

Etude de la recristallisation dans un alliage de zirconium par la technique EBSD

Kangying ZHU, Brigitte BACROIX, Danièle CHAUBET

LPMTM-Institut Galilée, Université Paris Nord, 93430 Villetaneuse



Introduction

- ✦ Le zirconium et ses alliages sont largement utilisés dans les industries nucléaire et chimique sous forme de barres, tubes ou tôles,
- ✦ Le contrôle de toutes les étapes des traitements thermomécaniques est essentiel pour la maîtrise de la microstructure et de la texture, et donc des propriétés mécaniques finales (surtout dans les métaux hexagonaux fortement anisotropes),
- ✦ La dernière étape de tout traitement thermomécanique est en général un traitement de recristallisation, d'où l'importance d'étudier cette étape,

Or, de nombreuses études ont porté sur les mécanismes de recristallisation des métaux cubiques mais très peu sur les hexagonaux.

Plan de l'exposé

- **Rappel des observations antérieures et définition des termes utilisés**
- **Méthodes expérimentales**
- **Evolution de la microstructure après recuit de recristallisation**
- **Evolution de la texture après recuit de recristallisation**
- **Mécanisme de recristallisation**

➤ Rappel des observations antérieures et définition des termes utilisés

État déformé

$\{0001\}\langle 10-10 \rangle$ inclinée
+ $\{0001\}\langle 11-20 \rangle$ inclinée

(**D**+**R**)

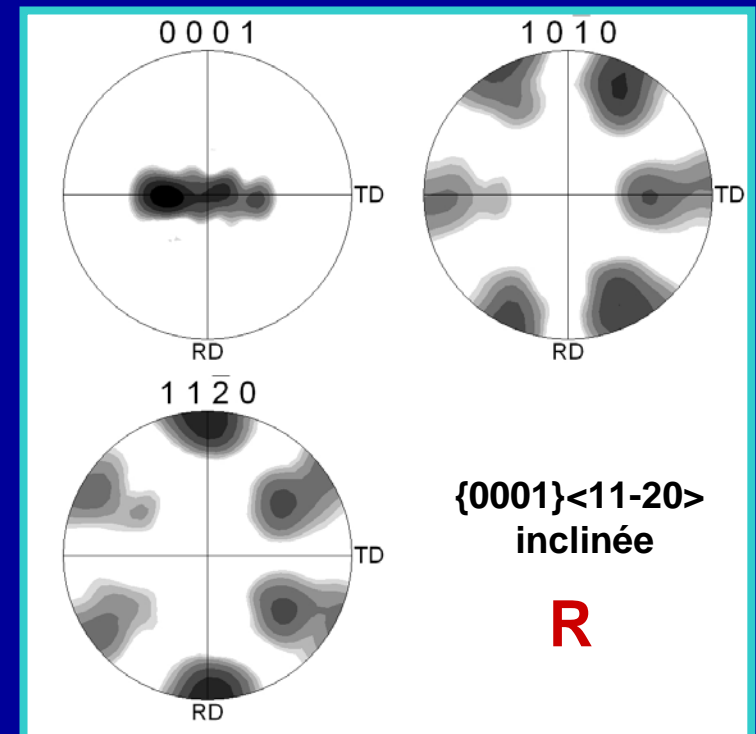
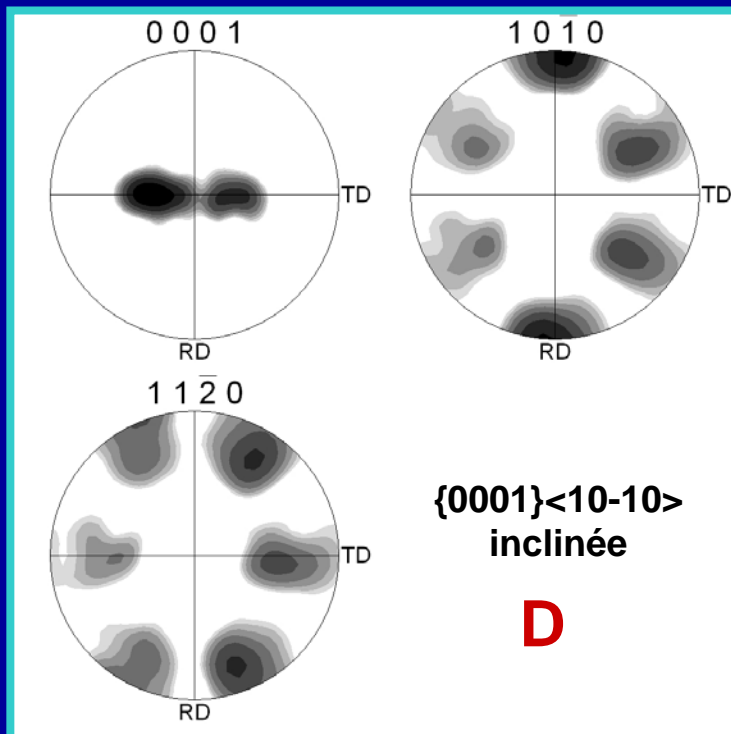
Mécanismes ?

Après la recristallisation

+ $\{0001\}\langle 10-10 \rangle$ inclinée
 $\{0001\}\langle 11-20 \rangle$ inclinée

(**D**+**R**)

❖ Définition des deux composantes de texture dans le zirconium



➤ Méthodes expérimentales

✦ **Matériau étudié** : Zr-2%Hf , tôle laminée recuite de 8mm d'épaisseur (CEA)

✦ **Traitements de déformation et de recuit**

Compression plane	25%
	50%
Laminage	70%
	90%



<u>Recuits</u> :
Recristallisation primaire :
530°C / 4 à 180mn
Croissance normale :
650°C / 5 à 400mn
Croissance anormale :
800°C / 5 à 150mn

✦ **Étude de la microstructure et de la texture**

→ EBSD réalisé sur MEB Cambridge S360 (W-GUN) équipé du logiciel OIM de TSL.

→ Examen de la même zone d'un échantillon avant et après recuit dans un four sous vide secondaire.

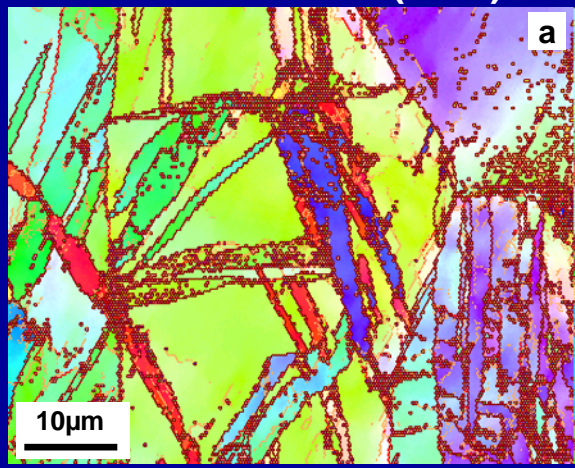
- **Rappel des observations antérieures et définition des termes utilisés**
- **Méthodes expérimentales**
- **Evolution de la microstructure après recuit de recristallisation**
- **Evolution de la texture après recuit de recristallisation**
- **Mécanisme de recristallisation**

Evolution de la microstructure après recuit de recristallisation

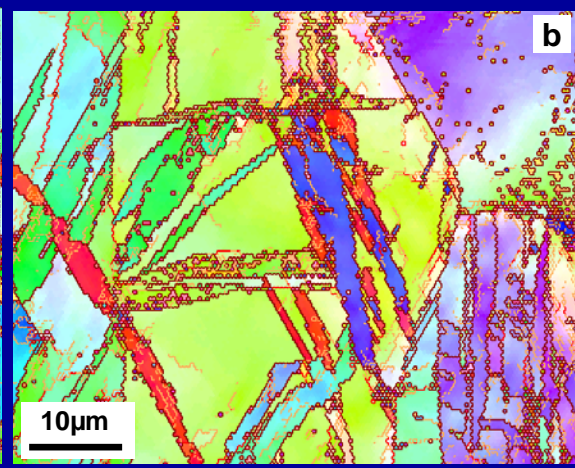
- Restauration et germination
- Croissance du grain au cours de la recristallisation primaire
- Croissance du grain après recristallisation primaire

➤ Restauration et germination

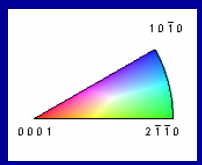
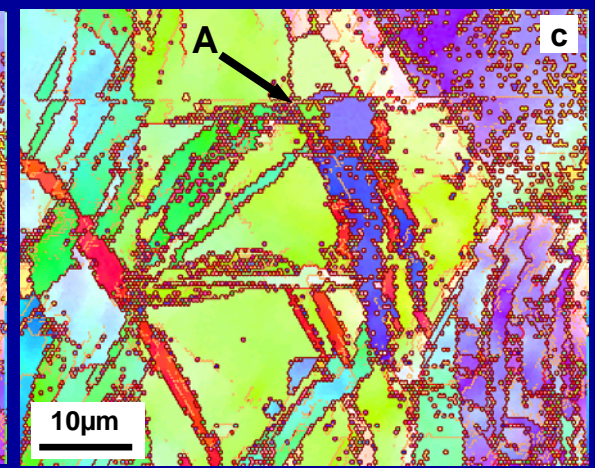
État déformé (25%)



530°C/7mn

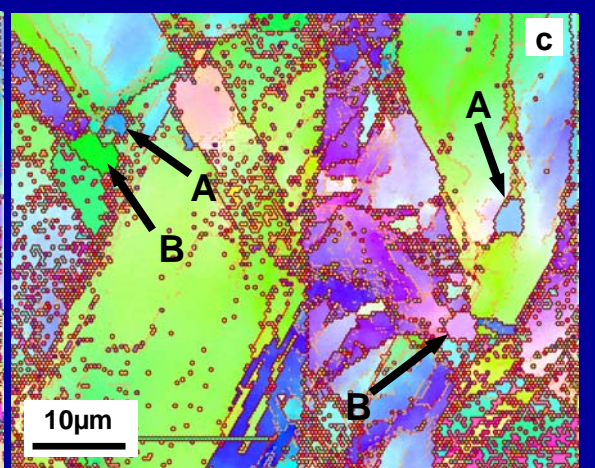
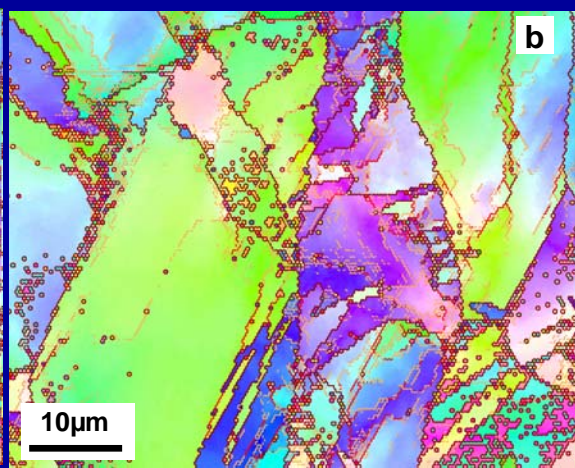
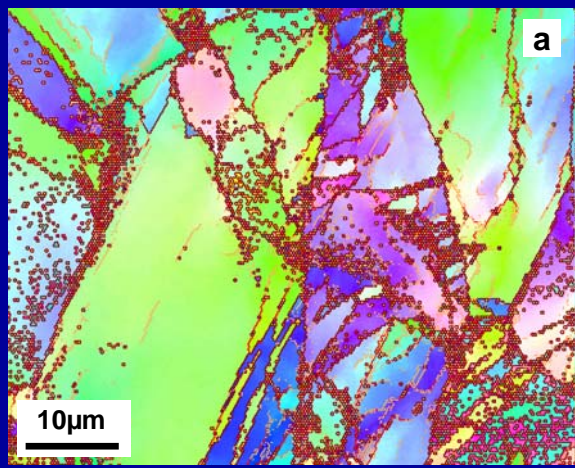


530°C/7mn+600°C/4mn



Restauration dans les zones très déformées (augmentation de IQ).

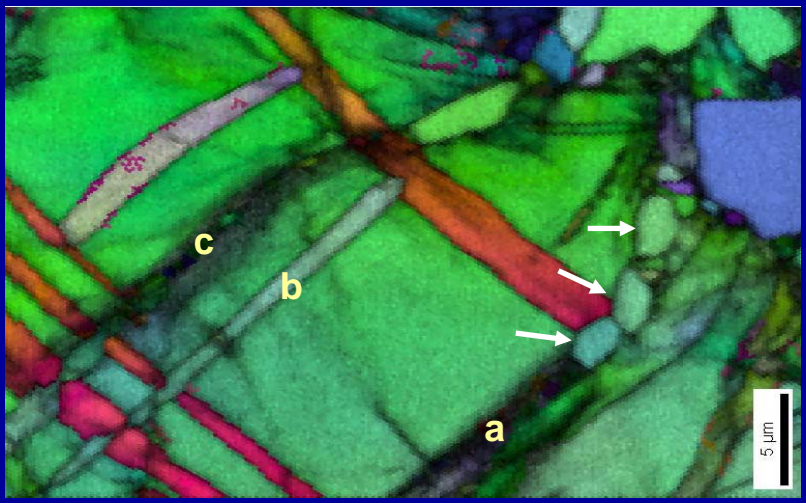
Germination de nouveaux grains à l'intersection de macles (A).



Germination de nouveaux grains : recristallisation discontinue (A) et continue (B).

➤ Germination

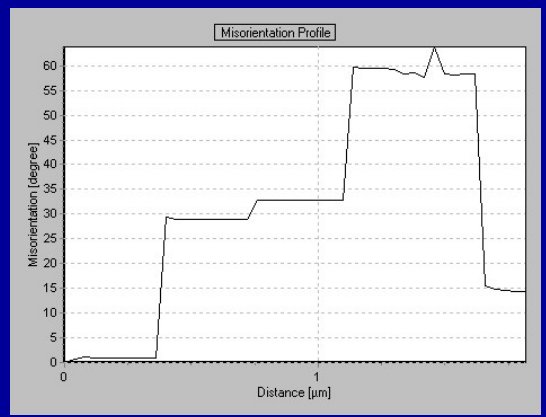
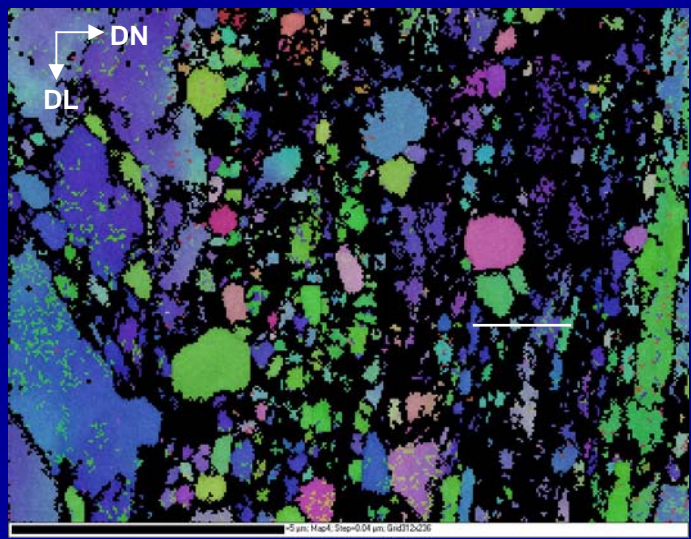
25% déf. + 600°C/4mn



Superposition de IQ et de cartographies d'orientations

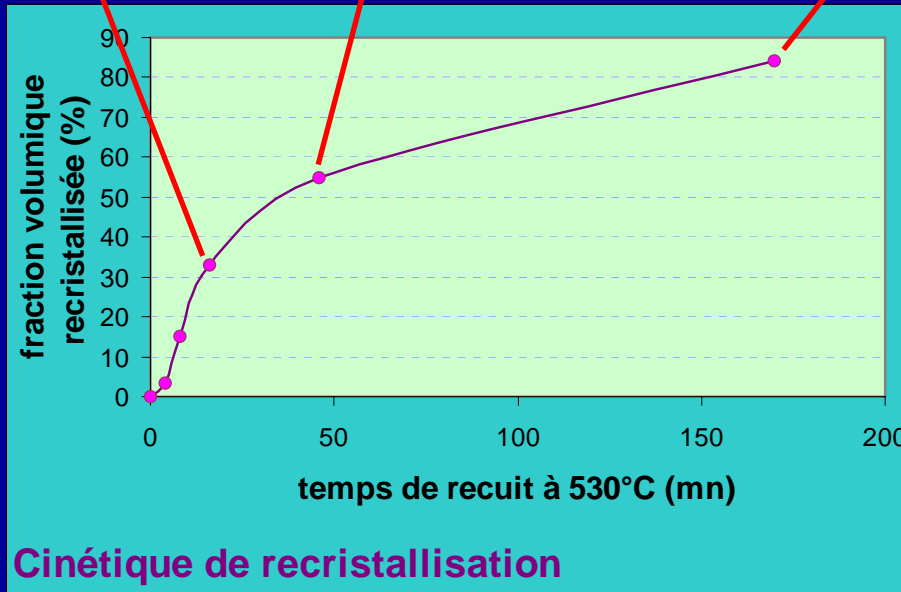
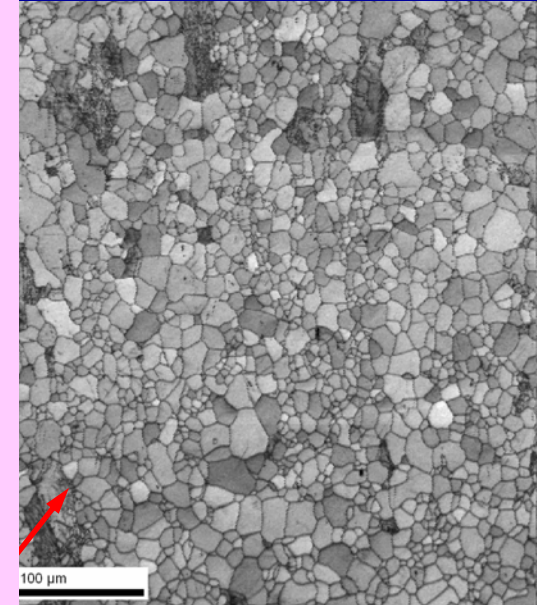
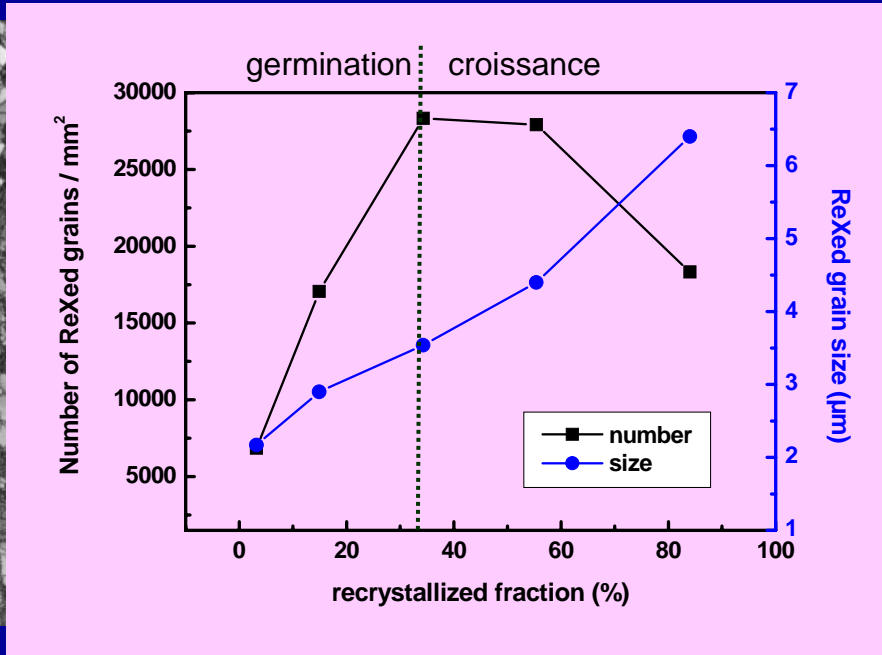
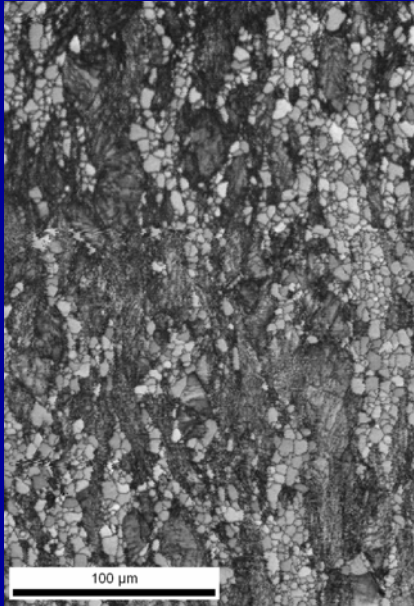
Germination dans une macle fortement déformée (flèches blanches).

50% déf. + 530°C/4mn *FEG-EBSD Ecole des Mines de St Etienne*



Germination dans une microbande.

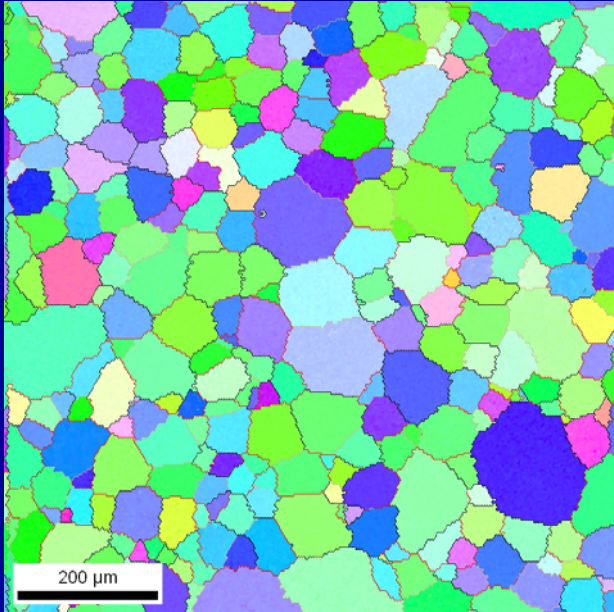
➤ Croissance du grain pendant la recristallisation primaire



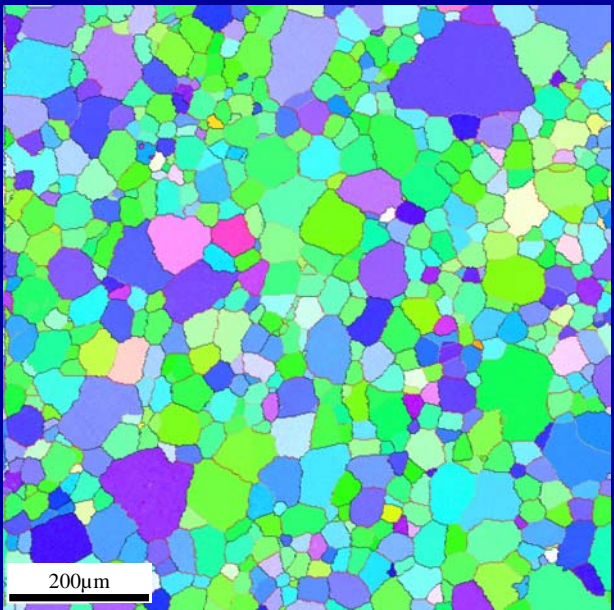
Cinétique de recristallisation

➤ Croissance du grain après recristallisation primaire

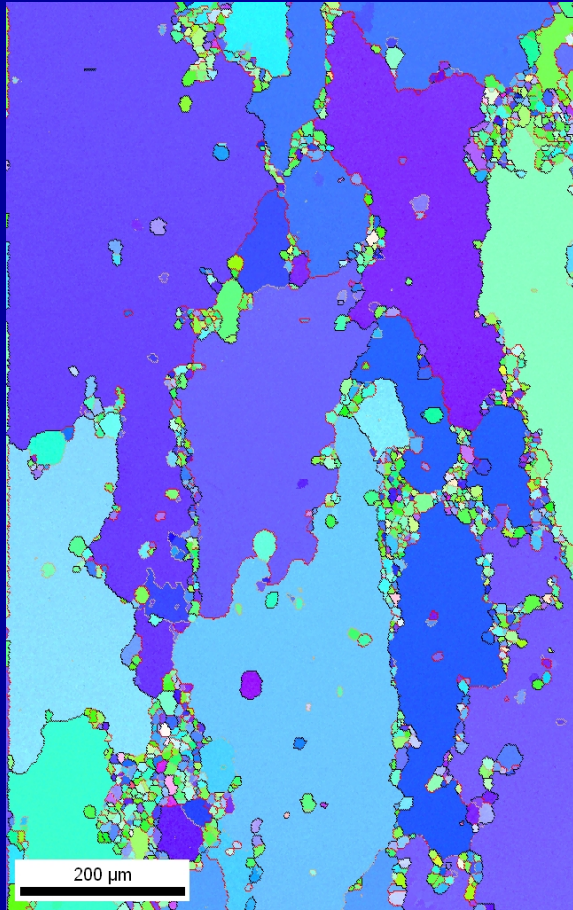
50%déf (a)



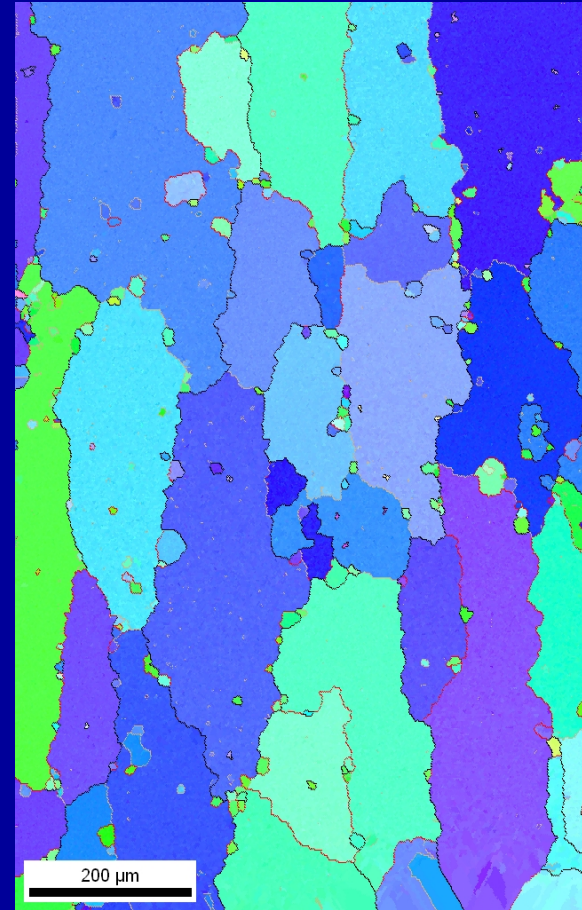
50%déf (b)



70%déf (b)



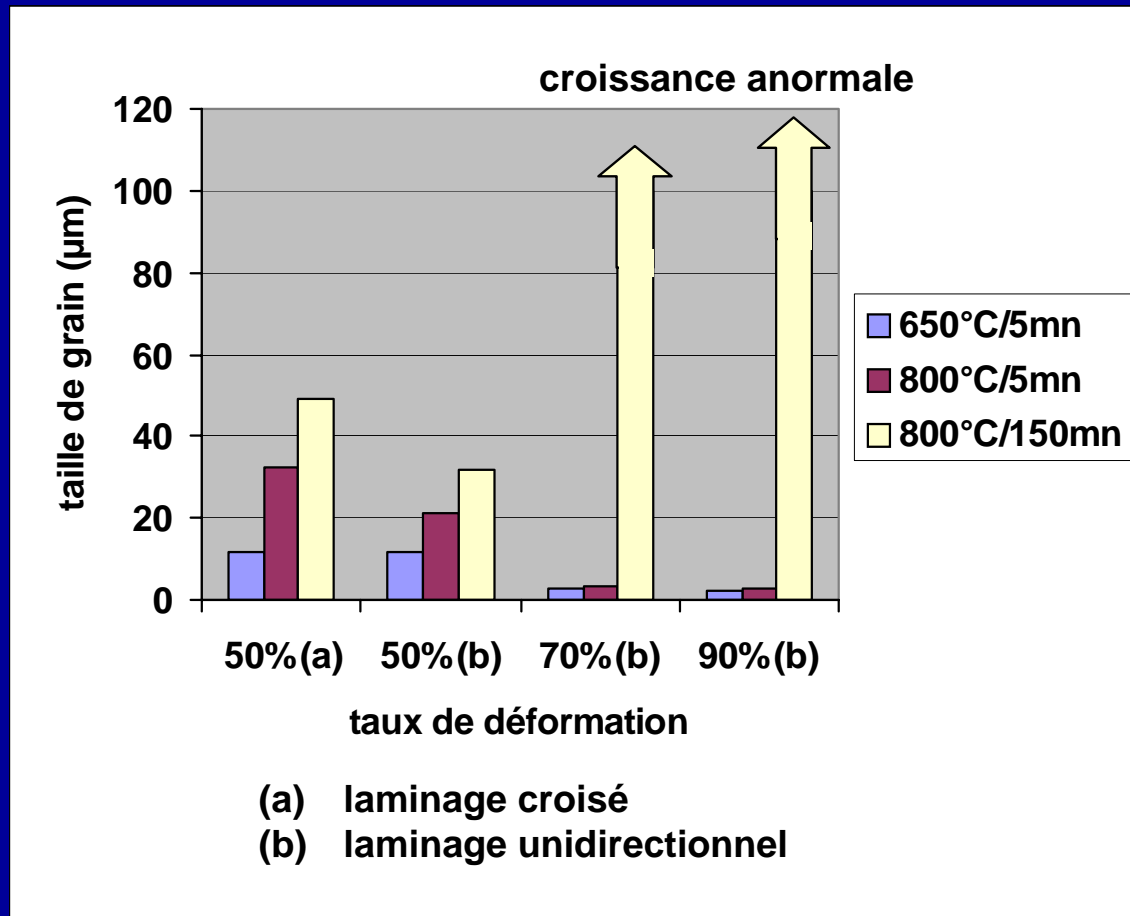
90%déf (b)



800°C/150mn

- (a) laminage croisé
- (b) laminage unidirectionnel

➤ Croissance du grain après recristallisation primaire



★ Tendence à la croissance anormale des grains ($CA = D_{max} / D_{moy}$):

$CA(50\% C) < CA(50\% UD) < CA(70\%) < CA(90\%)$.

★ Fréquence des joints à faible désorientation (F) après 800°C / 5mn :

$F(50\% C) < F(50\% UD) < F(70\%) < F(90\%)$

- **Rappel des observations antérieures et définition des termes utilisés**
- **Méthodes expérimentales**
- **Evolution de la microstructure après recuit de recristallisation**
- **Evolution de la texture après recuit de recristallisation**
- **Mécanisme de recristallisation**

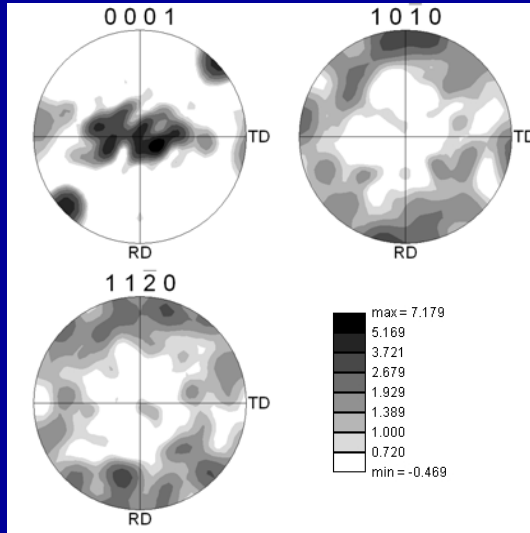
Evolution de la texture après recuit de recristallisation

- **Au cours de la recristallisation primaire**
- **Pendant la croissance normale**

➤ Evolution de la texture au cours de la recristallisation primaire

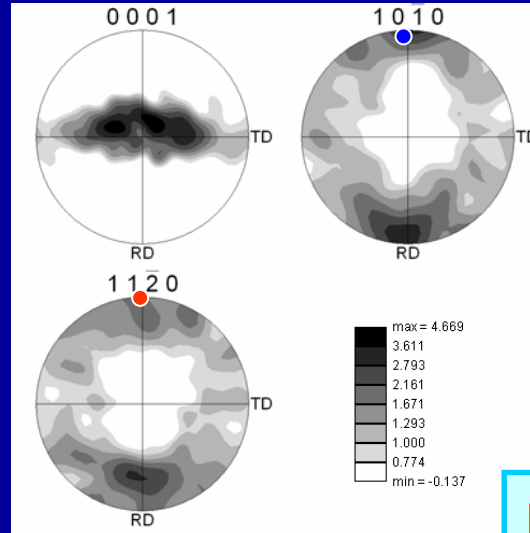
Texture des grains recristallisés

530°C/4mn
(3% recristallisé)

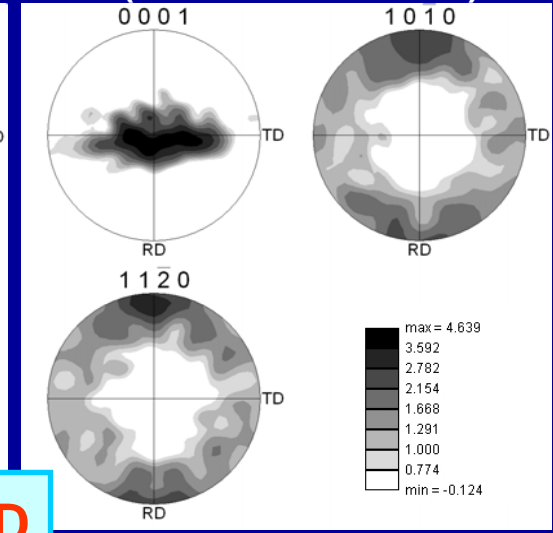


50% déf.

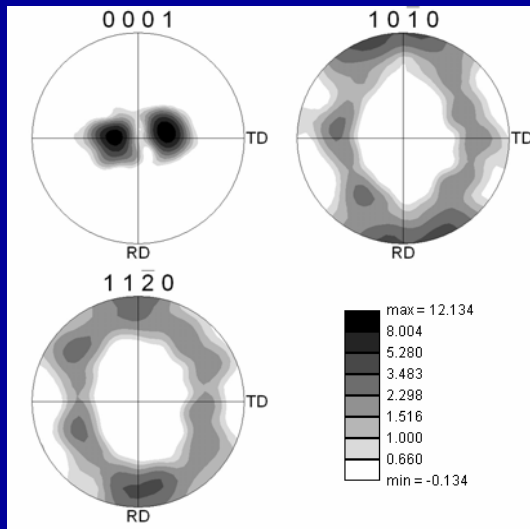
530°C/8mn
(15% recristallisé)



530°C/180mn
(~100% recristallisé)

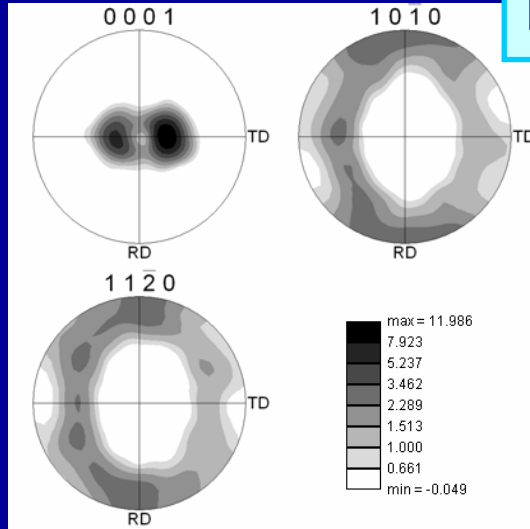


530°C/4mn
(3% recristallisé)

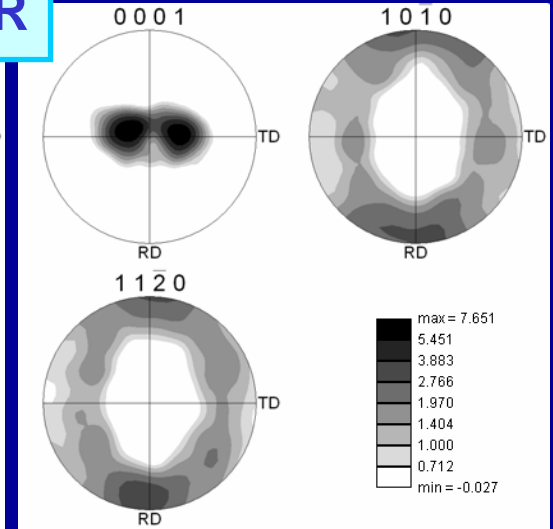


90% déf.

530°C/16mn
(55% recristallisé)



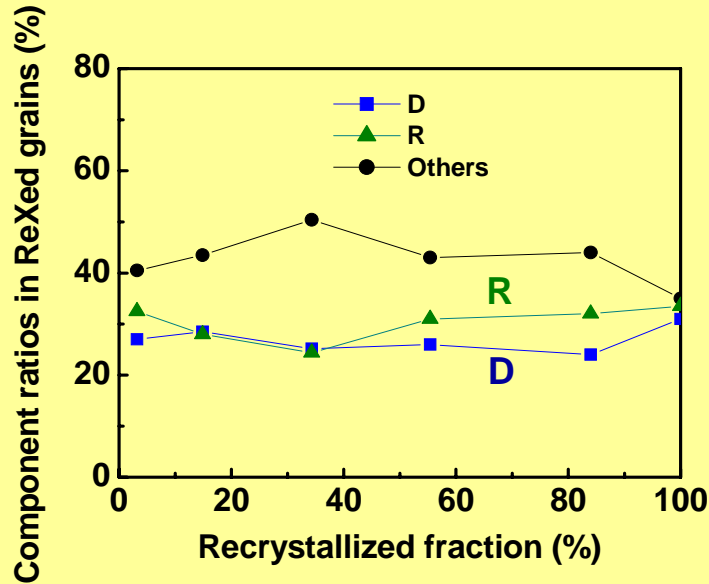
530°C/180mn
(~100% recristallisé)



D
+
R

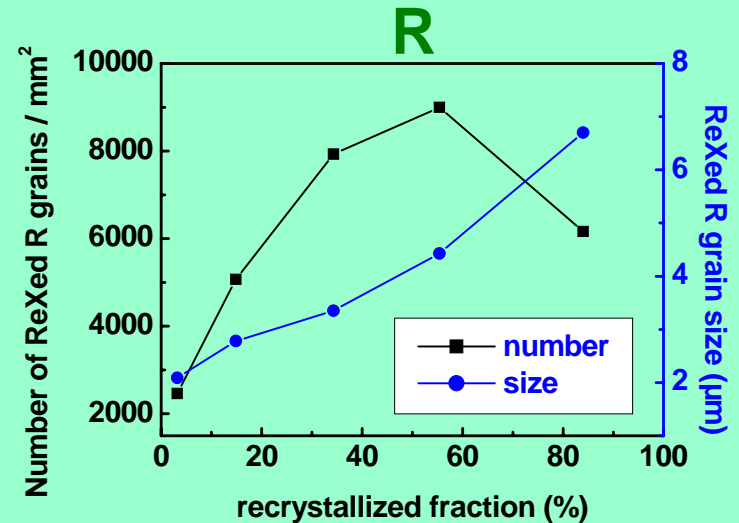
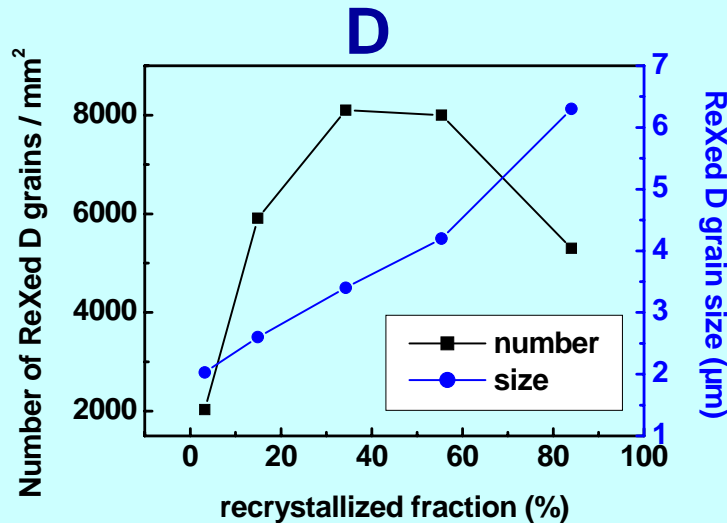
➤ Evolution de la texture au cours de la recristallisation primaire

Analyse OIM des deux composantes de texture des grains recristallisés



→ Cinétique de croissance équivalente des deux principales composantes.

→ Evolution semblable du nombre de grains et de leur taille.

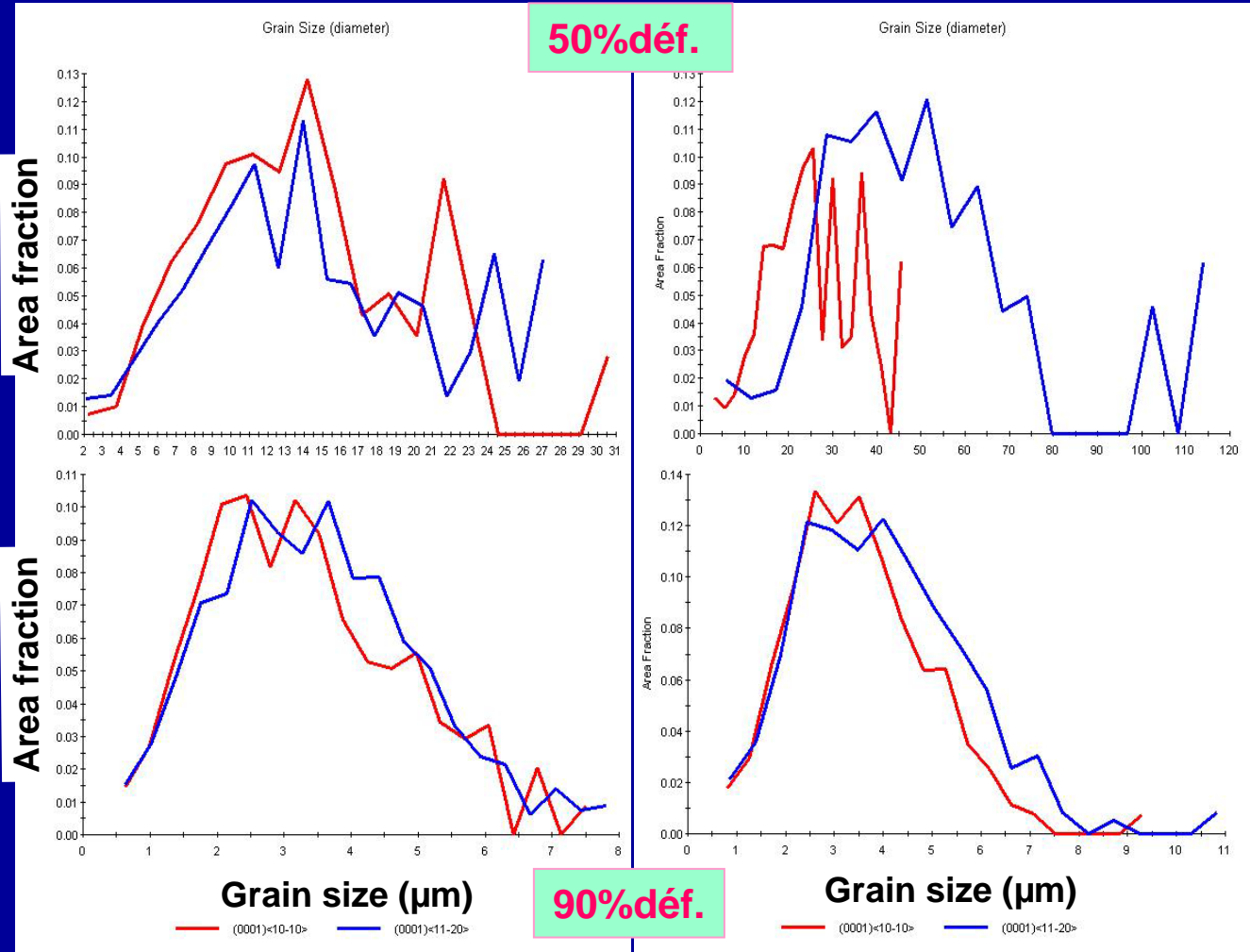


➤ Evolution de la texture pendant la croissance normale

Analyse OIM des deux
composantes de texture

Fin recristallisation primaire
(530°C/180mn)

Croissance normale
(650°C/40mn)



Fin recristallisation primaire
distribution de taille des
grains :

$$D = R$$



Croissance normale
vitesse de croissance :

$$D < R$$

➔ L'évolution de la texture est liée directement au grossissement plus rapide des grains d'orientation R.

❖ Synthèse des résultats

	Restauration	Germination	Fin recristallisation primaire	Croissance normale	Croissance anormale
Texture globale	$D > R$	$D > R$	$D = R$	$D < R$	$D > R$
Texture grains recristallisés		$D = R$			
Microstructure			Taille de grain $D = R$	Taille de grain $D < R$	Fonction du taux de déformation
	Recristallisation continue et discontinue				

- **Rappel des observations antérieures et définition des termes utilisés**
- **Méthodes expérimentales**
- **Evolution de la microstructure après recuit de recristallisation**
- **Evolution de la texture après recuit de recristallisation**
- **Mécanisme de recristallisation**

➤ Mesure de IQ des deux composantes de texture

Fin recristallisation primaire
(530°C/180mn)

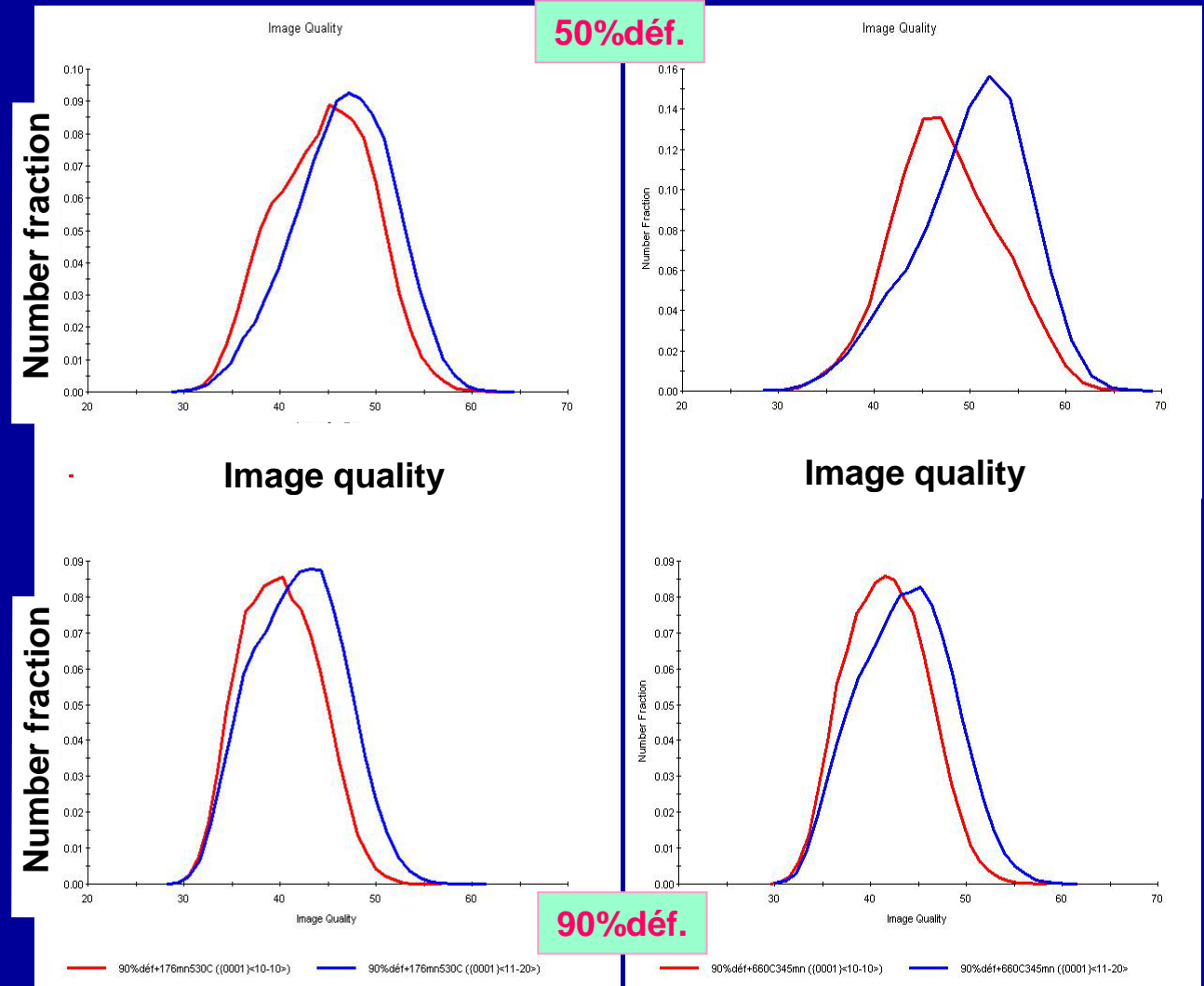
Croissance normale
(650°C/350mn)

Fin recristallisation primaire
écart significatif de IQ :

$$IQD < IQR$$

Croissance normale
IQD et IQR augmentent
légèrement, mais la
différence entre eux
subsiste.

➔ énergie stockée
résiduelle plus élevée
dans la composante D.



➤ Mécanisme de recristallisation

