les valeurs de $MGS_{RX_{exp}}$ en fonction de la température pour toutes les vitesses de déformation, (b) Comparaison des valeurs de $MGS_{RX_{sim}}$ avec les valeurs de $MGS_{RX_{exp}}$ en fonction de la vitesse de déformation pour toutes les températures.

6.2.2.2 L'écart-type STD_{RX}

La figure 6.3 affiche l'évolution de la taille de grains moyenne en fonction de l'écart-type pour toutes les conditions thermomécaniques disponibles. Une relation linéaire entre ces deux paramètres est alors déduite de ce graphique :

$$STD_{RX_{sim}} = 0,84 \times MGS_{RX_{sim}} - 0,28. \tag{6.5}$$

6.2.3 Implémentation de la loi de distribution de tailles de grains recristallisés dans le modèle

Le fonctionnement général du modèle de Maire *et al.* peut être décrit par l'organigramme de la figure 6.6a constitué de quatre blocs principaux. Le modèle fonctionne par pas de temps adaptatifs. Un premier pas de temps par défaut est défini selon la vitesse de déformation sélectionnée. Afin d'éviter les classes de grains de rayons négatifs lors de la migration des joints de grains, le pas de temps est raffiné. Ainsi l'organigramme présenté (figure 6.6a) se déroule à chaque sous-pas de temps redéfini par le modèle.
Le bloc de germination dans le modèle initial de Maire *et al.* vérifie dans un premier temps que le seuil de recristallisation est atteint et qu'il existe un volume disponible à la germination calculé par l'équation (2.97). Le rayon critique de germination est déterminé à partir du critère de Bailey–Hirsch [44] selon l'équation (2.87). La fréquence associée à ce rayon est ensuite définie pour former une classe de germe qui sera ajoutée à la microstructure sous la condition de respecter une fréquence en nombre supérieure à 0,1. Si cette condition n'est pas respectée, aucune nouvelle classe ne sera alors ajoutée à la microstructure sur ce sous-pas de temps et le volume $V_{nucl_t}^{disp}$ sera alors ajouté au nouveau volume $V_{nucl_{t+dt}}^{disp}$ calculé pour le sous-pas de temps suivant. Cette condition est ajoutée afin d'éviter un biais numérique qui sera évoqué par la suite.

La mise en place de cette nouvelle méthode dans le cadre du modèle de Maire *et al.* se fait par un remplacement du bloc de germination. On nommera alors Roth *et al.* ce modèle pour la suite des analyses. Lorsque le seuil de recristallisation est atteint, le volume disponible aux nouveaux grains recristallisés est calculé de la même manière que précédemment par l'équation (2.96). Les valeurs de $MGS_{RX_{sim}}$ et $STD_{RX_{sim}}$ sont définies à partir des équations (6.4) et (6.5) énoncées précédemment et des conditions thermomécaniques de la simulation. Une loi log-normale décrit correctement la forme des distributions expérimentales de grains recristallisés [32] et sera utilisée dans la suite. Les paramètres μ et σ de cette loi sont calculés à partir des paramètres arithmétiques $MGS_{RX_{sim}}$ et $STD_{RX_{sim}}$. Ceci permet une description continue de la distribution de tailles de grains par le calcul de la fonction de densité de probabilité. À partir de cette loi, un nombre discret N_{RX} de classes de grains à introduire dans la microstructure est déterminé selon une loi qui dépend de la vitesse de déformation :

$$N_{RX} = max\left(\lfloor 4 \ln \dot{\varepsilon} + 27 \rfloor, 0\right). \tag{6.6}$$

Cette loi a été définie empiriquement afin de permettre une optimisation du temps de calcul en évitant une sur-germination et à la fois de traduire l'augmentation du taux de germination avec la vitesse de déformation au travers une dispersion plus étendue. À basse vitesse de déformation ($\leq 0{,}1\ \mathrm{s}^{-1}$) le pas de temps initial est grand de par sa dépendance à la vitesse de déformation, et donc sa sous-discrétisation est très fréquente. En effet, un grand pas de temps initial favorise l'apparition de rayons négatifs de par la proportionnalité de l'équation de migration à celui-ci. À ces vitesses, la cinétique de recristallisation est donc surestimée et le temps de calcul est accru. Afin de minimiser cet effet, l'emploi la loi sur N_{RX} est nécessaire.

Une fois le vecteur de classes de grains recristallisés disponible, plusieurs possibilités pour chaque classe recristallisée peuvent être envisagées. Dans le cas des basses vitesses, l'ajout des classes recristallisées est temporisé arbitrairement à un sous-pas de temps sur quatre afin à nouveau d'adoucir le biais numérique introduit par la sous-discrétisation du pas de temps. Ce choix de cette valeur d'un pas de temps sur quatre provient de différents tests réalisés et s'est révélée optimale sur les données testées, il n'en reste pas moins un paramètre modifiable du modèle. Pour les autres vitesses, cette temporisation n'a pas lieu. À partir de ces deux types de vitesses, une classe de grains recristallisés i sera introduite dans la microstructure si elle possède une fréquence supérieure à 0,1 pour les hautes vitesses de déformation et supérieures à 0,01 pour les basses vitesses. Dans le cas contraire, le volume disponible correspondant à cette classe $V^{disp}_{RX_{(i,t)}}$ est ajouté au volume total disponible $V^{disp}_{RX_{(t+dt)}}$ pour le pas de temps suivant. L'ajout de cette condition à l'intégration d'une classe de grains dans la distribution est employé pour parer un biais numérique introduit par l'utilisation de classe de grains et de la sous-discrétisation de la microstructure. Lorsque la fréquence associée à une classe est trop faible, la somme des volumes positifs acquis lors de la migration des joints de grains est pondérée par cette valeur et se retrouve alors maximisée. Il en résulte alors une croissance de grains anormale de ces nouveaux grains recristallisés.

La grandeur $T_{f_{moy}}$ employée pour identifier la loi $MGS_{RX_{sim}}$ et ces paramètres, n'est pas accessible dans le modèle. La température nominale des essais est alors utilisée. L'auto-échauffement n'est pas pris en compte directement par la température dans le modèle, mais indirectement par les distributions de grains recristallisés qui reflètent en partie l'histoire des températures vues par la microstructure.

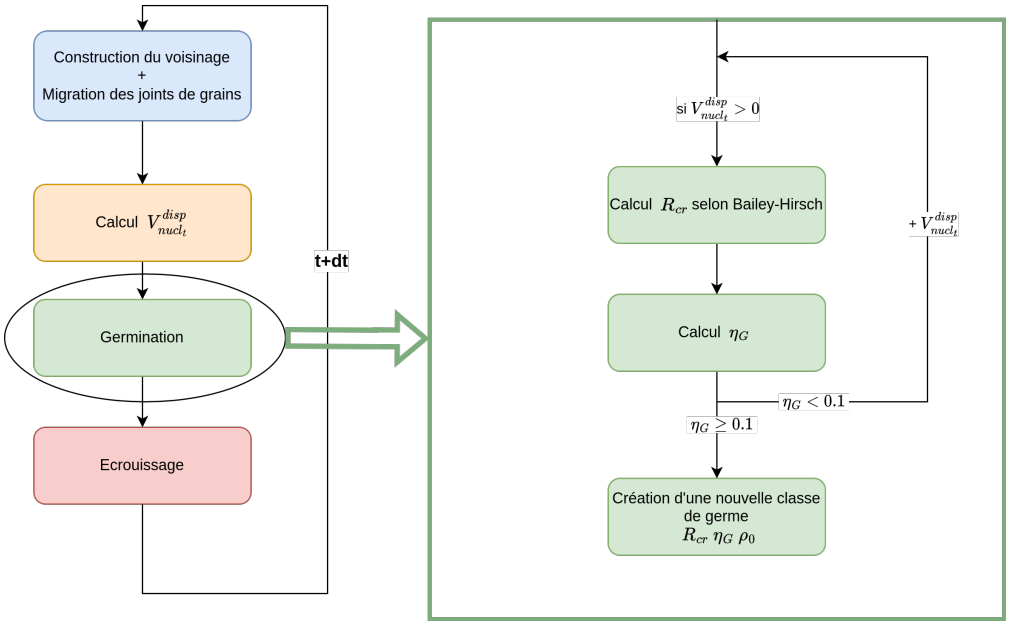
6.3 Calibration et validation du nouveau modèle sur une gamme étendue de vitesse de déformation pour un acier 316L

6.3.1 Identification de paramètres

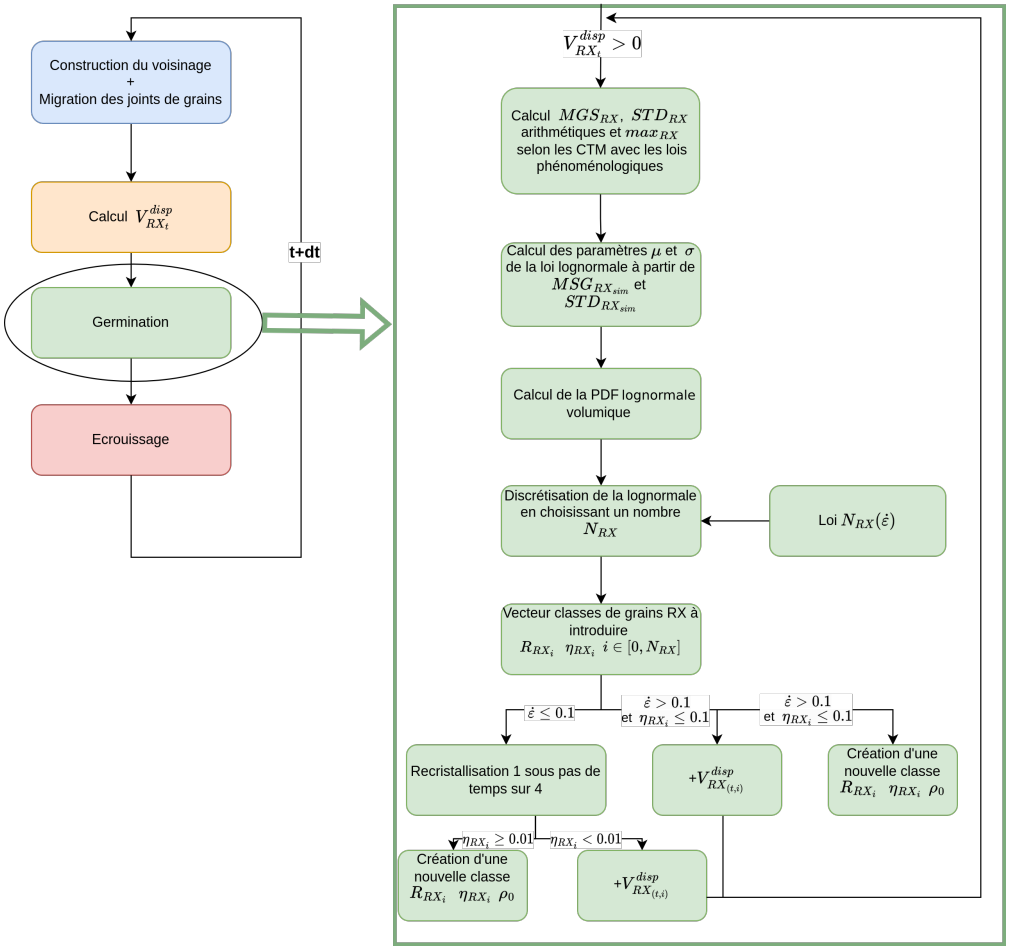
Une partie des paramètres identifiés sont dépendants du modèle. Une réidentification adaptée aux nouveaux développements est alors nécessaire. Les paramètres identifiés dans cette section seront valables pour l'ensemble des analyses avec ces modèles.

6.3.1.1 Paramètres matériau

Les paramètres matériaux dans le cadre de la nouvelle version de ce modèle sont toujours les paramètres K_1 et K_2 car la modélisation de l'écrouissage reste inchangée. Ces paramètres ne sont pas dépendants du modèle mais uniquement des conditions thermomécaniques et directement associés à la densité de dislocations critique à atteindre afin de déclencher la recristallisation dynamique.



(a)



(b)

Figure 6.6 – (a) Organigramme de l'implémentation de l'étape de germination dans le modèle de Maire *et al.*, (b) Organigramme de l'implémentation du remplacement de l'étape de germination dans le modèle de Roth *et al.*

6.3.1.2 Paramètres numériques

Identification du paramètre K_L

Dans cette nouvelle description de la recristallisation, le paramètre K_L change légèrement de signification physique. Auparavant, son identification était réalisée dans le but de définir la proportion de surface de joints de grains ayant atteint le seuil de recristallisation et se trouvant en capacité de germer. Dans la vision actuelle, l'étape de création et de croissance de l'entité de germe n'est plus modélisée, le volume $V_{nucl_t}^{disp}$ dans lequel K_L intervient est alors remplacé par un volume disponible pour les grains recristallisés $V_{RX_t}^{disp}$ calculé de la même manière. La cinétique de recristallisation associée à cette nouvelle méthode diffère de par l'hétérogénéité des classes de grains recristallisés introduites dans la microstructure. Il est donc adéquat de réidentifier ce paramètre pour cette nouvelle description de la recristallisation. Cette nécessité de réidentification peut être observée dans la figure 6.7 illustrant la cinétique de recristallisation d'une simulation avec un chemin thermomécanique identique et la même loi de K_L identifiée dans le chapitre 5 du modèle de Maire *et al.* et Roth *et al.*.

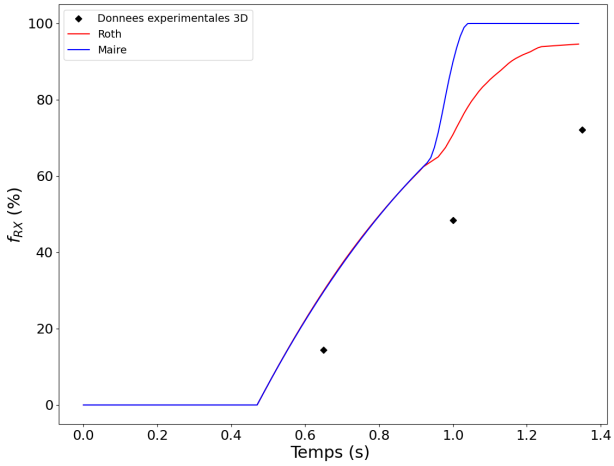


Figure 6.7 – Comparaison de la prédiction de la cinétique de recristallisation des modèles de Maire *et al.* et Roth *et al.* en employant la même loi de K_L à 1100°C et $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$.

Le modèle d'Abbruzzese *et al.* est utilisé comme comparatif tout au long de cette étude pour l'aspect statistique de sa description de la microstructure facile d'implémentation. L'objectif de ce travail n'est pas d'améliorer ce modèle ni l'identification de ces paramètres. Dans ce cadre, la même loi de K_L sera employée pour les deux modèles, ce qui permettra de comparer strictement l'effet de la description de la microstructure sur les résultats obtenus :

$$K_L = (aT + b) \times \dot{\varepsilon}^c, \tag{6.7}$$

avec $a = 8 \times 10^{-8}\ m.(°C)^{-1}$, $b = -7,83 \times 10^{-5} s$, et $c = 1,25$.

Le bornage : un outil d'optimisation

Le nombre de classes de grains du système dans le cas de simulations de recristallisation dynamique augmente de manière beaucoup plus importante dans ce nouveau formalisme. Le temps de calcul est donc fortement impacté par ce changement. Pour conserver un temps de calcul optimisé, une méthode de réduction du nombre de classes dite de "bornage" est créée. Sur le principe de la méthode de sous-discrétisation créée en section 5.2.2.2, le mécanisme inverse est ici recherché. Cette méthode nécessite deux paramètres : un nouveau paramètre N_B correspondant à la valeur de nombre de classes à partir de laquelle le "bornage" est activé et le paramètre N_{max} donnant le nombre de classes atteint après la réduction. Le ratio de réduction r_B est calculé par le rapport de ces deux paramètres.
Une nouvelle classe est alors créée et positionnée entre les valeurs de diamètre des D_i et D_{i+r_B}. Une interpolation linéaire similaire à celle de la méthode de sous-discrétisation est utilisée avec l'équation (6.8) pour déterminer la fréquence en nombre d'une classe. Cependant, les nouvelles valeurs de fréquence en nombre déterminé sont multipliées par le ratio de bornage r_B pour les mêmes raisons de conservation que précédemment comme illustré dans les figures 6.8a et 6.8b :

$$\eta_j = \left(\frac{(\eta_{i+r_B} - \eta_i)D_j + (D_{i+r_B} \times \eta_i) - (D_i \times \eta_{i+r_B})}{D_{i+r_B} - D_i} \right) \times r_B, \tag{6.8}$$

avec η_j la valeur de la fréquence en nombre considérée après interpolation pour la nouvelle classe de grain j, D_j la valeur de diamètre de la nouvelle classe de grains j, D_i,...,D_{i+r_B} les valeurs des diamètres des classes de grains i, ..., $i + r_B$ de la distribution initiale et η_i, ... , η_{i+r_B} les valeurs de fréquences en nombre considérées avant interpolation pour les classes de grains i, ..., $i + r_B$ de la distribution initiale et r_B le ratio de bornage.

La valeur de densité de dislocations associée à cette nouvelle classe j est définie comme la moyenne des densités de dislocations des classes i, ..., $i + r_B$.
La valeur du paramètre N_B est fixée à 2000 classes de grains, nombre de classes à partir duquel le temps de calcul est considérablement ralenti.

6.4 Validation du nouveau modèle de recristallisation dynamique discontinue sur une large gamme de vitesses de déformation pour un acier 316L

Dans un premier temps, des simulations sur des plages de conditions thermomécaniques identiques au chapitre 5 seront analysées afin de comparer l'impact de ces changements sur les résultats en termes de cinétique de recristallisation, de tailles de grains moyenne ainsi que de distributions de tailles de grains. Des simulations plus complètes incluant les étapes de croissance de grains antérieure et de recristallisation post-dynamique seront également testées et analysées.

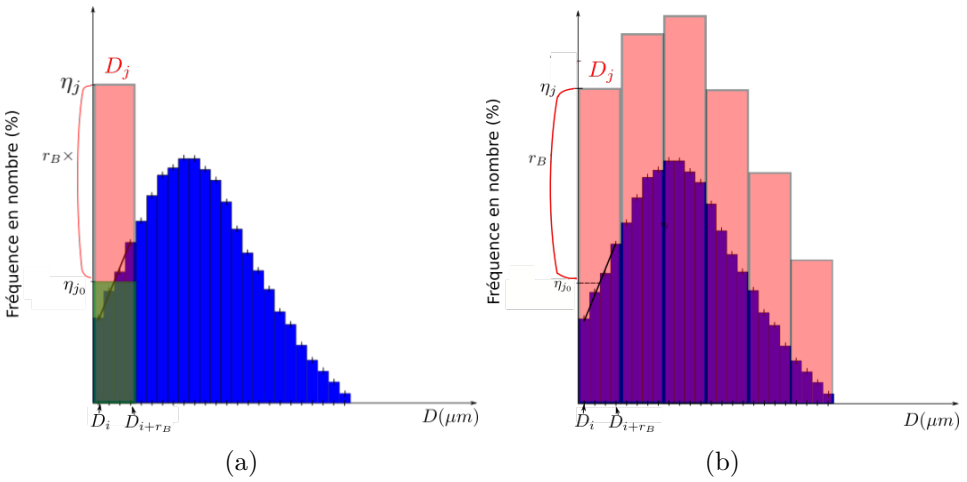


Figure 6.8 – Étapes du processus de bornage d'une distribution de tailles de grains.

6.4.1 Simulation d'une passe de déformation mécanique à chaud

Le chemin thermomécanique suivi lors de ces simulations est présenté dans la figure 6.9. La distribution initiale utilisée en entrée de la simulation correspond à la distribution expérimentale ayant subi un traitement thermique de 30 min à la température de déformation qui va suivre. La distribution finale analysée subit une passe de déformation ainsi qu'une trempe avec un délai de 1 s modélisé par un maintien à la température de déformation.

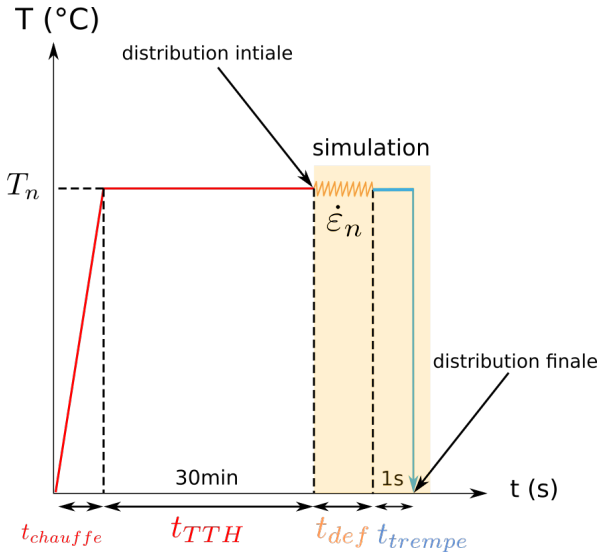


Figure 6.9 – Chemin thermomécanique pour une passe de déformation mécanique à T_n et $\dot{\varepsilon}_n$ du modèle de Roth *et al.*.

Analyse des résultats de la nouvelle méthode sur une large gamme de vitesses de déformation

Les simulations sont réalisées à 1100°C sur la plage de vitesse de déformation de 0,01 s^{-1} à 500 s^{-1}. La température de 1100°C a été choisie afin de comparer les résultats avec le modèle de Maire *et al.* présenté dans le chapitre précédent. La vitesse de 500 s^{-1} est utilisée comme

cas de validation, car l'identification des paramètres n'a pas été fait sur cette condition. Les figures 6.10 et 6.11 présentent les résultats pour un niveau de déformation local nominal de 1,35.

Une première analyse de la fraction recristallisée f_{RX} et de la taille de grains moyenne (MGS) pour le modèle de Roth *et al.* montrent des évolutions cohérentes avec les conditions thermomécaniques. Les différences observées par rapport au chapitre 5 sont à la fois inhérentes aux ajouts dans le modèle mais également à la réidentification du paramètre K_L. La rapidité de la cinétique de recristallisation est favorisée par les grandes vitesses de déformation comme visualisable dans ces simulations. L'accord avec les données expérimentales est relatif selon les conditions employées. Le choix de travailler avec une description continue des paramètres identifiés (K_1, K_2, K_L) ne permet pas toujours un accord parfait avec les données expérimentales mais permet une extrapolation des conditions thermomécaniques testées de manière contrôlée.
À 0,01 s^{-1} des oscillations sont observables dans l'évolution de la taille de grains moyenne. Elles sont dues aux conditions mises en place dans l'organigramme 6.6b pour éviter les biais énoncés dans la section 6.2.3. La germination est uniquement associée à certains sous-pas de temps à cette vitesse et entraîne un stockage des volumes disponibles de grains recristallisés d'un sous-pas de temps sur l'autre afin de conserver le volume. Ce report impose donc un volume disponible à la germination quatre fois plus grand au sous-pas de temps où la germination est autorisée, créant ainsi une baisse rapide de la taille de grains moyenne. Pour les sous-pas de temps sans germination seule la croissance de grains agit en augmentant la taille de grains moyenne.
Cet effet impacte également légèrement la cinétique de recristallisation qui semble tendre vers une asymptote autour de 40%.
Ces deux grandeurs peuvent également présenter des petits décrochements ou marches d'escalier dans leurs évolutions qui sont dues à des effets de la méthode de bornage.

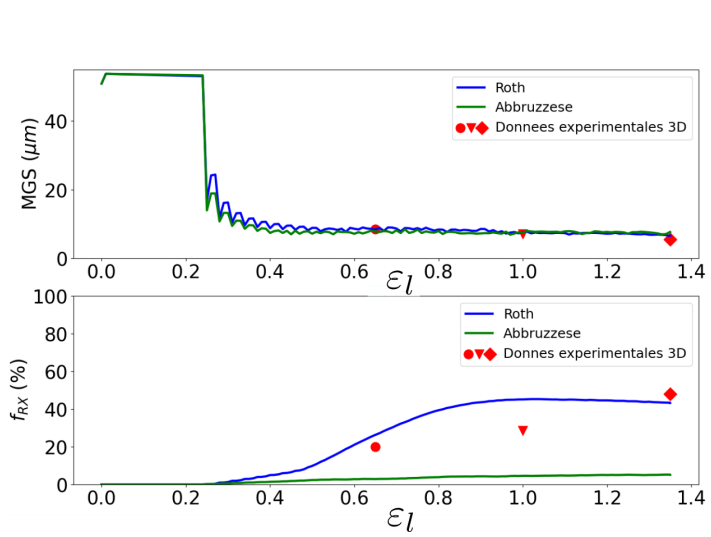
Les prédictions de distributions de tailles de grains quant à elles montrent une nette amélioration de corrélation avec les données expérimentales par rapport au modèle de Maire *et al.*. L'introduction directe d'une distribution de grains recristallisés ajoute de l'hétérogénéité dans la distribution globale permettant ainsi d'augmenter sa dispersion, principalement dans les cas où la vitesse de déformation est trop importante pour permettre un impact de la croissance de grains. La présence de queues de distributions non présentes dans les données expérimentales relève des mêmes constatations faites dans le chapitre précédent.
On note une amélioration de la prédiction en fraction volumique avec l'augmentation de la vitesse de déformation.
L'effet de la migration des joints de grains à basses vitesses sur les classes de faible fréquence en nombre est corrigé par les conditions mises en place dans la section 6.2.3. Cependant, une surcroissance des classes se trouvant proches de cette condition entraîne une légère surestimation des évolutions de ces classes de grains. Un déplacement de la distribution vers des classes centrales est alors observé pour les vitesses de 0,01 s^{-1} et 0,1 s^{-1}.
Le cas à 500 s^{-1} est étudié avec une modification du temps de trempe porté à 3 s pour

concorder avec les données expérimentales. On note à cette vitesse un effet non négligeable du temps avant trempe sur la taille de grains moyenne après la déformation. Une légère surestimation des tailles de grains est observée lors du délai de trempe. Il est important de noter qu'à cette vitesse, le procédé expérimental ne permet pas de conserver une vitesse de déformation constante au cours de l'essai et les paramètres du modèle K_1, K_2, K_L sont extrapolés grâce aux lois continues mises en place. On note que l'extrapolation ne permet pas de suivre une cinétique aussi rapide que l'expérimentale où la structure est déjà entièrement recristallisée au niveau de déformation $\varepsilon = 0{,}65$. À cette vitesse, l'hypothèse qu'on se retrouve avec plusieurs cycles de recristallisation peut être envisagée dans les conditions pour les hauts niveaux de déformation. Cependant, l'hypothèse la plus probable reste la même qu'à 10 s^{-1}, *i.e.* que la présence d'un temps de déformation très petit devant le temps avant trempe, qui est également trois fois plus long à cette vitesse, est majoritairement responsable de la recristallisation métadynamique donnant lieu à la distribution observée.

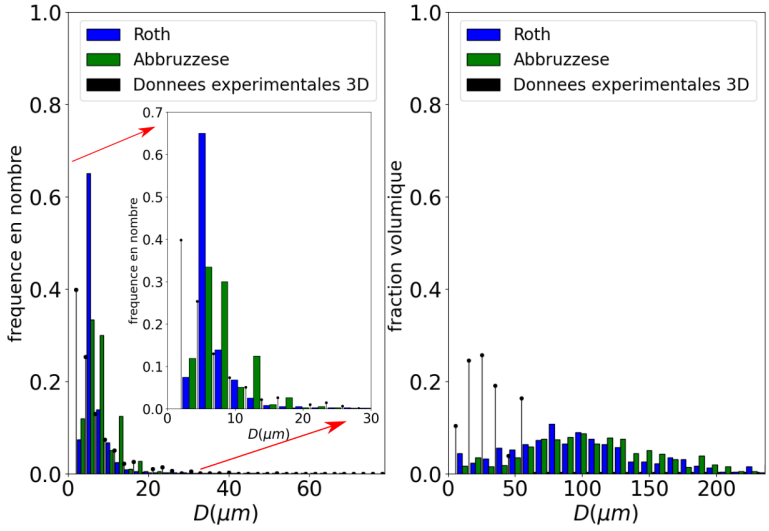
La description de la microstructure adoptée par Abbruzzese *et al.* montre aux basses vitesses une cinétique de recristallisation très faible par rapport au modèle de Roth *et al.*. Cette différence se résorbe avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Le même effet est observé dans le chapitre précédent, il est ici exacerbé par l'ajout d'un nombre plus important de classes de grains recristallisés à chaque pas de temps. La prise en compte de l'historique dans la construction du voisinage par l'intermédiaire des poids topologiques dans le calcul de la probabilité de contact, accentue une représentation où les gros grains non recristallisés sont entourés de grains recristallisés qui ont germé à leur pourtour. Ces grains recristallisés sont donc limités dans leurs échanges volumiques à ces constructions. Il est donc énergétiquement favorable lors de la migration des joints de grains de faire croître ces grains recristallisés au détriment de grains déformés. Dans le cas du modèle d'Abbruzzese *et al.* ces nouveaux grains recristallisés se retrouvent dans le voisinage de tous les grains de la microstructure que l'on pourrait qualifier de milieu homogène équivalent pondéré en surface. Ils subissent alors un nombre d'échanges volumiques beaucoup plus important que dans le modèle de Roth *et al.* et avec des classes de grains de types variés pouvant conduire à leur diminution. Cependant, il est important de prendre en compte la différence de difficulté d'implémentation entre ces deux modèles lors de cette comparaison. Le modèle d'Abbruzzese propose une implémentation rapide permettant de prendre en compte une première topologie tout en conservant l'idée initiale d'un modèle à champ moyen pour des résultats de prédiction relativement proches en tendance de ceux du modèle de Roth *et al.*.

Comparaison quantitative avec le modèle de Maire *et al.*

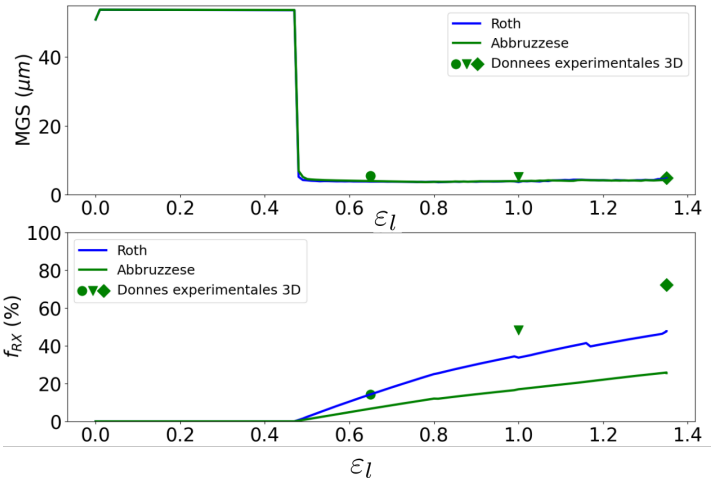
Afin de quantifier le gain de précision dans les résultats par rapport aux données expérimentales entre la description du modèle de Maire *et al.* et la nouvelle version proposée (Roth *et al.*), une comparaison des erreurs L^2 est calculée. Cette erreur se détermine selon l'équation



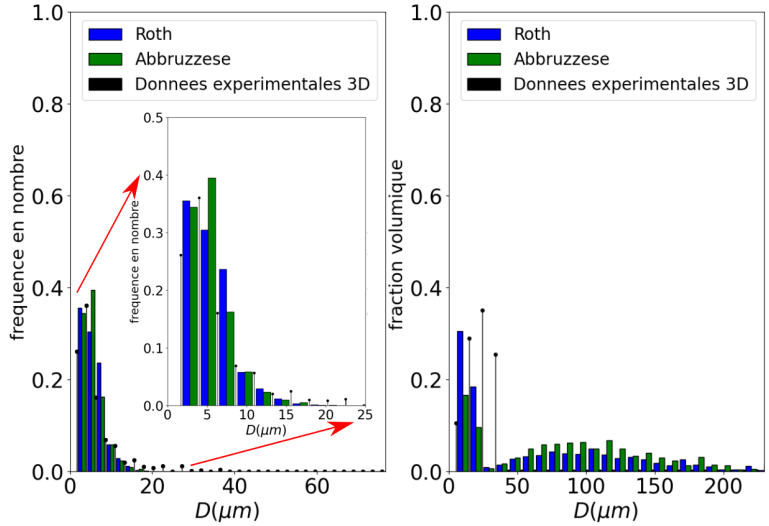
(a) $0{,}01s^{-1}$



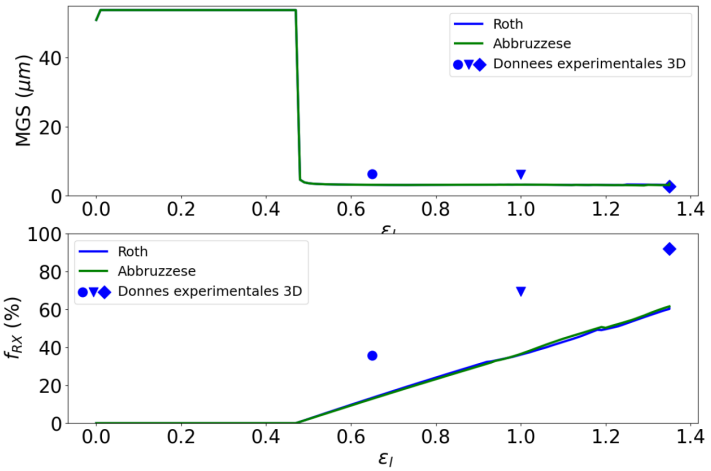
(b) $0{,}01s^{-1}$



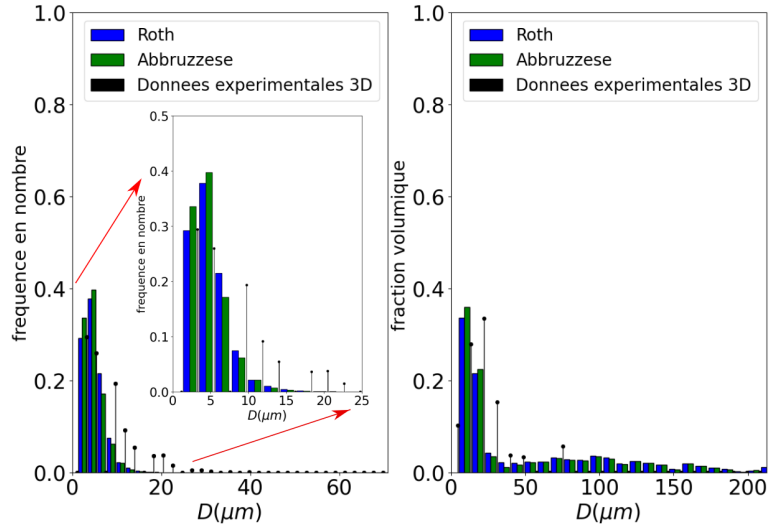
(c) $0{,}1s^{-1}$



(d) $0{,}1s^{-1}$

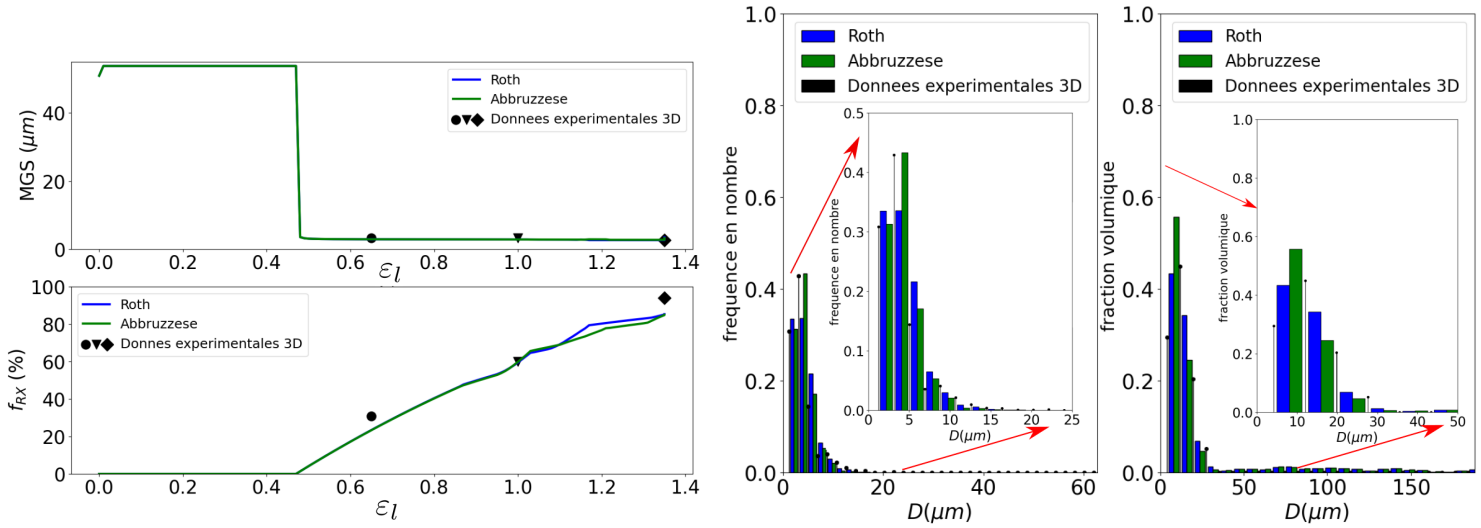


(e) $1s^{-1}$

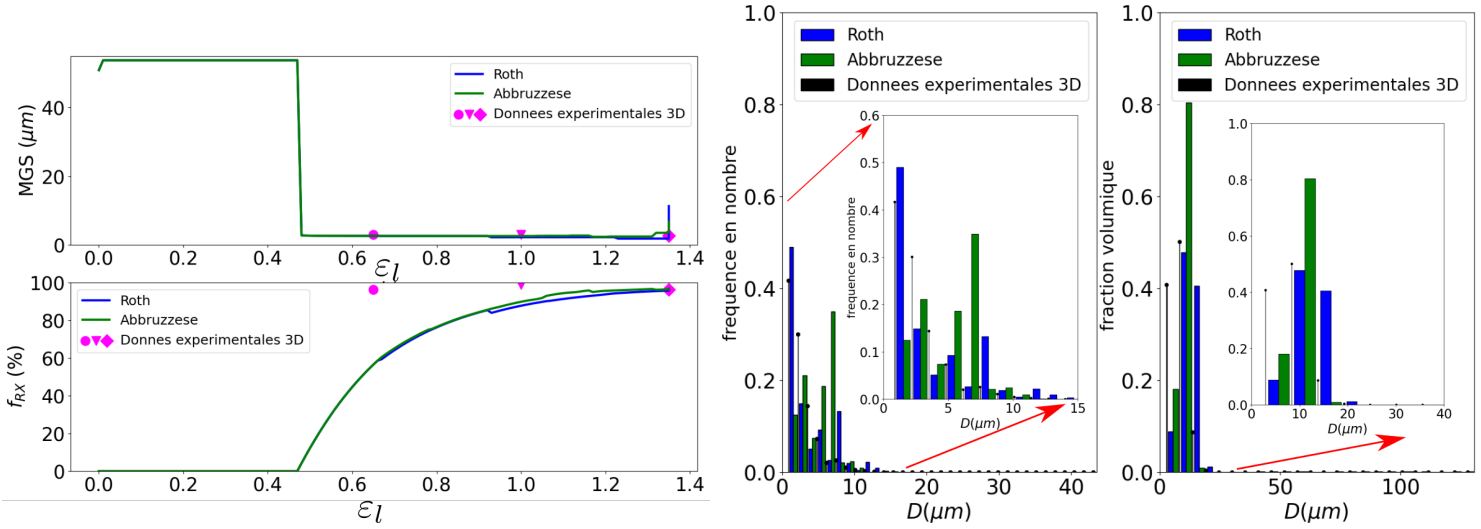


(f) $1s^{-1}$

FIGURE 6.10 – Évolutions de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} et comparaisons des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et en fraction volumique entre le modèle de Roth *et al.*, Abbruzzese *et al.* et les données expérimentales à 1100°C (a)(b) $\dot{\varepsilon}_n = 0{,}01$ s^{-1}, (c)(d) $\dot{\varepsilon}_n = 0{,}1$ s^{-1}, (e)(f) $\dot{\varepsilon}_n = 1$ s^{-1}. 181



(a) $10s^{-1}$ (b) $10s^{-1}$



(c) $500s^{-1}$ (d) $500s^{-1}$

Figure 6.11 – Évolutions de la taille de grains moyenne (MGS) et de la fraction recristallisée f_{RX} et comparaisons des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et en fraction volumique entre le modèle de Roth *et al.*, Abbruzzese *et al.* et les données expérimentales à 1100°C, $\varepsilon_l = 1{,}35$ et (a)(b) $\dot{\varepsilon}_n = 10$ s^{-1}, (c)(d) $\dot{\varepsilon}_n = 500$ s^{-1}.

suivante :

$$L^2(t) = 100 \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} (S_i - S_i')^2}{\sum_{i=1}^{N} (S_i')^2}}, \tag{6.9}$$

avec N le nombre de classes du vecteur de tailles de grains commun utilisé pour la comparaison entre les deux distributions, S_i la surface du bin de la i^{eme} classe de grains du vecteur commun pour la simulation et S_i' la surface du bin de la i^{eme} classe de grains du vecteur commun pour les données expérimentales.

Les figures 6.12a et 6.12b présentent une comparaison de l'erreur L^2 sur les distributions en fréquence en nombre et en fraction volumique pour ces modèles (le modèle de Roth *et al.* en brun et celui de Maire *et al.* en orange) en fonction du paramètre de Zener-Hollomon. Ce paramètre permet d'observer l'ensemble des conditions thermomécaniques en même temps.

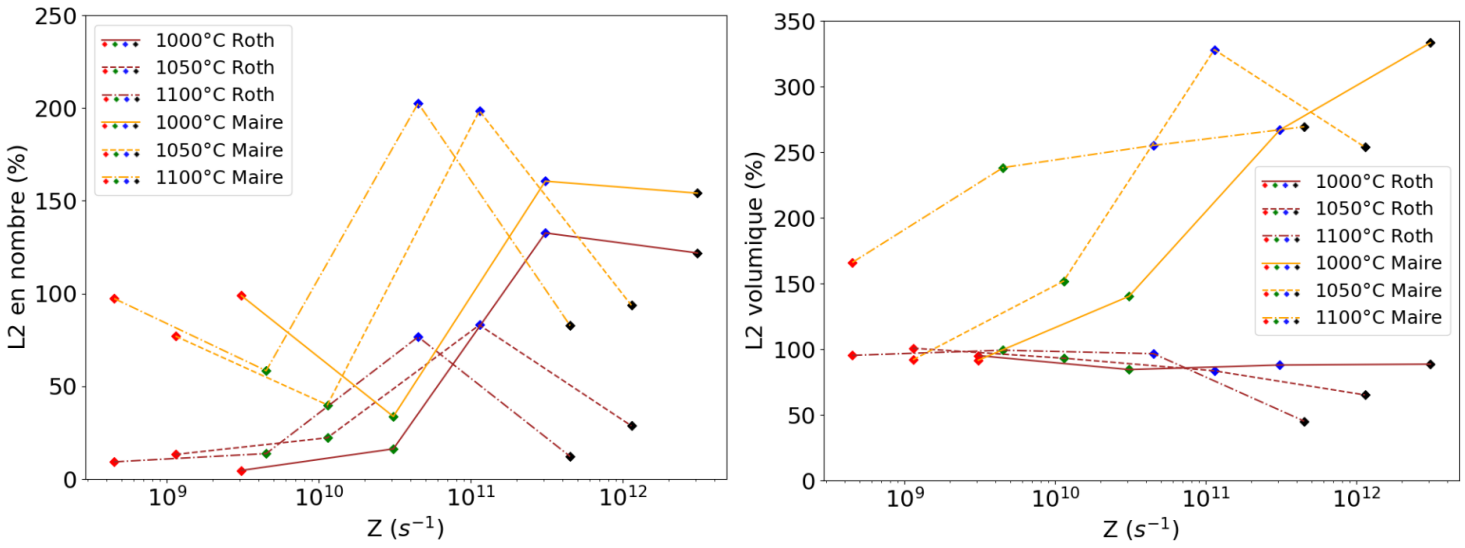
De manière générale, les valeurs d'erreurs L^2 sont élevées principalement dues à la différence de dispersion entre les données expérimentales et les données prédites. Les données expérimentales présentent une queue de distribution beaucoup plus faible que les données simulées pour les raisons exposées dans la section 5.3.3 et 5.4. Ceci joue un rôle important dans la hausse des valeurs d'erreur L^2 en fraction volumique. Cependant, l'emploi de l'erreur L^2 permet de comparer ces deux modèles par rapport à une référence commune.

On note une baisse importante de l'erreur L^2 dans les deux types de représentation avec la mise en place de la nouvelle méthode de germination. Aux petites valeurs de Z, on retrouve les données à faibles vitesses de déformation et de la même manière aux grandes valeurs de Z les valeurs à hautes vitesses de déformation. Le code couleur employé tout au long du manuscrit est également respecté dans ce graphique. En appliquant une comparaison relative entre ces deux modèles, on retrouve facilement les conclusions de l'analyse précédente, où une nette amélioration des résultats de prédiction est obtenue pour les hautes vitesses de déformation ($> 0{,}1\ s^{-1}$). À plus basses vitesses, la différence est notable en fréquence en nombre, cependant la représentation volumique affiche des erreurs de mêmes ordres de grandeur.

6.4.2 Simulation d'un traitement thermique suivi de déformation à chaud

À l'aide des résultats du chapitre 4 et de l'analyse précédente, les prédictions de tendances en croissance de grains et en recristallisation dynamique discontinue montrent des prédictions relativement satisfaisantes. Ces deux étapes de procédé de mise en forme sont alors couplées au sein d'une seule simulation. Le chemin thermomécanique emprunté dans les simulations de la section précédente est de nouveau utilisé. Cependant, on considère maintenant comme distribution d'entrée du modèle la distribution expérimentale du matériau comme reçu (cf. figure 6.13). La distribution finale analysée a alors subi un traitement thermique de 30 min à la température de déformation suivie d'une passe de déformation et d'un délai avant trempe de 1 s modélisé par un maintien en température.

Les conditions thermomécaniques à 1100°C et aux vitesses entre $0{,}1\ s^{-1}$ et $10\ s^{-1}$ sont retenues pour cette analyse et seront comparées aux données expérimentales. Les résultats



(a) $0{,}01s^{-1}$ (b)

Figure 6.12 – Comparaisons des erreurs L^2 calculées par rapport aux données expérimentales en fonction du paramètre de Zener-Hollomon entre le modèle Roth *et al.* et Maire *et al.* (a) en fréquence en nombre et (b) en fraction volumique.

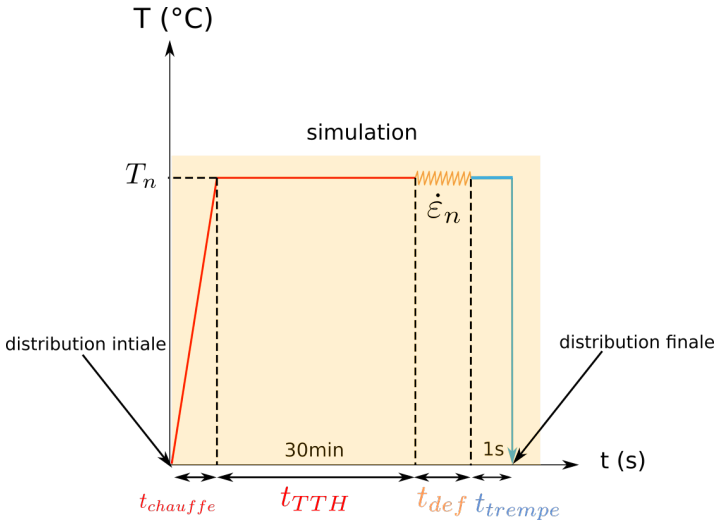


Figure 6.13 – Chemin thermomécanique d'un maintien en température de 30 min à T_n suivi d'une déformation à (T_n, $\dot{\varepsilon}_n$) et d'une trempe eau après 1 s de maintien en température.

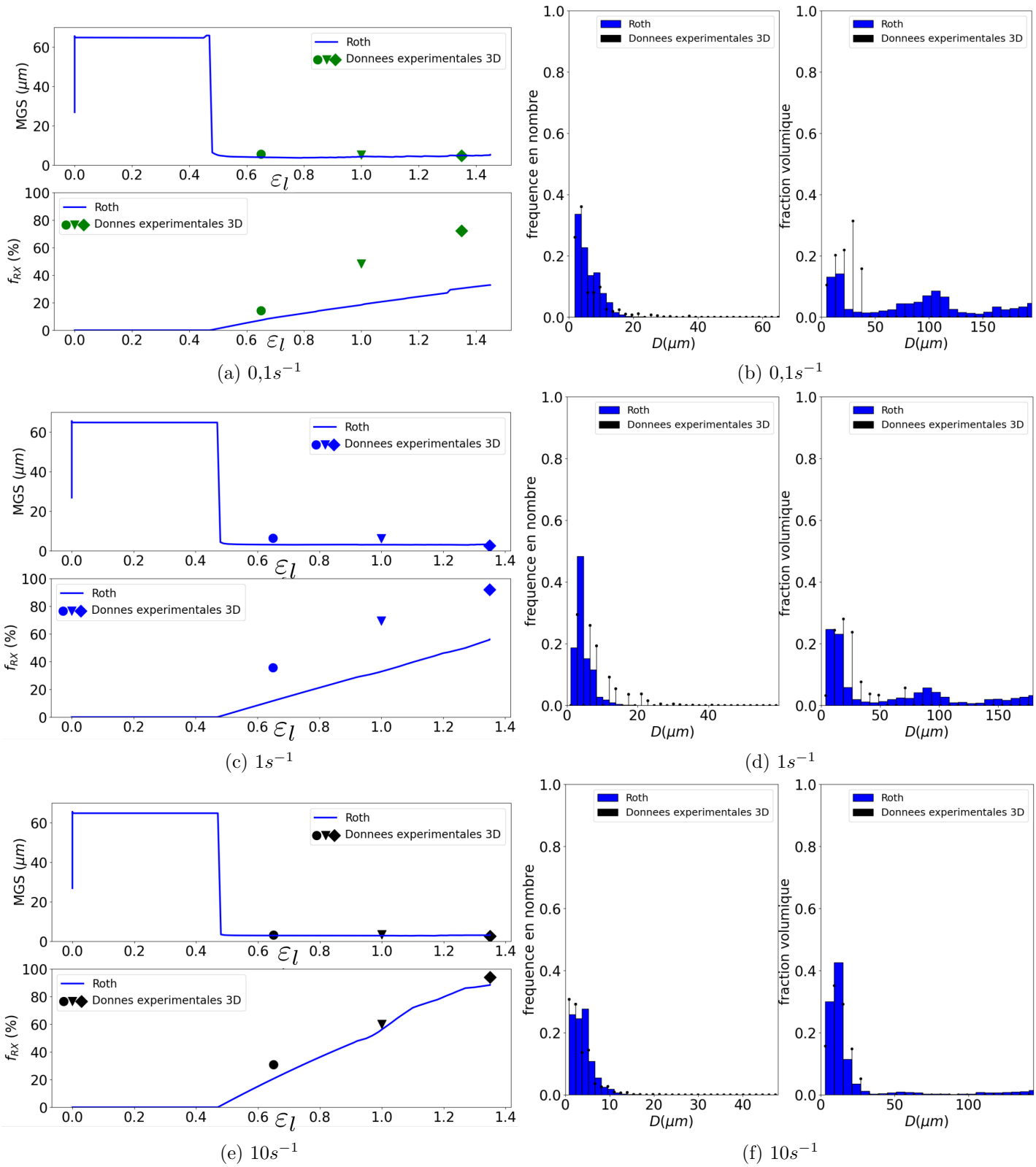
pour ces simulations sont illustrés dans la figure 6.14. Les cinétiques de recristallisation et les tailles de grains moyennes prédites sont très similaires à celles des simulations de déformation seules. En effet, la taille de grains moyenne initiale semble avoir très peu d'effet sur la prédiction en déformation. La cinétique de recristallisation reste similaire à celle prédite à la section 6.4.1, avec les paramètres identifiés et la loi de recristallisation qui restent identiques. On peut noter une tendance d'évolution cohérente de la cinétique de recristallisation avec les conditions thermomécaniques. Cependant, les cas à 0,1 s^{-1} et 1 s^{-1} montrent certaines difficultés à prédire de manière exacte la cinétique. Comme discuté dans le chapitre précédent, la prédiction de la cinétique de recristallisation est intimement liée au choix de travailler avec une loi continue pour le paramètre de germination K_L. La loi définie pour ce paramètre est optimisée afin de donner la meilleure réponse globale pour l'ensemble de la plage de conditions thermomécaniques de calibration.

Les distributions de tailles de grains présentent des prédictions en bonne adéquation avec les données expérimentales. Une bonne dispersion des petites classes de grains associés aux grains recristallisés est observée. Les distributions à 0,1 s^{-1} et 1 s^{-1} montrent des cinétiques de fraction recristallisée plus faible que les données expérimentales se traduisant dans les distributions de tailles de grains par le manque des classes de grains autour de $50\mu m$ dans la représentation volumique. À 10 s^{-1} la cinétique est en parfaite corrélation avec les données expérimentales et montre une prédiction de la distribution très proche des données expérimentales.

6.4.3 Simulation d'un traitement thermique suivi d'une déformation à chaud et d'un maintien en température

Le chemin thermomécanique est de nouveau complexifié en ajoutant un maintien en température post-déformation (cf. figure 6.15). Celui-ci fait alors intervenir les trois principaux phénomènes microstructuraux ayant lieu pendant un procédé de mise en forme à chaud pour la classe d'alliages considérée ici : la recristallisation dynamique discontinue, la recristallisation post-dynamique et la croissance de grains.

Deux conditions seront testées sur ce chemin thermomécanique, car les données expérimentales n'ont été réalisées que sur ces conditions spécifiques. Le premier cas est simulé à 1050°C, $\dot{\varepsilon}_n = 1$ s^{-1} et $\varepsilon = 1$ avec un maintien en température post-déformation de 1 min comme illustré dans la figure 6.15a. Le second cas est simulé à la température de 1100°C, $\dot{\varepsilon}_n = 10$ s^{-1} et $\varepsilon = 0{,}65$ avec trois maintiens en température post-déformation aux temps de 1, 2 et 10 min comme illustré dans la figure 6.15b. Les figures 6.16 et 6.17 synthétisent les résultats obtenus pour ces deux cas de simulation. Les évolutions de la taille de grains (MGS) et de la fraction recristallisée sont ici représentées en fonction du temps afin de pouvoir capturer les évolutions post-dynamiques. L'évolution de la taille de grains moyenne à la suite de la déformation présente une évolution saccadée. Le nombre de classes présentes dans le système est supérieur à 1500 classes au début du maintien thermique post-dynamique. Ceci permet une bonne représentativité statistique. À chaque pas de temps, le nombre de classes diminue drastiquement. Lorsqu'une petite classe de grains recristallisée avec une fréquence importante



(a) $0{,}1s^{-1}$ (b) $0{,}1s^{-1}$

(c) $1s^{-1}$ (d) $1s^{-1}$

(e) $10s^{-1}$ (f) $10s^{-1}$

Figure 6.14 – Évolution de la taille de grains moyenne (MGS), de la fraction recristallisée f_{RX} et des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et en fraction volumique à 1100°C, $\varepsilon_l = 1{,}35$ et (a)(b) $\dot{\varepsilon} = 0{,}1$ s^{-1}, (c)(d) $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{-1} et (e)(f) $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{-1}.

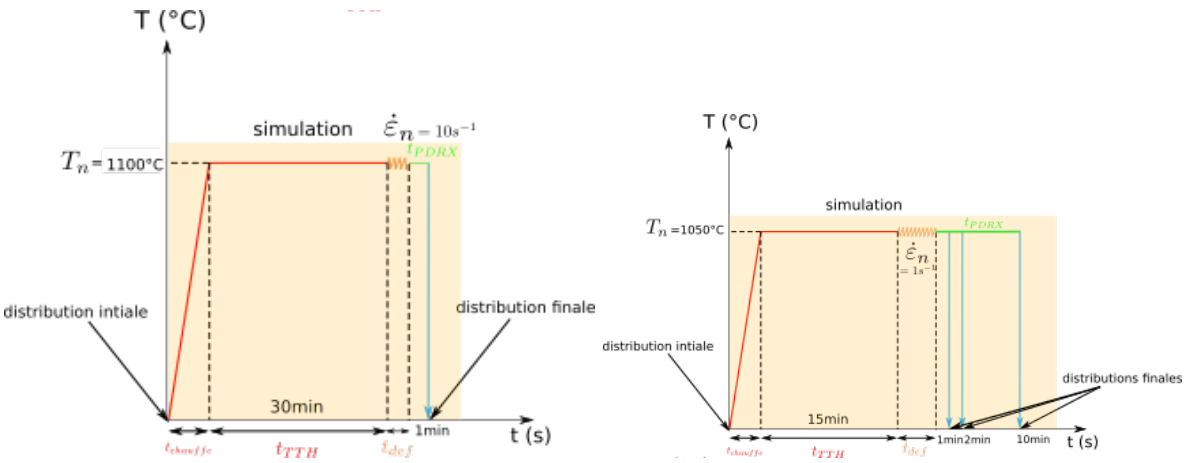


FIGURE 6.15 – (a) Chemin thermomécanique à 1100°C, $\dot{\varepsilon} = 10$ s^{-1} et $\varepsilon = 0{,}65$, (b) Chemin thermomécanique à 1050°C , $\dot{\varepsilon} = 1$ s^{-1} et $\varepsilon = 1$.

disparaît, la moyenne est fortement impactée. En effet, ici la taille de grains recristallisés introduite est piochée dans une distribution continue modélisée par la loi log-normale déterminée préalablement. Cette distribution comprend donc des classes dont la taille de grains se trouvent en dessous de la valeur du critère de Bailey-Hirsch pour les conditions thermomécaniques considérées. Ces dernières auront donc tendances à disparaître. Afin d'améliorer la précision de la distribution introduite dans la microstructure, une troncature de cette distribution continue pourrait être effectuée à la valeur du critère de Bailey-Hirsch pour chaque condition.

Les distributions de tailles de grains aux différents temps de maintiens post-déformation offrent une bonne corrélation générale avec les données expérimentales. On peut cependant noter, une perte de prédiction de la queue de distribution sur les distributions en fraction volumique. On observe bien au travers de ces trois distributions un déplacement progressif de la distribution vers les plus grands diamètres. La cinétique d'évolution de la taille de grains semble être plus lente dans le cas du modèle. Les hypothèses du modèle sur l'uniformisation d'énergie de joints de grains, de densité de dislocations par grains et de l'emploi de sphères pour représenter la forme des grains peuvent contribuer à un effacement plus rapide des hétérogénéités entre les différentes classes de grains et ainsi ralentir l'évolution de la croissance de grains post-dynamique.

6.5 Discussion générale sur le modèle de Roth *et al.*

De manière générale, l'ajout d'une distribution de grains recristallisés améliore les prédictions de distributions de tailles de grains. À première vue, l'idée d'introduire directement une prédiction des distributions de grains recristallisés peut paraître discutable.
Cependant, comme largement discuté précédemment, la notion de germes en recristallisation dynamique n'est pas saisissable expérimentalement. Que ce soit en recristallisation dynamique discontinue ou continue les germes se forment par l'agencement de dislocations intragranu-

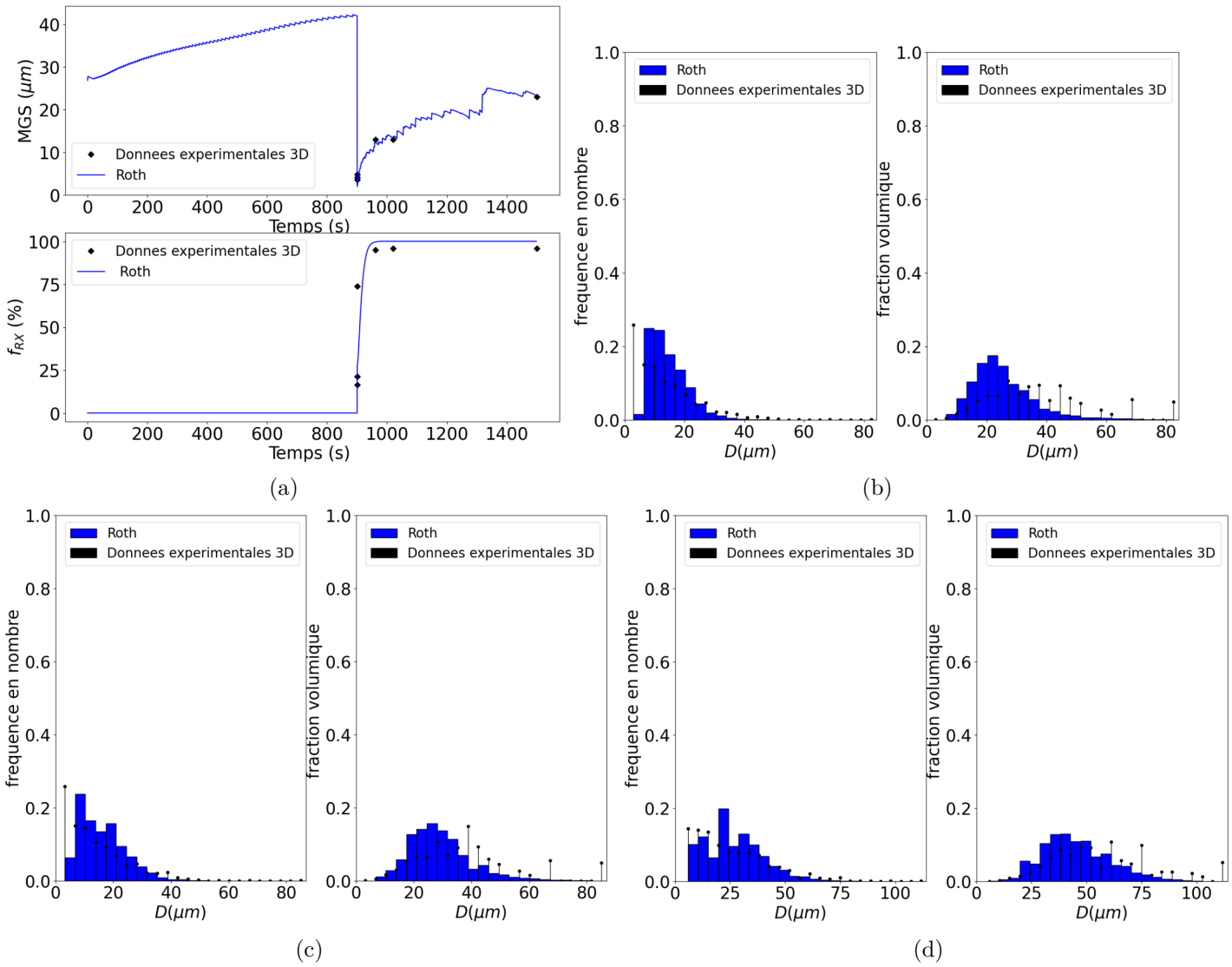
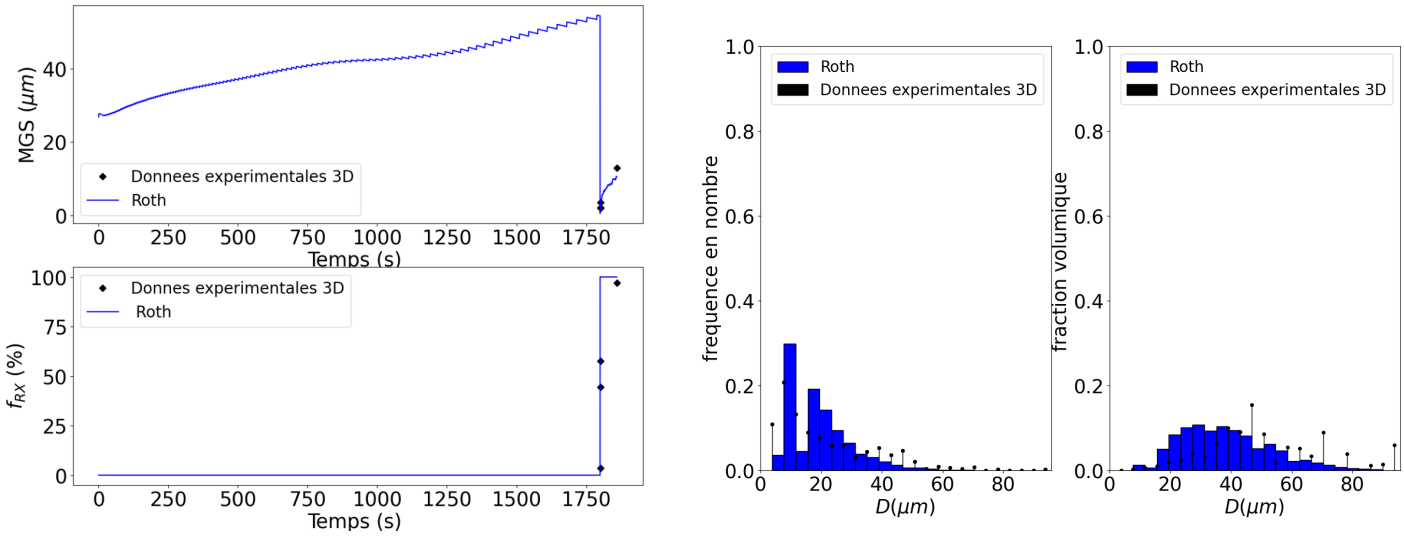


Figure 6.16 – (a) Évolutions de la taille de grains moyenne (MGS), de la fraction recristallisée f_{RX} et (b,c,d) des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et fraction volumique pour des maintiens en température de (b) 1 min, (c) 2 min, (d) 10 min après une déformation à T=1050°C, 1 s^{-1} et $\varepsilon_l = 1$.

laires, mais à des échelles spatio-temporelles différentes. L'estimation de la taille de germe par le critère de Bailey–Hirsch au travers de l'équation (2.87) donne pour l'ensemble des conditions thermomécaniques (décrite par leur valeur du paramètre de Zener–Hollomon), les valeurs de R_{cr} illustrés dans la figure 6.18. Selon les conditions thermomécaniques, la taille de germes peut atteindre jusqu'à plusieurs microns, ce qui n'est plus de l'ordre de grandeur d'une taille de germes mais plutôt l'ordre de grandeur d'une taille de grains recristallisés. Cette observation renforce, l'intérêt de la méthode développée.

Cependant, même si cette nouvelle description apporte des avantages indéniables de précision, elle est intimement liée à des analyses expérimentales poussées sur la nuance étudiée. Au cours de ces analyses, décrites dans le chapitre 3, on a pu noter qu'un délai irréductible avant la trempe à l'eau avait lieu. Celui-ci permet donc le développement d'une phase de re-



(a) (b)

FIGURE 6.17 – Évolution de la taille de grains moyenne (MGS), de la fraction recristallisée f_{RX} et des distributions de tailles de grains en fréquence en nombre et fraction volumique pour un maintien en température de 1 min après déformation à 1100°C, 10 s^{-1} et $\varepsilon = 0.65$.

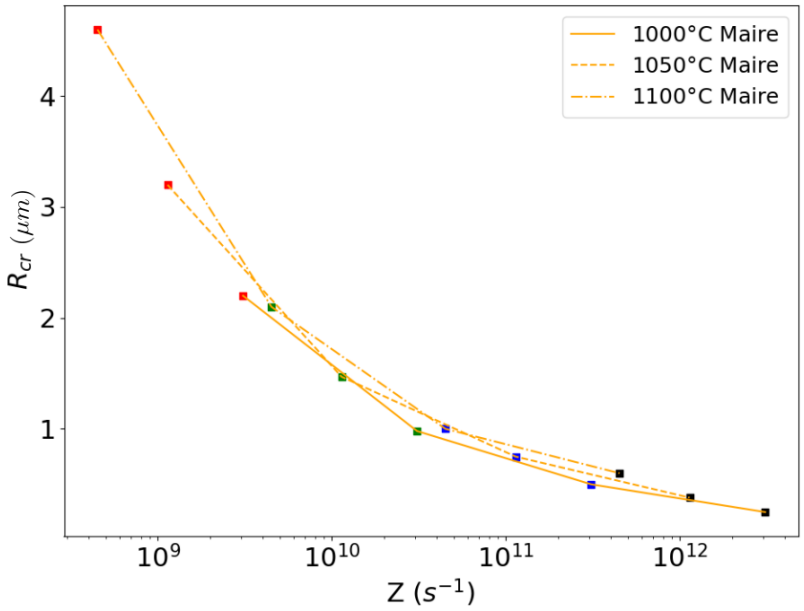


FIGURE 6.18 – Valeurs prises par le rayon critique calculé avec l'équation (2.87) pour l'ensemble des conditions thermomécaniques en fonction du paramètre de Zener–Hollomon.

cristallisation post-dynamique. Lors de l'identification des distributions de grains recristallisés employées pour calibrer la loi de germination, la différenciation entre la recristallisation dynamique et post-dynamique n'est pas effectuée. Effectivement, la phase exploratoire de cette nouvelle méthode visait dans un premier temps à déterminer sa fonctionnalité. Afin d'affiner la loi de germination mise en place, une étude plus précise de différenciation des populations de grains recristallisés devra être effectuée. Pour se faire, la méthode développée dans les

travaux [132] peut-être utilisée.

6.6 Conclusion

Ce dernier chapitre de résultats apporte une première méthode validée sur du 316L pour répondre à la problématique principale de ce projet de présenter un modèle permettant de modéliser et de prédire les évolutions microstructurales lors d'un procédé de mise en forme à chaud sur une plage étendue de vitesses de déformation. La grande majorité des modèles de la littérature [64, 65, 67, 93] tentent de modéliser l'étape de germination. Ils utilisent le critère de Bailey–Hirsch calculant la taille critique d'un nouveau grain introduit dans une microstructure pour qu'il soit énergétiquement viable. Cependant, il est expérimentalement très compliqué de pouvoir observer des germes et même de qualifier ce que l'on considère comme un germe. La méthode mise en place ici se fonde directement sur des observations expérimentales où seuls les grains recristallisés sont facilement observables. Au travers de ces développements, deux lois phénoménologiques adaptées au 316L ont été mises en place afin de décrire en fonction des conditions thermomécaniques, les paramètres de taille de grains recristallisés (moyenne arithmétique et écart-type) à introduire. L'étape de germination n'est alors plus prise en compte dans cette description où des grains recristallisés issus de la distribution recréée sont ajoutés directement dans la microstructure de manière discrète. Les résultats obtenus avec cette méthode en recristallisation dynamique discontinue permettent une nette amélioration des prédictions de distributions de tailles de grains sur l'ensemble des vitesses de déformation testées de 0,01 s^{-1} à 500 s^{-1}. Une meilleure dispersion des distributions de tailles de grains est obtenue permettant une meilleure corrélation avec les données expérimentales. À partir de ces développements, des chemins thermomécaniques introduisant des maintiens en température précédant et suivant la déformation sont ajoutés afin de simuler un procédé de mise en forme avec un chauffage d'homogénéisation du matériau, une passe de déformation mécanique suivie d'une interpasse où la température est maintenue. Les résultats de ces prédictions sont prometteurs avec une bonne fidélité vis-à-vis des données expérimentales. Comme tout modèle, le modèle présenté ici repose sur certaines hypothèses par rapport à la réalité expérimentale. Certaines de ces hypothèses peuvent être améliorées tout en restant dans une description de modèle à champ moyen. D'autres, feront tendre ce type de modèle vers une description champ complet. L'ensemble des possibilités d'amélioration de ce modèle sont décrites en détail dans le chapitre suivant dédié aux conclusions et perspectives.

Chapitre 7

Conclusions et Perspectives

7.1 Conclusion Générale

Ce travail de thèse a été mené au sein de la chaire ANR industrielle RealIMotion dans le cadre du consortium DIGIMU composé du CEA, de l'éditeur de logiciel TRANSVALOR et de grandes entreprises de l'industrie métallurgique, telles que Safran, Aubert & Duval, Framatome, Timet, ArcelorMittal, Constellium, Aperam et Ascometal. L'objectif principal de ce travail de recherche était de proposer un modèle à champ moyen pour prédire les évolutions microstructurales d'un acier austénitique 316L lors de la recristallisation dynamique discontinue sur une large plage de vitesses de déformation employées industriellement entre 0,01 s^{-1} et 10 s^{-1}. Ce modèle s'appuie sur les travaux initiaux de modèle à champ moyen réalisés au sein de l'équipe MSR du CEMEF et dont la dernière itération de développement provenait des travaux de Maire *et al.* [4] sur un acier austénitique 304L et qui se distingue par une description de la microstructure innovante pour un champ moyen. En effet, un voisinage spécifique y est introduit comparativement aux autres modèles existants. Cependant, ce modèle comme la majorité des modèles en champ moyen de la littérature présente des prédictions microstructurales valides pour une plage de vitesses de déformation restreinte entre 0,01 s^{-1} et 0,1 s^{-1}, c'est à dire très partiellement représentative des valeurs employées industriellement.

La première étape dans ces travaux de thèse s'est consacrée à proposer une compréhension approfondie et minutieuse du principe de description de la microstructure développée dans les travaux précédents de Maire *et al.*. Cette phase s'est avérée importante pour appréhender la complexité du système implémenté. Le résultat de cette analyse détaillée a donné lieu à la présentation exhaustive du fonctionnement de ce modèle, détaillé dans le chapitre 2 de la thèse. Afin de cerner l'apport et les fondements de cette description, un état de l'art étendu sur tous les types de modèles à champ moyen a été réalisé en se concentrant principalement sur l'observation des différents types de description de la microstructure existants.

Dans ce but d'extension du domaine de validité des vitesses de déformation, plusieurs étapes ont été nécessaires. Tout d'abord, une étape de validation préalable de la modélisation des phénomènes microstructuraux implémentés a été importante dans le cadre du nouveau matériau employé. Ces validations ont été effectuées pour la croissance de grains et la recristallisation dynamique discontinue en comparant les résultats obtenus avec des modèles issus de la littérature ainsi qu'en les confrontant à des données expérimentales acquises durant ce

travail de thèse.

Une campagne d'essais expérimentaux a été réalisée afin de générer des données de traitement thermique et de compression à chaud sur cette plage étendue de vitesses. Dans un but d'uniformisation de la méthode de déformation et afin d'éviter des biais de dépouillement, seuls les essais de compression ont été sélectionnés et exécutés à l'aide d'une machine de compression hydraulique et d'un marteau-pilon instrumenté. L'utilisation de la microscopie électronique à balayage couplée à la détection EBSD a permis d'obtenir des mesures exactes des tailles de grains, conduisant ainsi à l'obtention de distributions de tailles de grains précises et représentatives des conditions thermomécaniques reproduites et des fractions recristallisées associées. Ces données ont été utilisées afin d'identifier les paramètres M, K_1, K_2 et K_L du modèle tout en servant également de données de référence dans l'analyse des prédictions des distributions de tailles de grains simulées.

Le fonctionnement de ce modèle en régime de croissance de grains n'ayant jamais été validé, cette validation a été effectuée en discutant et en argumentant les choix de modélisation notamment concernant la dimension de probabilité de contact et le choix de l'ordre de sélection des classes dans la distribution de tailles de grains pour la construction du voisinage. Une étude visant à déterminer le paramètre numérique optimal du nombre initial de classes a permis de discuter de la représentativité du modèle, ce qui a contribué à réduire les variations dans les prédictions dues aux paramètres d'entrée. Ce modèle présente ainsi une aussi bonne description de ce phénomène que les modèles d'Hillert et d'Abbruzzese *et al.* pour des microstructures mono- et bimodale. Il offre également une description plus précise des queues de distributions par l'avantage apporté concernant le choix de la dimension de la probabilité de contact.

L'application de ce modèle de recristallisation dynamique sur l'acier 316L dans la plage de vitesses de déformation étudiée expérimentalement a mis en évidence les limites de prédictions du modèle. Celles-ci ne sont pas attribuables à la méthode de description de la microstructure. En effet, les descriptions de Maire *et al.* et d'Abbruzzese *et al.* adaptée en 3D présentent les mêmes faiblesses de prédictions. La limitation se situe dans le choix de modélisation de la germination. En introduisant le volume disponible à la germination dans la microstructure au travers d'une unique classe de germe apparaissant à chaque pas de temps, dont la taille est donnée par le critère de Bailey–Hirsch, la dispersion de la distribution de tailles de grains lors de la recristallisation s'en trouve réduite. Elle se restreint par ailleurs davantage lorsque la vitesse de déformation augmente, ne permettant pas l'action de la croissance de grains pour augmenter la dispersion de taille de grains. La notion de germe est sujet à débat dans la littérature, il s'agit en effet d'une entité qui n'est pas observable expérimentalement et elle n'est donc pas quantifiable et mesurable facilement à l'échelle spatio-temporelle pertinente pour le mécanisme de recristallisation.

Afin de se rapprocher des observations expérimentales, une méthode introduisant directe-

ment une distribution de tailles de grains recristallisés a alors été choisie, augmentant ainsi la dispersion autour de la taille des grains recristallisés. Cette méthode a été définie à l'aide de deux lois phénoménologiques adaptées au 316L : une première décrivant la taille de grains moyenne avec une dépendance à la température et à la vitesse de déformation et la seconde décrivant l'écart-type en considérant une loi linéaire pour relier ce dernier à la taille de grains moyenne. De nouveaux outils ont également été mis en place tels que le "bornage" et la "sous-discrétisation" des distributions de tailles de grains permettant d'optimiser les temps de calcul. Les résultats obtenus en recristallisation dynamique avec ce modèle ont montré de nettes améliorations sur les prédictions de tailles de grains aux grandes vitesses de déformation. Le modèle a également été validé pour des chemins thermomécaniques complexes mêlant traitements thermiques, déformations mécaniques et maintiens post-dynamiques.

7.2 Perspectives

Ces travaux ont abouti à l'établissement d'un volet expérimental spécifiquement conçu pour soutenir le développement numérique du modèle de recristallisation à champ moyen élaboré au sein du laboratoire. Lors de l'exploitation de ce modèle, une phase préliminaire de compréhension et de validation des éléments existants s'est avérée essentielle. Dans ce contexte, certaines hypothèses ont été soumises à des tests et à des discussions, bien que cela n'ait pas nécessairement conduit à des propositions de modification. Diverses opportunités s'offrent pour les développements futurs, qu'ils soient d'ordre numérique ou expérimental, dans le but de renforcer et d'améliorer ces travaux. Ces différentes idées sont synthétisées ci-dessous dans un ordre que je juge prioritaire.

7.2.1 Perspectives expérimentales

Croissance de grains dans les aciers austénitiques. L'acier austénitique 316L utilisé dans ces travaux présente une cinétique de croissance de grains plus lente qu'attendue. Dans cet alliage, dont la composition exacte n'est pas connue, on observe notamment une saturation de la taille de grains moyenne pour des températures $\geq$1050°C et des durées de traitement thermique $\geq$2 h. Ne constituant pas le coeur de ce travail, les données issues de la campagne en croissance de grains ont été utilisées telles quelles afin d'identifier le paramètre de mobilité réduite $M\gamma$ des joints de grains pour chaque température considérée.
Une compréhension plus fine de l'effet de certains éléments d'alliage sur la cinétique de croissance de grains permettrait à l'avenir de prendre en compte leur contribution. La mobilité pourrait ainsi être réidentifiée et la dépendance à la composition chimique prise en compte plus physiquement au travers d'un terme dédié. Une analyse de la composition chimique de l'alliage pourrait apporter un premier élément de réponse : Gavard, dans ses travaux de thèse [119], a notamment noté l'effet de la concentration d'interstitiels et principalement du carbone sur les cinétiques de croissance de grains.

Exploitation des données de torsion pour validation supplémentaire du modèle. Des données expérimentales en torsion ont été réalisées à des vitesses de 10 s^{-1}. Dans le but de conserver

le même type de déformation pour une première approche des hautes vitesses de déformation, ces données ont été écartées. En effet, les résultats obtenus entre les deux types de déformation diffèrent. Cependant, il pourrait être intéressant de comparer les distributions de tailles de grains entre ces deux types d'essais et d'observer s'il y a un impact du type de déformation sur la cinétique de recristallisation et/ou sur la taille de grains recristallisés. L'impact du mode de déformation sur les prédictions du modèle pourrait permettre de mettre en évidence d'éventuelles limitations associées par exemple à la loi d'écrouissage utilisée ou à la nécessité de mieux prendre en compte les aspects associés aux orientations cristallines.

Mesure de l'auto-échauffement Dans le cadre de ce travail, une donnée expérimentale essentielle et non négligeable n'a pas été mesurée expérimentalement : l'auto-échauffement. Il est très compliqué d'obtenir une mesure correcte et valide de l'auto-échauffement de l'échantillon lors de sa déformation. Les principales limitations concernent la fréquence d'échantillonage des modules d'acquisition pour les grandes vitesses de déformation et le risque de détérioration du thermocouple pendant la déformation.
Deux types d'essais pour mesurer l'auto-échauffement pourraient être envisagés. Des essais de torsion avec un thermocouple enroulé et soudé à l'éprouvette pourraient nous donner un premier ordre d'idée de la température de surface atteinte au cours de ces essais. Cependant, dans ce cas, le thermocouple risque de se détacher de l'éprouvette au cours de la déformation ne permettant pas un suivi de la température au cours de l'ensemble de l'essai.
Ce travail pourrait également être réalisé sur des essais de compression en perçant un échantillon contenant le thermocouple. Cependant, un échantillon d'une géométrie plus imposante que les pions utilisés habituellement devrait être utilisé afin de limiter l'effet du perçage sur la thermique de l'échantillon. Cependant, de la même manière que pour la torsion, le thermocouple risquerait de perdre le contact avec l'échantillon pendant sa déformation.
Il serait cependant intéressant de voir si l'ordre de grandeur de l'auto-échauffement considéré dans la simulation par FORGE est une bonne estimation et si une réelle corrélation entre les tailles de grains recristallisés et l'élévation de température momentanée pendant la déformation peut être observée.

Différenciation des populations de grains recristallisés afin d'affiner la calibration de la loi de germination Comme souligné dans la section 6.5, la calibration de la nouvelle loi de germination, déterminée dans ces travaux, émane de la mesure expérimentale des distributions de tailles de grains recristallisés par analyse EBSD. Dans cette première phase de développement de la méthode, la différenciation des grains selon leur type de recristallisation n'a pas été réalisée. En ce sens, les distributions de tailles de grains mesurées tiennent alors compte de manière indifférenciée des grains ayant recristallisé dynamiquement et de ceux ayant recristallisé post-dynamiquement pendant le délai présent avant la trempe. La cinétique de la recristallisation post-dynamique étant dépendante de la vitesse de déformation, les résultats aux hautes vitesses de déformation auront donc tendance à présenter des populations de grains recristallisés plus mixtes avec une proportion post-dynamique plus importante. Afin d'affiner la calibration de cette loi, une méthode à celle proposée par Alexis Nicolaÿ [132] dans ses

travaux de thèse peut être utilisée. Ce dernier montre qu'il est possible de différencier ces deux types de populations par analyse EBSD à haute résolution angulaire ou bien en filtrant le bruit de mesure issue de l'acquisition lors du post-traitement des données. Les grains recristallisés dynamiquement possèdent des désorientations intragranulaires plus élevées car ils ont vu une partie de l'écrouissage suite à leur apparition, contrairement aux grains recristallisés post-dynamiquement. Cette méthode permettrait alors de calibrer plus finement la loi de germination déjà mise en place.

Campagne d'essais haute vitesse avec une géométrie de pion de compression de plus grandes dimensions. Lors des essais à très haute vitesse de déformation (500 s^{-1}) réalisés à l'Université de Mondragon, les pions de compression n'ont pas vu, localement, une vitesse de déformation constante. Afin de s'approcher au centre de l'échantillon d'une vitesse de déformation constante durant l'essai, l'hypothèse d'utiliser des échantillons de plus grandes dimensions a été avancée. Ces nouveaux essais permettraient de discuter de l'effet d'une vitesse de déformation constante ou non sur les évolutions microstructurales locales.

7.2.2 Perspectives de modélisation

Mise en place d'une construction de voisinage aléatoire. Au cours de ce travail, la description de la microstructure employée a fait l'objet d'une compréhension approfondie et de discussions détaillées. Le chapitre 4 a mis en lumière l'effet de l'ordre de sélection des classes de grains dans la distribution de tailles de grains pour la construction du voisinage. Dans ce cadre, différents ordres de construction ont été testés. Pour atténuer cet impact potentiel sur les prédictions, l'idée d'adopter une construction de voisinage aléatoire à chaque pas de temps a été envisagée et implémentée mais n'a pas encore fait l'objet de tests ni de validation, principalement en raison de contraintes de temps. En effet, la non-reproductibilité des résultats complique la phase de validation de cette perspective.

Généralisation de la méthode pour contourner la germination à d'autres matériaux. La méthode proposée afin de contourner le problème de germination observé avec le modèle de Maire *et al.* a été, dans le cadre de ces travaux, uniquement adaptée pour le matériau 316L. Dans une perspective globale d'appliquer ce modèle à d'autres matériaux, une réévaluation à partir de données expérimentales des paramètres matériau M, K_1, K_2, et K_L, ainsi que des lois phénoménologiques pour décrire la distribution de grains recristallisés est nécessaire. Cependant, cette méthode nécessite une campagne expérimentale exhaustive, qui dans le cadre d'une application industrielle du modèle peut être lourde. Par conséquent, le développement d'une méthode qui maintienne le nouveau formalisme mis en place tout en réduisant la dépendance à une base de données conséquente serait un vrai atout. Une alternative serait de maintenir l'idée de caractériser la distribution de la taille des grains recristallisés en utilisant les grandeurs d'écart-type et de taille de grains moyenne, tout en remplaçant la loi phénoménologique liée à la taille moyenne des grains par un critère de type Bailey–Hirsch. Ce dernier donnant une valeur de rayon critique que l'on pourrait associer à la taille de grains recristallisés moyenne.

Prise en compte de l'auto-échauffement dans le modèle. La loi phénoménologique employée pour déterminer la taille de grains moyenne des grains recristallisés dans le modèle de Roth *et al.* dépend uniquement des conditions thermomécaniques. Lors de l'identification de ces paramètres, la température finale des essais de compression, simulée par FORGE est considérée pour rendre compte du phénomène d'auto-échauffement. Cependant, une fois intégrée dans le modèle, cette loi utilise les conditions macroscopiques (ou nominales) du chemin thermomécanique et ne prend donc pas en compte l'élévation en température due à l'auto-échauffement. Une première manière de le prendre en compte pourrait être de modifier la rampe de température du chemin thermomécanique introduit dans le modèle à partir de l'évolution thermique donnée par FORGE. Dans un second temps, la loi d'évolution de la température utilisée dans FORGE [133] ou d'autres lois similaires observées dans la littérature pourrait être implémentées afin d'automatiquement calculer l'élévation de la température en fonction des conditions de déformation et de vitesse de déformation.

Vers une évolution du modèle. Les travaux de Maire *et al.* se situent à la frontière des modèles à champ moyen en ce qui concerne la description du voisinage. Comme cela a été mentionné à plusieurs reprises, cette approche est fortement influencée par le champ complet en utilisant une construction de voisinage hybride à la fois statistique par l'emploi d'une probabilité de contact et déterministe avec un nombre fini de voisins et l'utilisation de la bijectivité entre voisins. De la même manière que cette description offre certains avantages par la prise en compte d'une topologie plus poussée, elle présente aussi des inconvénients de complexité d'implémentation et impose de travailler avec un nombre de classes important augmentant ainsi les temps de calculs en comparaison à des modèles à champ moyen plus classiques.

Si l'objectif est de continuer à utiliser un modèle à champ moyen, il serait probablement judicieux de revenir à une description de la microstructure plus statistique. Les chapitres 5 et 6 ont montré qu'une description statistique du type d'Abbruzzese *et al.* offre des prédictions de distribution de tailles de grains très satisfaisantes, se rapprochant de celles obtenues avec le modèle de Maire *et al.*. Cependant, l'utilisation de cette description statistique dans le cadre de ces chapitres a été implémenté dans le formalisme du modèle de Maire *et al.*, dans lequel elle a été intégrée pour permettre une comparaison stricte des modèles. En réalité, il ne serait pas nécessaire d'employer un nombre aussi important de classes dans un modèle avec un voisinage au sens d'Abbruzzese *et al.* reposant sur un milieu statistiquement représentatif de la microstructure. Ainsi, réduire le nombre de classes du système à une valeur proche de ce qui, la plupart du temps, est suffisant afin de décrire une distribution expérimentale, soit environ 30 classes, pourrait être envisagé.

Cependant, si l'objectif est d'exploiter pleinement les travaux de Maire *et al.* et d'aller plus loin dans la prise en compte de la topologie, il pourrait être intéressant d'ajouter des propriétés associées aux grains ou aux joints de grains afin de se rapprocher d'une microstructure expérimentale. Cependant, cela nous éloignerait du cadre du champ moyen et de l'intérêt d'utiliser des classes de grains où l'objectif est de considérer des groupes de grains avec des attributs microstructuraux identiques. Dans ce cas, il serait judicieux de revenir à un modèle qui travaillerait à partir d'une liste de grains, chacun ayant des propriétés propres.

Pour prendre en compte une première forme d'anisotropie, qui consiste à considérer que les grains ont des propriétés de joints de grains différentes et évoluent donc de manière distincte dans la microstructure, on peut utiliser l'orientation cristalline des grains, que l'on peut obtenir expérimentalement. Ainsi, nous pouvons décider quelles informations inclure dans notre microstructure initiale.

Dans la même optique, si l'on souhaitait se focaliser davantage sur la plasticité cristalline, qui peut être étudiée à différents niveaux, on pourrait prendre en compte un facteur de Taylor spécifique à chaque grain et le faire intervenir dans la loi d'écrouissage des grains. Actuellement, seule une loi d'écrouissage où tous les grains se déforment de la même manière est utilisée. En introduisant un facteur de Taylor hétérogène, cela permettrait de faire un pas vers la prise en compte d'un écrouissage non uniforme et anisotrope. La prochaine étape consisterait à rendre les grains conscients de leur véritable voisinage dans la prise en compte de l'écrouissage. Dans cet esprit, une possibilité serait de prendre en compte deux valeurs de densité de dislocations par grain, une au centre et une sur les bords, se rapprochant ainsi de la plasticité cristalline telle que nous la connaissons.

Il est en fait très probable que les deux types d'évolutions proposées soient des pistes tout aussi enrichissantes l'une que l'autre pour poursuivre les travaux qui ont été réalisés dans cette thèse.

Bibliographie

[1] E.O. Hall. The deformation and ageing of mild steel : Iii discussion of results. *Proc. Phys. Soc. Section B*, 64(9) :747, 1951.

[2] N.J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.*, 174 :25–28, 1953.

[3] F. J. Humphreys. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. *Acta Mater.*, 45(10) :4231–4240, 1997.

[4] L. Maire, M. Bernacki, N. Bozzolo, and C. Moussa. Modélisation 3D en champ complet et champ moyen de la recristallisation dynamique et post-dynamique – Application à l'acier 304L. 2018.

[5] K. Luke, R. Brandt, and G. Abbruzzese. Normal and Abnormal Grain Growth as Transient Phenomena. *Interface science*, 1998.

[6] D. Hull and D. J. Bacon. *Introduction to dislocations*. Butterworth-Heinemann, Oxford [Oxfordshire] Boston, 4th ed edition, 2001.

[7] W. T. Read and W. Shockley. Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review*, 78(3) :275–289, 1950.

[8] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 5 - Mobility and Migration of Boundaries. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 145–197. Elsevier, Oxford, 2017.

[9] G.S. Rohrer. Grain boundary energy anisotropy : a review. *J. Mater. Sci.*, 46(18) :5881–5895, 2011.

[10] D. Zöllner. Grain Growth. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier, 2016.

[11] C.S. Smith. Grain Shapes and Other Metallurgical Applications of Topology. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 4(6) :543–567, 2015.

[12] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 10 - The Growth and Stability of Cellular Microstructures. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 361–373. Elsevier, Oxford, 2017.

[13] G. T. Higgins. Grain-Boundary Migration and Grain Growth. *Metal Science*, 8(1) :143–150, 1974.

[14] S.M. Kim, D.Y. Yoon, and J.Y. Ko. Presentation at the Annual Fall Meeting of the Korean Ceramic Society. *Conférence*, 2003.

[15] W. Sir Thomson. On the division of space with minimum partitional area. *Acta Mathematica*, 11(1) :121–134, 1887.

[16] W. C. Graustein. On the Average Number of Sides of Polygons of a Net. *Annals of Mathematics*, 32 :149–153, 1932.

[17] G.S. Rohrer. "Introduction to Grains, Phases, and Interfaces—an Interpretation of Microstructure," Trans. AIME, 1948, vol. 175, pp. 15–51, by C.S. Smith. *Metall. Mater. Trans. A*, 41(5) :1063–1100, 2010.

[18] B. Flipon, N. Bozzolo, and M. Bernacki. A simplified intragranular description of dislocation density heterogeneities to improve dynamically recrystallized grain size predictions. *Materialia*, 26 :101585, 2022.

[19] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 11 - Grain Growth Following Recrystallization. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 375–429. Elsevier, Oxford, 2017.

[20] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 3 - Deformation Textures. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 81–107. Elsevier, Oxford, 2017.

[21] B. Jaoul. *Étude de la plasticité et application aux métaux*. Dunod, 1965.

[22] G.I. Taylor. Plastic strain in metals. *J. Inst. Metals*, 62 :307–324, 1938.

[23] B. Verlinden, J. Driver, I. Samajdar, and R.D. Doherty. Chapter 4 Work hardening. In *Pergamon Materials Series*, volume 11, pages 55–81. Pergamon, 2007.

[24] U. F. Kocks. Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep. *J. Engng Mater. Technol.*, 98(1) :76–85, 1976.

[25] K. Huang and R.E. Logé. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Mater. Des.*, 111 :548–574, 2016.

[26] F. C. Frank and W. T. Read. Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations. *Physical Review*, 79(4) :722–723, 1950.

[27] G. I. Taylor. The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical. *Proc. R. Soc. London A*, 145(855) :362–387, 1934.

[28] K.M. Davoudi and J.J. Vlassak. Dislocation evolution during plastic deformation : Discrete dislocation dynamics study. *J. Appl. Phys*, 2018.

[29] B. Verlinden, J. Driver, and R. D. Samajdar, I.and Doherty. Chapter 5 Softening mechanisms. In *Pergamon Materials Series*, volume 11, pages 55–81. Pergamon, 2007.

[30] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 6 - Recovery After Deformation. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 199–244. Elsevier, Oxford, 2017.

[31] A.D. Rollett and U.F. Kocks. A review of the stage of work hardening. *Los Alamos National laboratory*, 1993.

[32] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 245–304. Elsevier, Oxford, 2017.

[33] P. Cizek. The microstructure evolution and softening processes during high-temperature deformation of a 21Cr–10Ni–3Mo duplex stainless steel. *Acta Mater.*, 106 :129–143, 2016.

[34] A.G. Beer and M.R. Barnett. Microstructural Development during Hot Working of Mg-3Al-1Zn. *Metall. Mater. Trans. A*, 38(8) :1856–1867, 2007.

[35] D.T. Pierce, J.A. Jiménez, J. Bentley, D. Raabe, and J.E. Wittig. The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation. *Acta Mater.*, 100 :178–190, 2015.

[36] A. Galiyev, R. Kaibyshev, and G. Gottstein. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60. *Acta Mater.*, 49(7) :1199–1207, 2001.

[37] C. Rossard. Microstructure and Design of Alloys. In *The 3rd International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press, Institute of Metals, London*, 1973.

[38] W. Roberts and B. Ahlblom. A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working. *Acta Mater.*, 26(5) :801–813, 1978.

[39] O. Beltran, K. Huang, and R.E. Logé. A mean field model of dynamic and post-dynamic recrystallization predicting kinetics, grain size and flow stress. *Comput. Mater. Sci.*, 102 :293–303, 2015.

[40] J. Hirsch. *Virtual fabrication of aluminum products : microstructural modeling in industrial aluminum production.* Wiley-Vch, 2007.

[41] P.A. Beck and P.R. Sperry. Strain Induced Grain Boundary Migration in High Purity Aluminum. *J. Appl. Phys.*, 21(2) :150–152, 1950.

[42] P.R. Rios, F. Siciliano Jr, H.R.Z. Sandim, R.L. Plaut, and A. F. Padilha. Nucleation and growth during recrystallization. *Materials Research*, 8(3) :225–238, 2005.

[43] Bingchao Xie, Baoyun Zhang, Hao Yu, and Yongquan Ning. Nucleation Mechanism of Discontinuous Dynamic Recrystallization with Restrained Grain Boundary Sliding. *Metals and Materials International*, 27(12) :5476–5479, 2021.

[44] J.E. Bailey and P.B. Hirsch. The recrystallization process in some polycrystalline metals. *Proc. R. Soc. London A*, 267(1328) :11–30, 1962.

[45] R. Sandström and R. Lagneborg. A controlling factor for dynamic recrystallisation. *Scripta Metall.*, 9(1) :59–65, 1975.

[46] S. Mandal, M. Jayalakshmi, A. K. Bhaduri, and V. Subramanya Sarma. Effect of Strain Rate on the Dynamic Recrystallization Behavior in a Nitrogen-Enhanced 316L(N). *Metall. Mater. Trans. A*, 45(12) :5645–5656, 2014.

[47] H. Zhang, K. Zhang, H. Zhou, Z. Lu, C. Zhao, and X. Yang. Effect of strain rate on microstructure evolution of a nickel-based superalloy during hot deformation. *Mater. Des.*, 80 :51–62, 2015.

[48] A. Nicolaÿ, G. Fiorucci, J.M. Franchet, J. Cormier, and N. Bozzolo. Influence of strain rate on subsolvus dynamic and post-dynamic recrystallization kinetics of Inconel 718. *Acta Mater.*, 174 :406–417, 2019.

[49] C. Zener and J. H. Hollomon. Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel. *J. Appl. Phys.*, 15(1) :22–32, 1944.

[50] P.A. Beck. The Formation of Recrystallization Nuclei. *J. Appl. Phys.*, 20(6) :633–634, 1949.

[51] R.W. Cahn. A New Theory of Recrystallization Nuclei. *Proc. Phys. Soc. Section A*, 63(4) :323–336, 1950.

[52] H.J. McQueen, S. Yue, N.D. Ryan, and E. Fry. Hot working characteristics of steels in austenitic state. *Journal of Materials Processing Technology*, 53(1-2) :293–310, 1995.

[53] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D.J. Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, and A.D. Rollett. Current issues in recrystallization : a review. *Mater. Sci. Engng A*, 1997.

[54] H.J. McQueen. Controversies in the Theory of Dynamic Recrystallization. *Materials Science Forum*, 113-115 :429–434, 1993.

[55] R. A. Petkovic. Recovery and recrystallization of carbon steel between intervals of hot working. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 14(2), 1975.

[56] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett. Chapter 13 - Hot Deformation and Dynamic Restoration. In John Humphreys, Gregory S. Rohrer, and Anthony Rollett, editors, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Third Edition)*, pages 469–508. Elsevier, Oxford, 2017.

[57] M. Hillert. On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta Mater.*, 13(3) :227–238, 1965.

[58] G. Abbruzzese, I. Heckelmann, and K. Lücke. Statistical theory of two-dimensional grain growth—I. The topological foundation. *Acta Metall. Mater.*, 40(3) :519–532, 1992.

[59] H. Zurob, Y. Brechet, and J. Dunlop. Quantitative criterion for recrystallization nucleation in single-phase alloys : Prediction of critical strains and incubation times. *Acta Mater.*, 54(15) :3983–3990, 2006.

[60] S. Y.P. Allain, M. Moreno, M. Lamari, H. Zurob, J. Teixeira, and F. Bonnet. A Physics-Based Mean-Field Model for Ferrite Recovery and Recrystallization. *Metals*, 10(5) :622, 2020.

[61] A. Després, M. Greenwood, and C.W. Sinclair. A mean-field model of static recrystallization considering orientation spreads and their time-evolution. *Acta Mater.*, 199 :116–128, 2020.

[62] D.G. Cram, H.S. Zurob, Y.J.M. Brechet, and C.R. Hutchinson. Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model for nucleation. *Acta Mater.*, 57(17) :5218–5228, 2009.

[63] J. Favre, D. Fabrègue, D. Piot, Ning Tang, Y. Koizumi, E. Maire, and A. Chiba. Modeling Grain Boundary Motion and Dynamic Recrystallization in Pure Metals. *Metall. Mater. Trans. A*, 44(13) :5861–5875, 2013.

[64] F. Montheillet, O. Lurdos, and G. Damamme. A grain scale approach for modeling steady-state discontinuous dynamic recrystallization. *Acta Mater.*, 57(5) :1602–1612, 2009.

[65] P. Bernard, S. Bag, K. Huang, and R.E. Logé. A two-site mean field model of discontinuous dynamic recrystallization. *Materials Science and Engineering*, 528(24) :7357–7367, 2011.

[66] G. Smagghe, J.J. Jonas, C. Desrayaud, F. Montheillet, G. Perrin, A. Montouchet, and G. Kermouche. A semitopological mean-field model of discontinuous dynamic recrystallization : Toward a correct and rapid prediction of grain-size distribution. *J. Mater. Sci.*, 53(11) :8554–8566, 2018.

[67] L. Maire, J. Fausty, M. Bernacki, N. Bozzolo, P. De Micheli, and C. Moussa. A new topological approach for the mean field modeling of dynamic recrystallization. *Mater. Des.*, 146 :194–207, 2018.

[68] J.E. Burke and D. Turnbull. Recrystallization and grain growth. *Prog. Mater. Sci.*, 3 :220–292, 1952.

[69] K. Lücke, I. Heckelmann, and G. Abbruzzese. Statistical theory of two-dimensional grain growth—II. Kinetics of grain growth. *Acta Metall. Mater.*, 40(3) :533–542, 1992.

[70] M. Verdier, Y. Brechet, and P. Guyot. Recovery of AlMg alloys : flow stress and strain-hardening properties. *Acta Mater.*, 47(1) :127–134, 1998.

[71] J. Friedel. *Dislocations : International Series of Monographs on Solid State Physics*. Pergamon Press, Oxford, UK, 1964.

[72] A. Di. Schino, J. M. Kenny, and G Abbruzzese. Analysis of the recrystallization and grain growth processes in AISI 316 stainless steel. *J. Mater. Sci.*, 37 :5291–5298, 2002.

[73] A. Di Schino, J. M. Kenny, I. Salvatori, and G. Abbruzzese. Modelling primary recrystallization and grain growth in a low nickel austenitic stainless steel. *Materials Science Forum*, pages 426–432, 2003.

[74] H. Mecking and U.F. Kocks. Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Mater.*, 29(11) :1865–1875, 1981.

[75] R Viswanathan and C.L Bauer. Kinetics of grain boundary migration in copper bicrystals with [001] rotation axes. *Acta Metall.*, 21(8) :1099–1109, 1973.

[76] C.W. Sinclair, C.R. Hutchinson, and Y. Bréchet. The Effect of Nb on the Recrystallization and Grain Growth of Ultra-High-Purity α-Fe : A Combinatorial Approach. *Metall. Mater. Trans. A*, 38(4) :821–830, 2007.

[77] M. Winning, A.D. Rollett, G. Gottstein, D.J. Srolovitz, A. Lim, and L.S. Shvindlerman. Mobility of low-angle grain boundaries in pure metals. *Phil. Mag.*, 90(22) :3107–3128, 2010.

[78] G. Stechauner and E. Kozeschnik. Self-Diffusion in Grain Boundaries and Dislocation Pipes in Al, Fe, and Ni and Application to AlN Precipitation in Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(5) :1576–1579, 2014.

[79] Archabaleta Z., Van Liempt P., and Sietsma J. Unravelling dislocation networks in metals. *Mater. Sci. Engng A*, 710 :329–333, 2018.

[80] F. Lefevre-Schlick, Y. Brechet, H.S. Zurob, G. Purdy, and D. Embury. On the activation of recrystallization nucleation sites in Cu and Fe. *Mater. Sci. Engng A*, 502(1-2) :70–78, 2009.

[81] J.C. Glez and J. Driver. Orientation distribution analysis in deformed grains. *J. Appl. Cryst.*, 34(3) :280–288, 2001.

[82] Y. Huang and F. J. Humphreys. Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation $\{110\}\langle001\rangle$. *Acta Mater.*, 48(8) :2017–2030, 2000.

[83] E. A. Holm, M. A. Miodownik, and A. D. Rollett. On abnormal subgrain growth and the origin of recrystallization nuclei. *Acta Mater.*, 51(9) :2701–2716, 2003.

[84] S. P. Mirevski and L. Boyadjiev. On some fractional generalizations of the Laguerre polynomials and the Kummer function. *Computers & Mathematics with Applications*, 59(3) :1271–1277, 2010.

[85] A. D. Rollett and W. W. Mullins. On the growth of abnormal grains. *Scripta Mater.*, 36(9) :975–980, 1997.

[86] S. Gourdet and F. Montheillet. A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta Mater.*, 51(9) :2685–2699, 2003.

[87] A. Laasraoui and J. J. Jonas. Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. *Metall. Trans. A*, 22(7) :1545–1558, 1991.

[88] F. R. Castro-Fernáandez and C. M. Sellars. Relationship between room-temperature proof stress, dislocation density and subgrain size. *Phil. Mag. A*, 60(4) :487–506, 1989.

[89] A. Finel, D. Mazière, and M. Veron. *Thermodynamics, Microstructures and Plasticity.* Nato Science Series II :. Springer Netherlands, 2003.

[90] U. F. Kocks and H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Prog. Mater. Sci.*, 48(3) :171–273, 2003.

[91] J. Jonas, X. Quelennec, L. Jiang, and É. Martin. The Avrami kinetics of dynamic recrystallization. *Acta Mater.*, 57(9) :2748–2756, 2009.

[92] S. V. Raj and G. M. Pharr. A compilation and analysis of data for the stress dependence of the subgrain size. *Mater. Sci. Engng*, 81 :217–237, 1986.

[93] Piot D. Montheillet F. Perrin G. Montouchet A. Smagghe, G. and G. Kermouche. The Issue of Grain Size Distribution Using Mean Field Models for Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization. *Materials Science Forum*, 879 :1794–1799, 2016.

[94] D. Piot, G. Damamme, and F. Montheillet. Mesoscopic Modeling of Discontinuous Dynamic Recrystallization : Steady-State Grain Size Distributions. *Materials Science Forum*, 706-709 :234–239, 2012.

[95] Saltykov and A. Sarkis. *Stereometric metallurgy*. Armed Services Technical Information Agency Arlington, Va., 2nd ed edition, 1961.

[96] B. R. Patterson and F. N. Rhines. Effect of the Degree of Prior Cold Work on the Grain Volume Distribution and the Rate of Grain Growth of Recrystallized Aluminum. *Metall. Trans. A*, 13(6) :985–993, 1982.

[97] K. Okazaki and H. Conrad. Effects of interstitial content and grain size on the strength of titanium at low temperatures. *Acta Metall.*, 21(8) :1117–1129, 1973.

[98] D. Depriester and R. Kubler. Radical Voronoï tessellation from random pack of polydisperse spheres : Prediction of the cells' size distribution. *Computer-Aided Design*, 107 :37–49, 2019.

[99] Inox 316L Acier Inoxydable 316L Caracteristiques. https://www.astm.org/standards/a276, Accédé : 2023-10-25.

[100] Aziz Chniouel and Pascal Aubry. Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques. 2019.

[101] R. E. Schramm and R. P. Reed. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metall. Trans. A*, 6(7) :1345–1351, 1975.

[102] Diagramme_binaire_fer_chrome. https://fr.wikipedia.org/wiki/Acier_inoxydable, Accédé : 2023-09-27.

[103] B. Apolaire. Diagramme de phase 4, aciers inoxydables. http://mms2.ensmp.fr/mat_nancy/ternaire/transparents/4_inox_r.pdf, Accédé : 2023-09-30.

[104] H. Sassoulas. Traitements thermiques des aciers inoxydables. *Techniques de l'Ingénieur*, 1997.

[105] R.B. Song, J.Y. Xiang, and D.P. Hou. Characteristics of Mechanical Properties and Microstructure for 316L Austenitic Stainless Steel. *J. of Iron and Steel Res. Int.*, 18(11) :53–59, 2011.

[106] Inox 316l acier inoxydable 316l caracteristiques, fiche technique. https://matieredumonde.com/inox-316l-acier-inoxydable/, Accédé : 2023-10-09.

[107] Température d'utilisation acier 316L. https://www.decolletage.fr/actualites-industriels-et-du-decolletage/entry/2023/04/11/metaux-acier-316-316l, Accédé : 2023-10-23.

[108] D.S. Fields and W.A Backofen. Determination of Strain Hardening Characteristics by Torsion Testing. *Proceeding of American Society for Testing and Materials*, 57 :1259–1272, 1957.

[109] Schéma Essais de torsion mécanique. https://rtlabs.nitk.ac.in/article/torsion-test-solid-circular-mild-steel-shaft, Accédé : 2023-08-09.

[110] Fabien Ebanda. Investigation of mechanical and thermal properties of tropical plant fibers reinforced plaster. 2012.

[111] Alexis Nicolay. Microstructure et propriétés de l'Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus δ. 2019.

[112] E. I. Poliak, S. W. Lee, D. H. Seo, and W. Y. Choo. Effect of electric current heating on hot deformation resistance and microstructure of steels. *Metals and Materials*, 5(6) :563–570, 1999.

[113] J. Aggirre Bikuna. Developement of an thermomechanical tester for intermediate strain rates and phenomenological modelling of microstructural evolution : application to hot forging of inconel 625. 2022.

[114] Transvalor. Forge. https://www.transvalor.com/fr/forge, Accédé : 2023-10-9.

[115] Suzanne Vernier. *Évolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730 au cours des opérations de forgeage industrielles*. Theses, Université Paris sciences et lettres, December 2018.

[116] X. Oudet. La loi de Bragg, le continu et le discontinu. *Annales de la Fondation Louis de Broglie*, 38, 2013.

[117] MTEX. https://mtex-toolbox.github.io/, Accédé : 2023-08-09.

[118] S.I. Wright. A Parametric Study of Electron Backscatter Diffraction based Grain Size Measurements. *Prakt. Metallogr.*, 47(1) :16–33, 2010.

[119] L. Gavard, F. Montheillet, and J. Le Coze. Recrystallization and grain growth in high purity austenitic stainless steels. *Scripta Materialia*, 39(8) :1095–1099, 1998.

[120] K.H. Lo, C.H. Shek, and J.K.L. Lai. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 65(4-6) :39–104, 2009.

[121] W. Chaowei, Z.and Ying, J. Junsong, G. Pan, W. Xinyun, W. Hongning, and Z. Mao. Recrystallization and grain growth behavior of variously deformed cr fe mn ni high-entropy alloys : microstructure characterization and modeling. *Journal of Materials Research and Technology*, 20 :2277–2292, 2022.

[122] L. Maire, B. Scholtes, C. Moussa, N. Bozzolo, D.P. Muñoz, A. Settefrati, and M. Bernacki. Modeling of dynamic and post-dynamic recrystallization by coupling a full field approach to phenomenological laws. *Mater. Des.*, 133 :498–519, 2017.

[123] J. Jeppsson, A. Mannesson, K.and Borgenstam, and J. Ågren. Inverse Saltykov analysis for particle-size distributions and their time evolution. *Acta Mater.*, 59(3) :874–882, 2011.

[124] J.C. Tucker, L.H. Chan, G.S. Rohrer, M.A. Groeber, and A.D. Rollett. Comparison of grain size distributions in a ni-based superalloy in three and two dimensions using the saltykov method. *Scripta Mater.*, 66(8) :554–557, 2012.

[125] M.A. Lopez-Sanchez and S.L. Fúnez. An extension of the Saltykov method to quantify 3D grain size distributions in mylonites. *J. Struct. Geol.*, 93 :146–161, 2016.

[126] K. Alvarado, S. Florez, B. Flipon, N. Bozzolo, and M. Bernacki. A level set approach to simulate grain growth with an evolving population of second phase particles. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng*, 29(3) :035009, 2021.

[127] A.L. Cruz Fabiano and R. Logé. Modélisation de la plasticité cristalline et de la migration des joints de grains de l'acier 304L à l'échelle mésoscopique. 2013.

[128] S. M. Foiles. Temperature dependence of grain boundary free energy and elastic constants. *Scripta Mater.*, 62(5) :231–234, 2010.

[129] S. Kohara, M. N. Parthasarathi, and Paul A. Beck. Anisotropy of Boundary Mobility. *J. Appl. Phys.*, 29(7) :1125–1126, 1958.

[130] E04 Committee. Test Methods for Characterizing Duplex Grain Sizes. Technical report, ASTM International.

[131] B. Derby. The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization. *Acta Metall. Mater.*, 39(5) :955–962, 1990.

[132] Alexis Nicolaÿ, Jean Michel Franchet, Jonathan Cormier, H Mansour, Marc De Graef, Anthony Seret, and Nathalie Bozzolo. Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on ebsd data : application to inconel 718. *Journal of Microscopy*, 273, 2018.

[133] Y. Cao, H. Di, J. Zhang, J. Zhang, and R.D.K. Ma, T.and Misra. An electron backscattered diffraction study on the dynamic recrystallization behavior of a nickel–chromium alloy (800H) during hot deformation. *Mater. Sci. Engng A*, 585 :71–85, 2013.

RÉSUMÉ

Afin d'obtenir des pièces d'une géométrie spécifique, les alliages métalliques subissent diverses étapes de mise en forme. Ces étapes successives, composées classiquement de déformations mécaniques et de traitements thermiques, ont un impact significatif sur la microstructure et contribuent grandement aux propriétés mécaniques du produit fini. Il est donc d'intérêt industriel de maîtriser ces évolutions microstructurales résultant de différents phénomènes tels que la croissance des grains, la recristallisation dynamique ou la recristallisation post-dynamique. Pour répondre à ce besoin, des modèles de prédiction des évolutions de ces microstructures, basés sur la physique des phénomènes impliqués, ont été développés. Deux grandes familles de modèles d'évolution microstructurale existent dans la littérature : les modèles à champ complet, où la microstructure est explicitement représentée avec une prise en compte intrinsèque de la topologie, et les modèles à champ moyen , où la microstructure est représentée de manière implicite. Parmi ces modèles, celui de Maire *et al.* propose une approche hybride associant une approche topologique utilisée dans la création d'un voisinage spécifique pour chaque classe de grains à une description statistique de la microstructure reposant sur une distribution de classe de grains. Ce modèle a été proposé et validé pour une plage restreinte de vitesses de déformation (0,01 - 0,1 s^{-1}). Cependant, les vitesses de déformation usuellement rencontrées dans les procédés industriels dépassent souvent très largement ces valeurs.
Dans ce contexte, les objectifs de cette thèse ont été d'améliorer et de valider ce modèle pour chacun des phénomènes métallurgiques cités, et de proposer un modèle valide sur une plage de vitesses de déformation étendue de 0,01 s^{-1} à 500 s^{-1} pour un acier inoxydable austénitique 316L. Pour ce faire, des essais expérimentaux interrompus de traitements thermiques et de compressions à chaud ont été réalisés. Les microstructures obtenues ont été analysées grâce à des données obtenues par MEB/EBSD. Pour chacun des phénomènes microstructuraux en présence, le modèle a été comparé aux données expérimentales ainsi qu'à des modèles de la littérature. Les limites de la formulation du modèle pré-existant ont été identifiées, puis des modifications et ajouts ont été proposés. Une nouvelle méthode associée à la description de la germination a été implémentée puis validée sur différents chemins thermomécaniques. Cette nouvelle méthode conserve l'approche hybride voisinage topologique / représentation statistique de la microstructure mais enrichit la description de la recristallisation dynamique en considérant l'apparition de distributions de grains recristallisés dans la microstructure. Cette extension du modèle permet de mieux prendre en compte la dispersion observée expérimentalement sur les distributions de tailles de grains.

MOTS CLÉS

Modèles à champ moyen , Croissance de grains, Recristallisation dynamique, Topologie, Germination, 316L, Essais thermomécaniques, Analyses EBSD

ABSTRACT

In order to obtain components with a specific geometry as dictated by the specifications, metallic alloys undergo various shaping stages. These successive stages typically involve mechanical deformations and heat treatments, significantly impacting the microstructure and contributing greatly to the mechanical properties of the finished product. It is of industrial interest to control these microstructural evolutions resulting from various phenomena such as grain growth, dynamic recrystallization, or post-dynamic recrystallization. To address this need, predictive models of microstructural evolution based on the physics of the involved phenomena have been developed. Two major families of microstructural evolution models exist in the literature: full-field models, where the microstructure is explicitly represented with intrinsic consideration of topology, and mean-field models, where the microstructure is implicitly represented. In the literature, these models may vary in the description of microstructures. Among these models, Maire *et al.* model proposes a hybrid approach, combining a topological approach in creating a specific neighborhood for each grain class with a statistical description of the microstructure based on a distribution of grain classes. This model has been proposed and validated for a limited range of deformation velocities (0,01 - 0,1 s^{-1}). However, the deformation velocities commonly used in industrial processes often exceed these values.
In this context, the objectives of this thesis were to improve and validate this model for each of the mentioned phenomena and to propose a model valid over an extended range of deformation velocities from 0,01 s^{-1} to 500 s^{-1} for an austenitic stainless steel 316L. Experimental tests involving heat treatments and hot compressions were conducted. The microstructure resulting from these interrupted tests was analyzed using data obtained by SEM/EBSD. For each microstructural phenomenon present, the model was compared to experimental data as well as models from the literature. The limitations of the existing model formulation were identified, and modifications and additions were proposed. A new method associated with the description of nucleation was implemented and validated on different thermomechanical paths. This new method keeps the hybrid approach of topological neighborhood/statistical representation of the microstructure but enhances the description of dynamic recrystallization by considering the appearance of distributions of recrystallized grains in the microstructure. This model extension allows for better consideration of the experimentally observed dispersion in grain size distributions.

KEYWORDS

Mean-field models, Grain growth, Dynamic recrystallization, Topology, Nucleation, 316L, Thermomachanical testing, EBSD analyses