

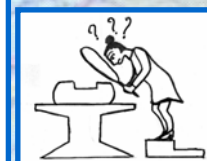
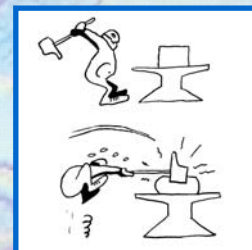
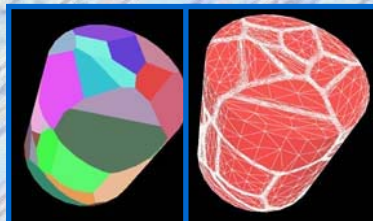


Étude des mécanismes de recristallisation par couplage

EBSD/Platine chauffante *in situ*.

Applications: Alliage de Zirconium et Tantale

S. Jacomet, N. Bozzolo, A. Le Floc'h, R. Logé



Pour identifier les phénomènes de la recristallisation

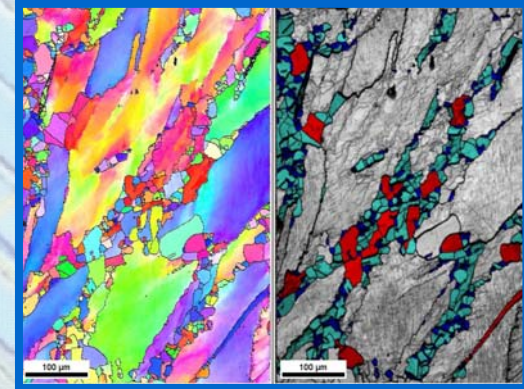
Échantillons massifs, écrouis

Recuits dans différentes conditions

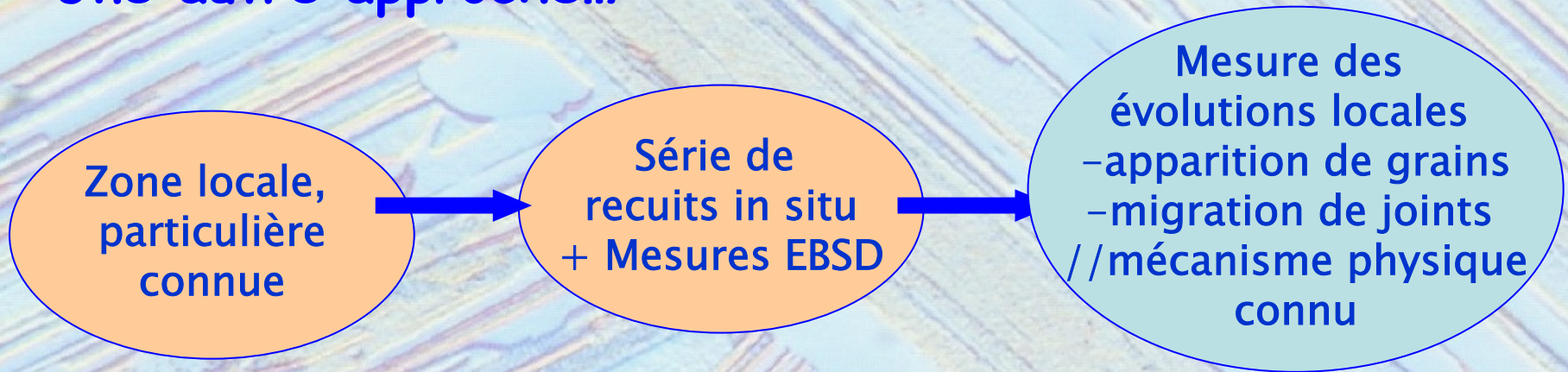
Observation et mesures des paramètres

Mécanismes physiques

- Étude Statistique de l'évolution
 - % de recristallisation
 - Taille de grains
- Travail à posteriori, les structures préexistantes ont disparu



Une autre approche...



- Depuis une dizaine d'années (1997)
- 2002-2004 équipe de SEWARD à Manchester réalise EBSD directement à haute température (1000°C) - cinétique de recristallisation pendant l'analyse, nécessite une grande rapidité d'acquisition
- Nous avons opté pour une approche séquentielle

Objet de cette présentation

Plan de l'exposé

➤ Dispositif expérimental

- le MEB et l' EBSD
- le four : réalisé par le groupe MEA (Atelier, Études, Mesures)

➤ Mise en œuvre d'un essai

- géométrie des échantillons
- montage des échantillons
- contrôle de la température

➤ Applications

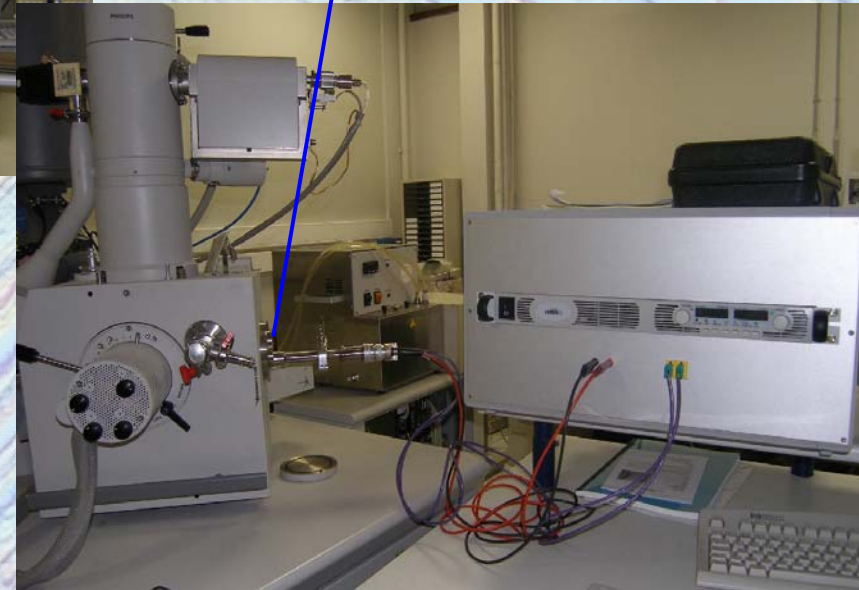
- Thèse de Benoît GAUDOUT (13 mars 2009): « *Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium* »
- Thèse de Marie HOUILLON (5 novembre 2009) « *Modélisation du fluotournage du tantale et du traitement thermique associé* »

Matériel: XL30 ESEM PHILIPS

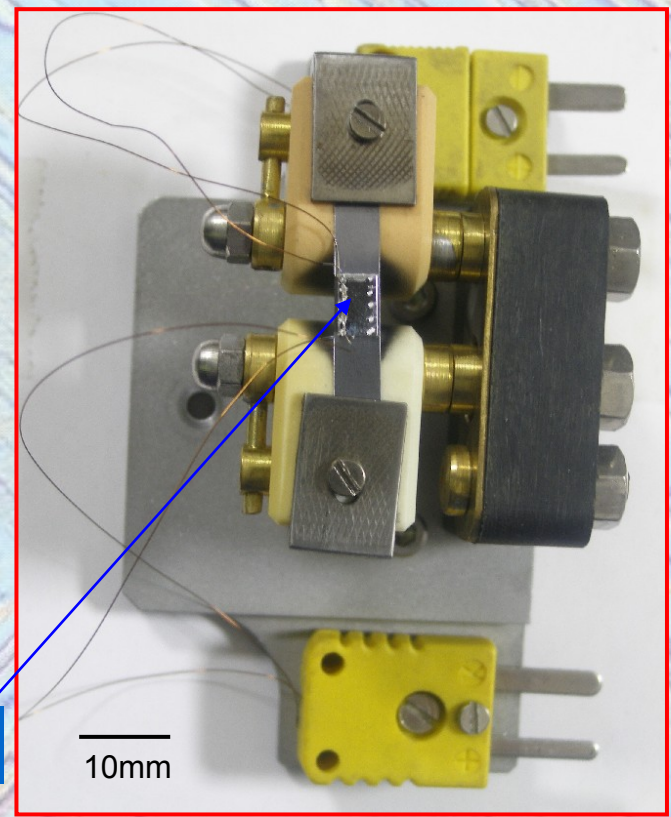
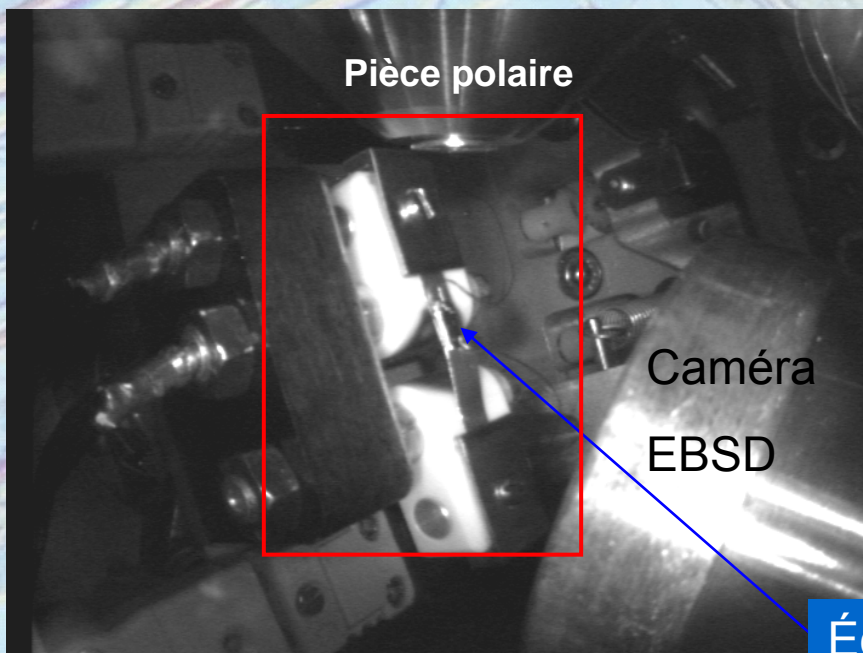


Système EBSD : TSL
Caméra Digiview
(60points/sec)

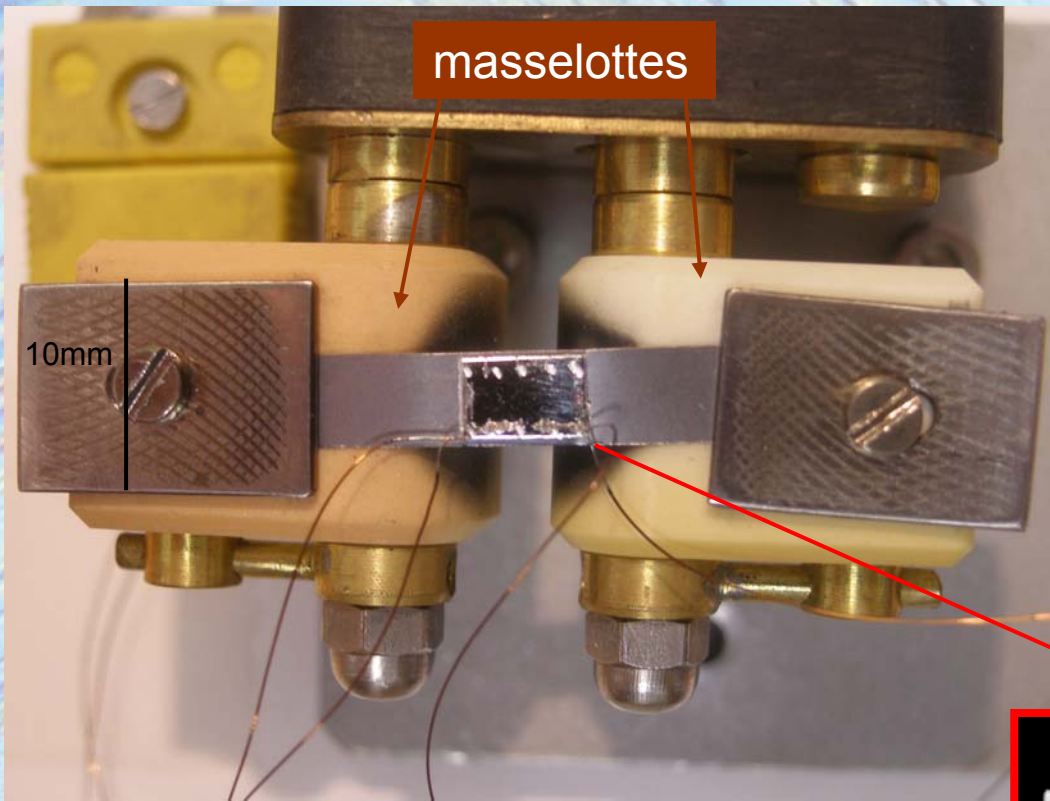
Entrée disponible
pour alimentation
électrique de la
platine chauffante



La chambre du MEB: le four est monté sur la platine tiltée à 70°



Four de Traitement thermique CEMEF (inspiré par la technique de R.LE GALL-1998)



FOUR:

Lamelle de TANTALE

Largeur = 3mm

Épaisseur = $30\mu\text{m}$

(Température de fusion $>3000^\circ\text{C}$

Conductivité électrique $7,6 \cdot 10^6 \text{S} \cdot \text{m}^{-1}$)

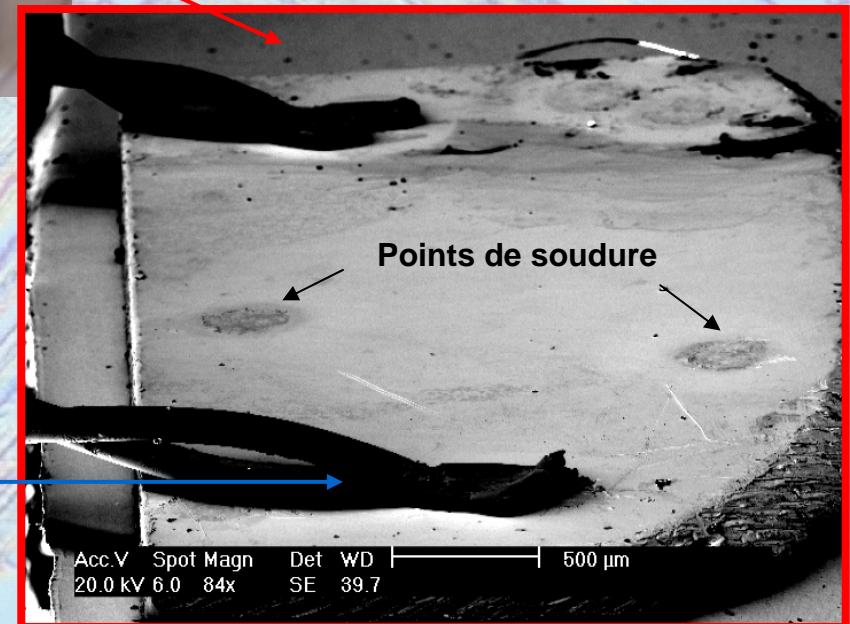
ECHANTILLON :

➤ Géométrie : $2,5\text{mm} \times 3\text{mm} \times 0,3\text{mm}$

➤ Polissage de la surface pour EBSD

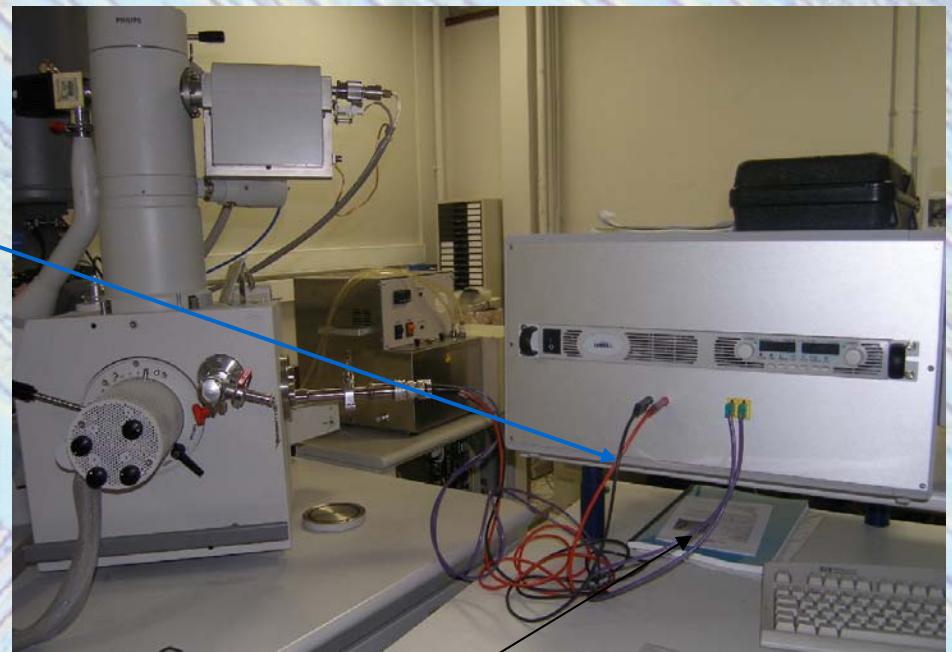
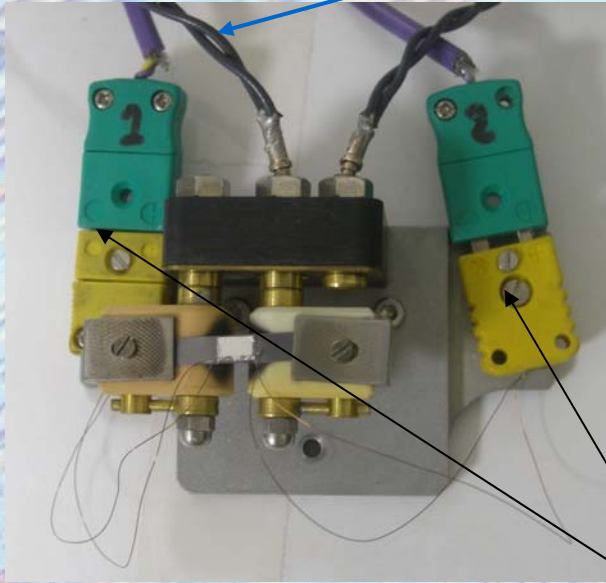
➤ Bon contact avec la lame de tantale (soudé par décharges capacitives)

➤ Fixation des thermocouples : NiCr(+) et Ni(Al+Mn+Si)(-); $\Phi = 0,125\text{mm}$

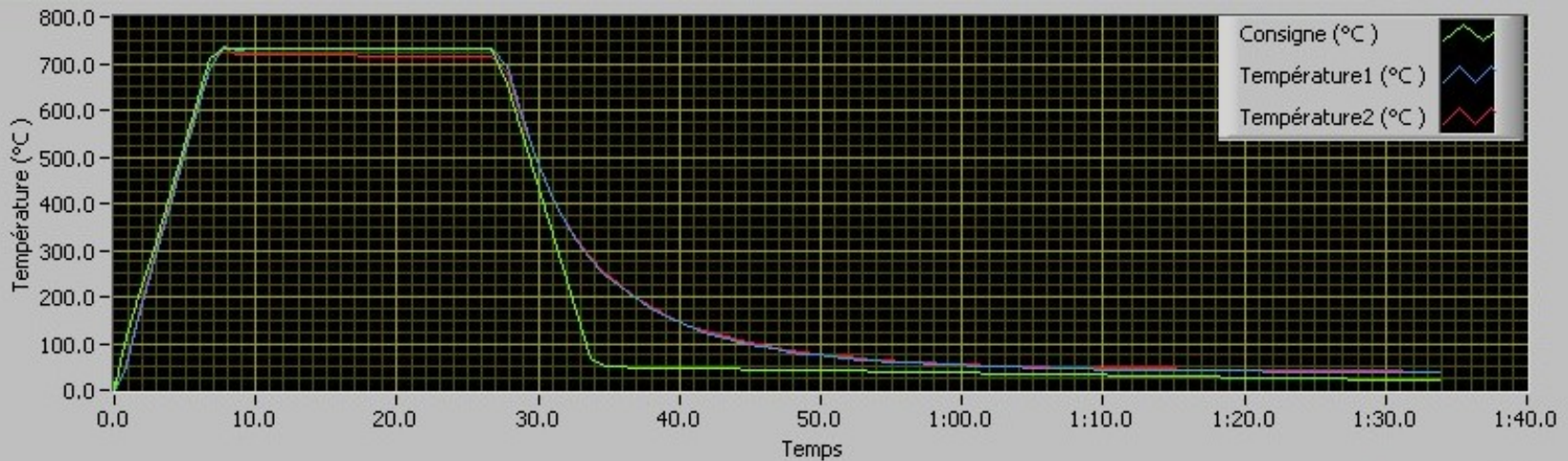


Chauffage par effet JOULE

Alimentation: $P < 20 \text{ Watts}$

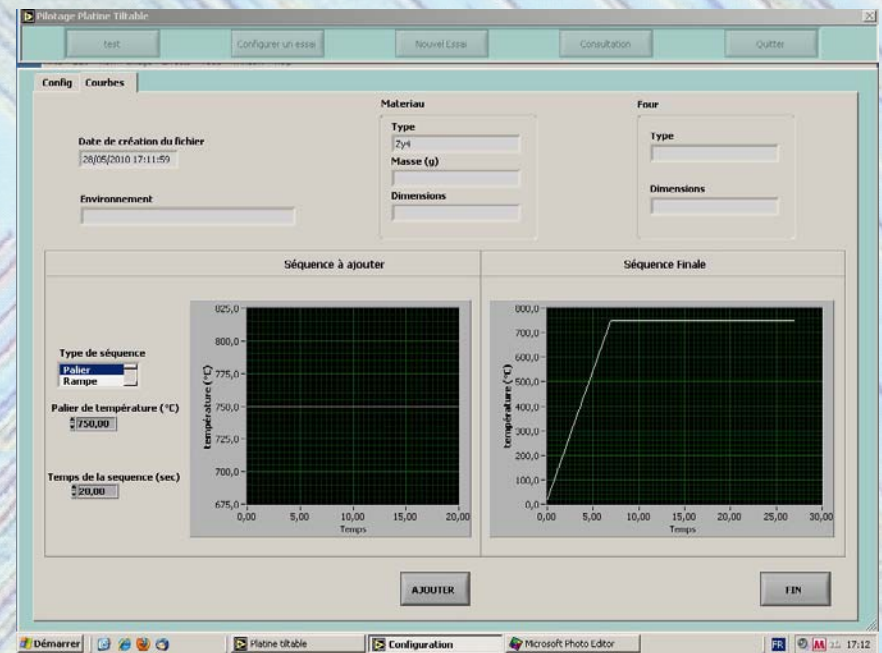
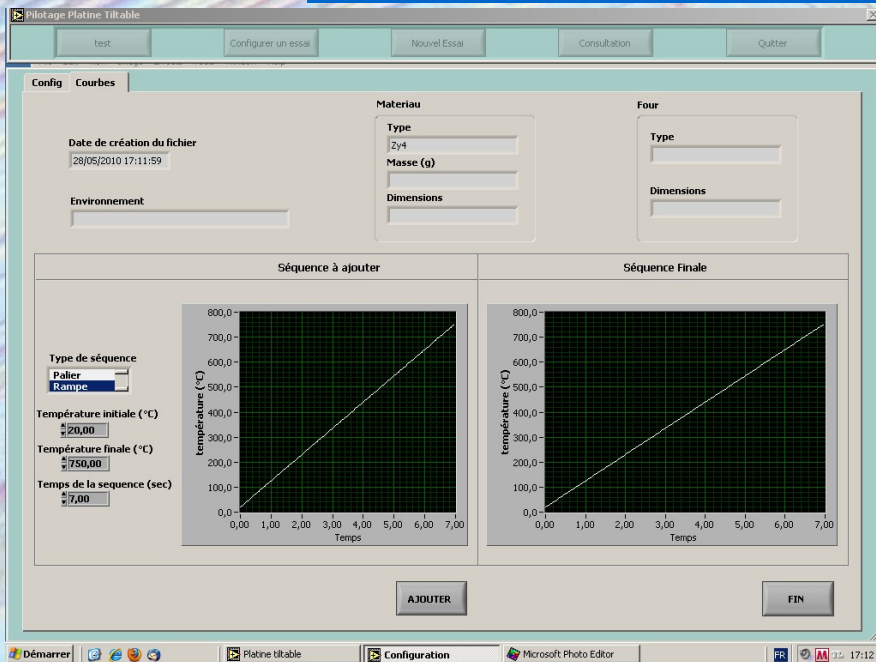


Thermocouples 1(régulation) et 2(contrôle)



Configuration d'un essai de traitement thermique

- Rampe de montée en température jusqu'à $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$
- Palier de maintien
- Rampe de refroidissement jusqu'à $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$



Configuration d'un essai de traitement thermique

- Rampe de montée en température jusqu'à $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$
- Palier de maintien
- Rampe de refroidissement jusqu'à $100^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$

Pilotage Platine Tiltable

test Configurer un essai Nouvel Essai Consultation Quitter

Config Courbes

Materiu

Type: Zy4
Masse (g):
Dimensions:

Four

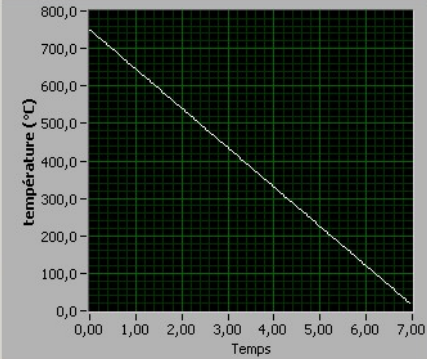
Type:
Dimensions:

Date de création du fichier: 28/05/2010 17:11:59

Environnement:

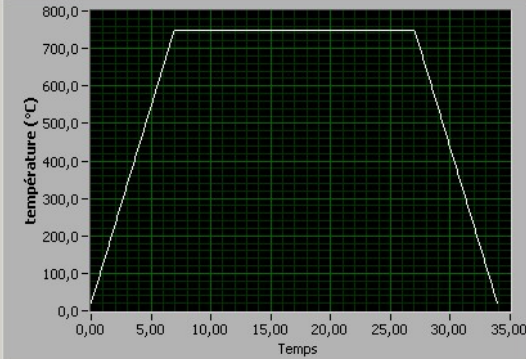
Séquence à ajouter

Type de séquence: Palier / Rampe
Température initiale (°C): 750,00
Température finale (°C): 20,00
Temps de la séquence (sec): 7,00



température (°C) vs Temps

Séquence Finale



température (°C) vs Temps

AJOUTER FIN

Démarrer Platine tiltable Configuration FR 17:13

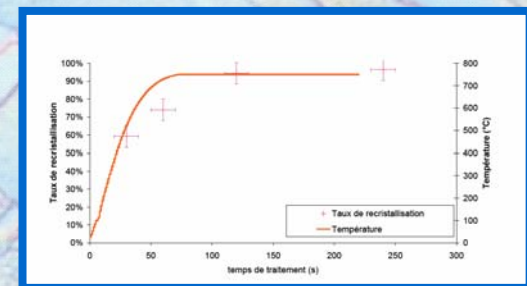
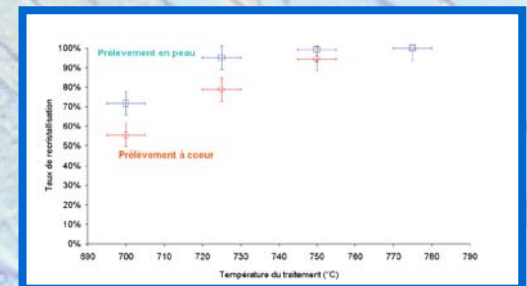
Application 1

Thèse de Benoît GAUDOUT (13 mars 2009): « *Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium* »

Afin de construire ces modèles numériques de prédiction, il a été nécessaire de déterminer certains paramètres par une étude microstructurale classique

- % de recristallisation
- évolution de la taille des grains

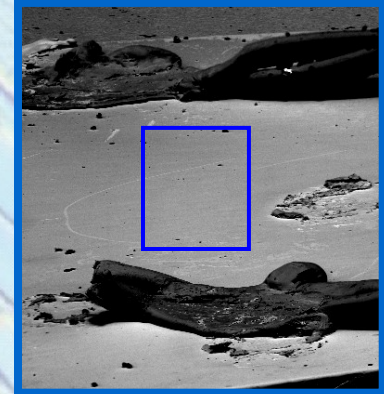
Les essais de Traitements thermiques « in situ » ont été réalisés en complément de ces études « classiques » sur un échantillon issu d'une barre de Zy4 trempé bêta obtenue par filage à 685°C



Figures extraites de la thèse de B. GAUDOUT

Réalisation de l'essai

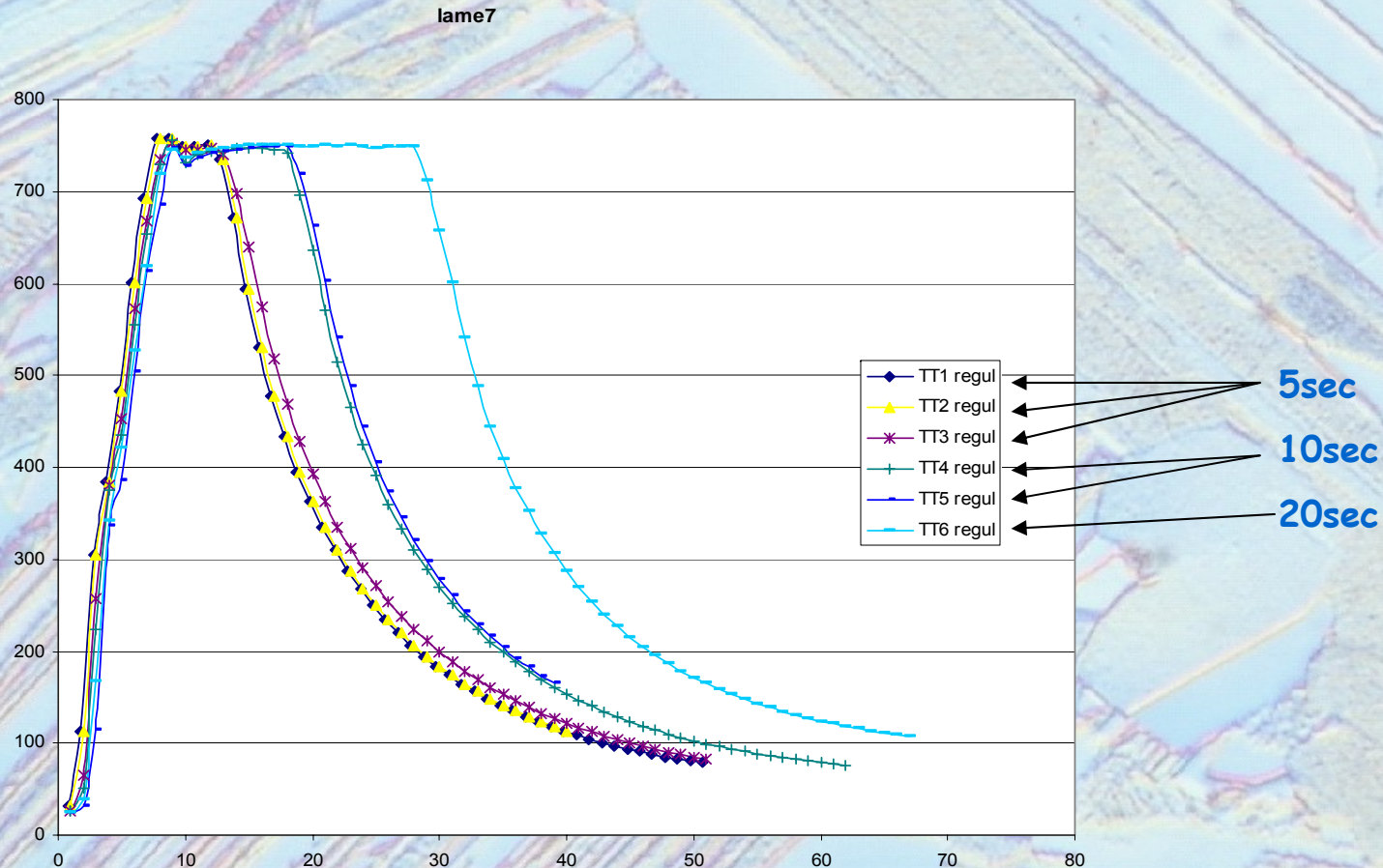
- Analyse EBSD d'une zone choisie « propre »
- Traitement thermique δt_1 à $T=750^\circ\text{C}$
- Analyse EBSD de la même zone
- Etc....

The screenshot displays the EBSD software interface. On the left, a large SEM image shows a scan area with a green rectangular region of interest. A scale bar indicates 50 μm . The stage coordinates are $x=36.00, y=-100.00, z=20058.00$. The active scan is labeled '4/4. ht2.osc'. Below the SEM image, scan information is provided: SEM Magnification: 800, Scan Mode: Hexagonal Grid, Start x: -80.000, Start y: -110.000, Size x: 160.000, Size y: 220.000, Step size: 0.75 microns, Number of points: 72377. A phase list is also visible. On the right, a pole figure plot shows various crystallographic orientations with Miller indices like 110, 211, 112, etc. The view is set to 'Index'. At the bottom, a progress panel shows: Percent Complete: 76%, Time Per Point: 0.034 seconds, Points Per Second: 29.1 points, Points completed: 55666, Points remaining: 16711, and Estimated Time Remaining: 9.6 minutes. Control buttons for 'Start Scan', 'Start Batch (4)', 'Skip', 'Stop', 'Pause', 'Capture SEM', 'Beam Scan', 'Stage Scan', 'Combo Scan', 'Custom Scan', 'Load Scan', 'Delete Scan', and 'Properties' are present.

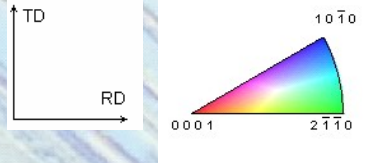
- Taille de la zone
 - Choix du pas d'analyse
 - Vitesse d'acquisition
- Conditionnent la durée.

Contrôle de la température

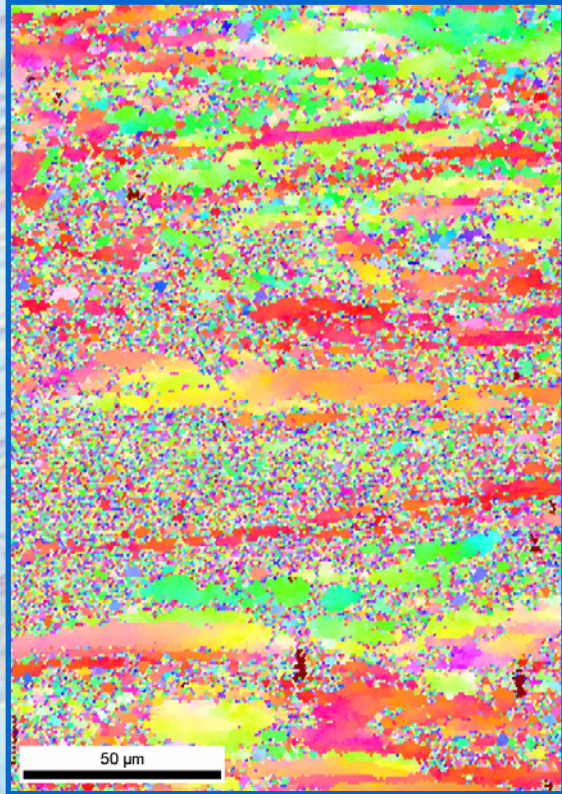
- Montée en température en 7sec
- 6 TT successifs
- Bonne reproductibilité en température pour tous les essais - courbe du thermocouple 1



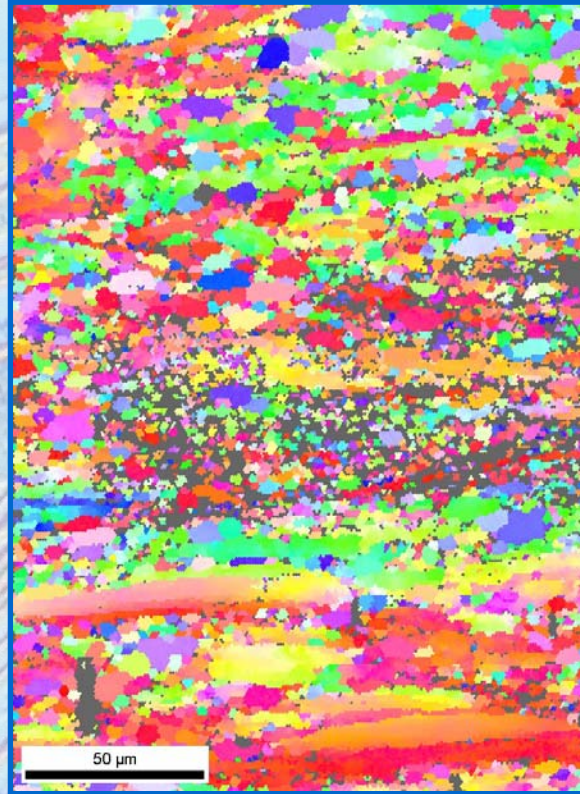
Direction du filage
→



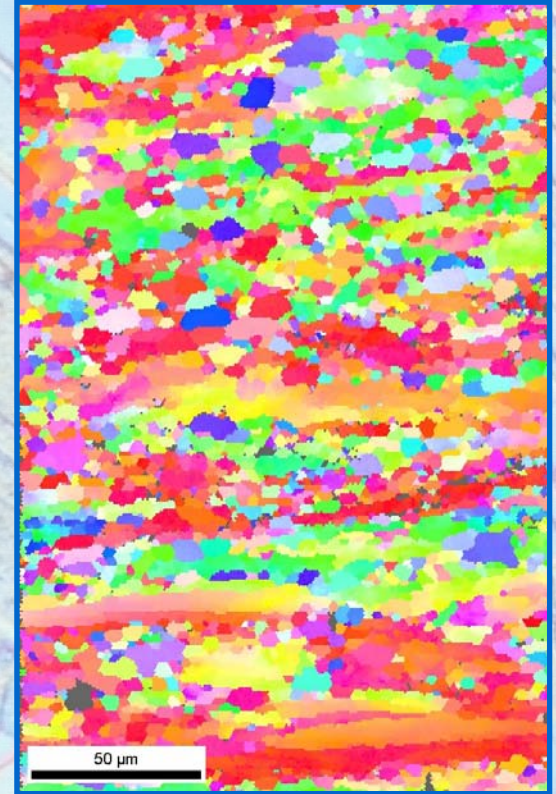
t_0



$t_0 + \delta t_1$



$t_0 + \delta t_1 + \delta t_2$



État initial

- Amas lamellaire
- Zones de petits grains très déformés

Après 2x5sec

- Apparition de nouveaux grains
- Amas lamellaire

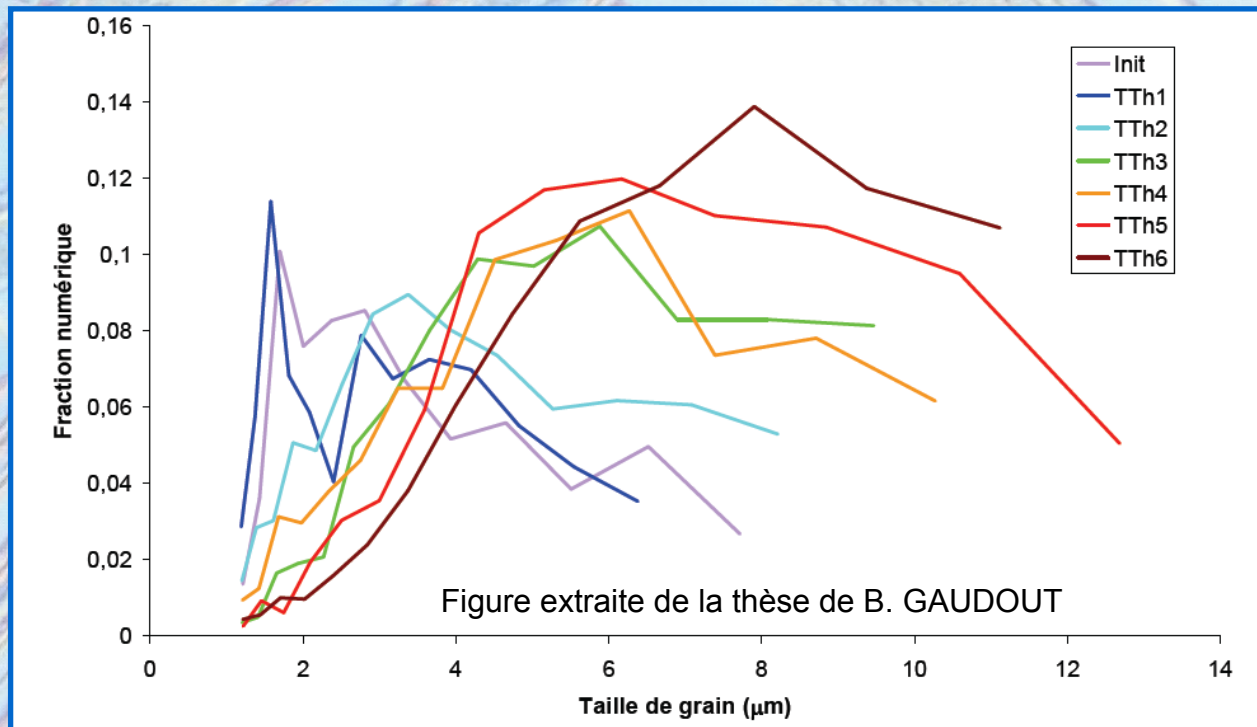
Après (2x5)+5+10 sec

- croissance des nouveaux grains
- Amas lamellaire

Cartes des orientations cristallographiques

Ces observations in situ ont permis de mettre en évidence des hétérogénéités d'évolution durant le Traitement thermique [GAUDOUT]

- Recristallisation rapide et totale, dans les zones fortement déformées par apparition et croissance de grains (jusqu'à 8 μm).
- Réorganisation lente, dans un second temps, des zones peu déformées (amas lamellaires), suite à la croissance des grains des zones de fortes déformations.



Application 2

Thèse de Marie HOUILLON (5 novembre 2009) « *Modélisation du fluotournage du tantale et du traitement thermique associé* »

Plot de compression : $H_0=11\text{mm}$; $\Phi=7\text{mm}$; déformé à température ambiante (54%)

Zones sélectionnées

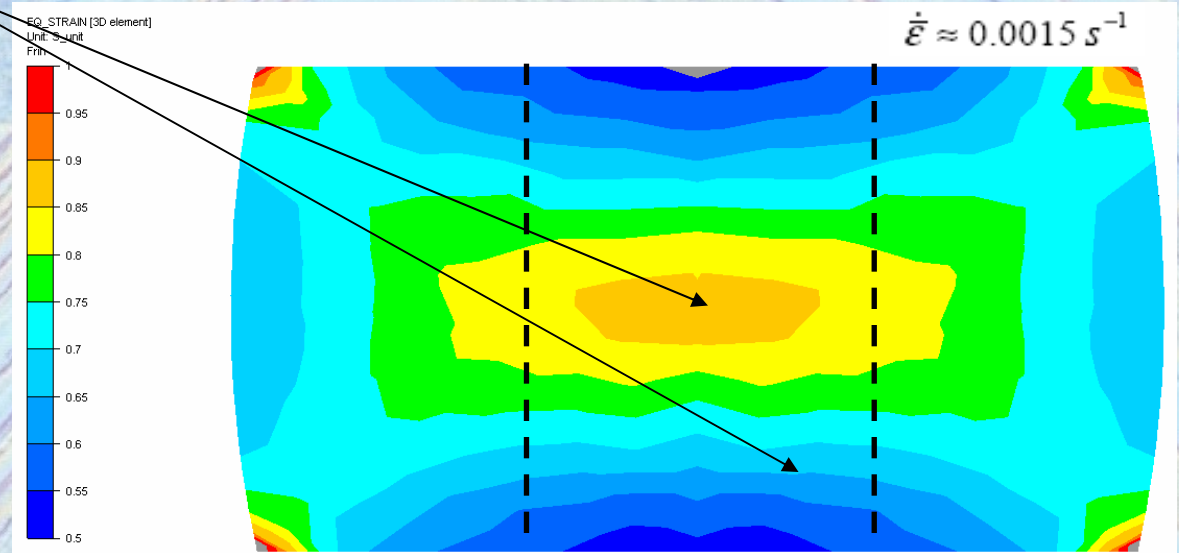
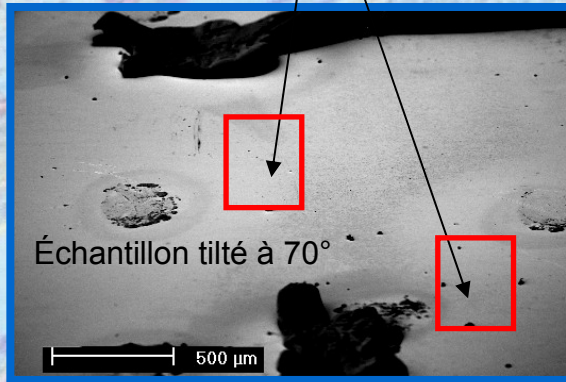


Figure extraite du Poster : Symposium on Advanced Methods in Electron BackScattered Diffraction – 5 et 6 mai 2010 Saint Etienne C.KERISIT, S.JACOMET, N.BOZZOLO, M.HOUILLON, R.LOGE

Contrôle de la température

- Montée en température en 10sec
- 3 TT successifs
- Bonne reproductibilité en température pour tous les essais 1050°C

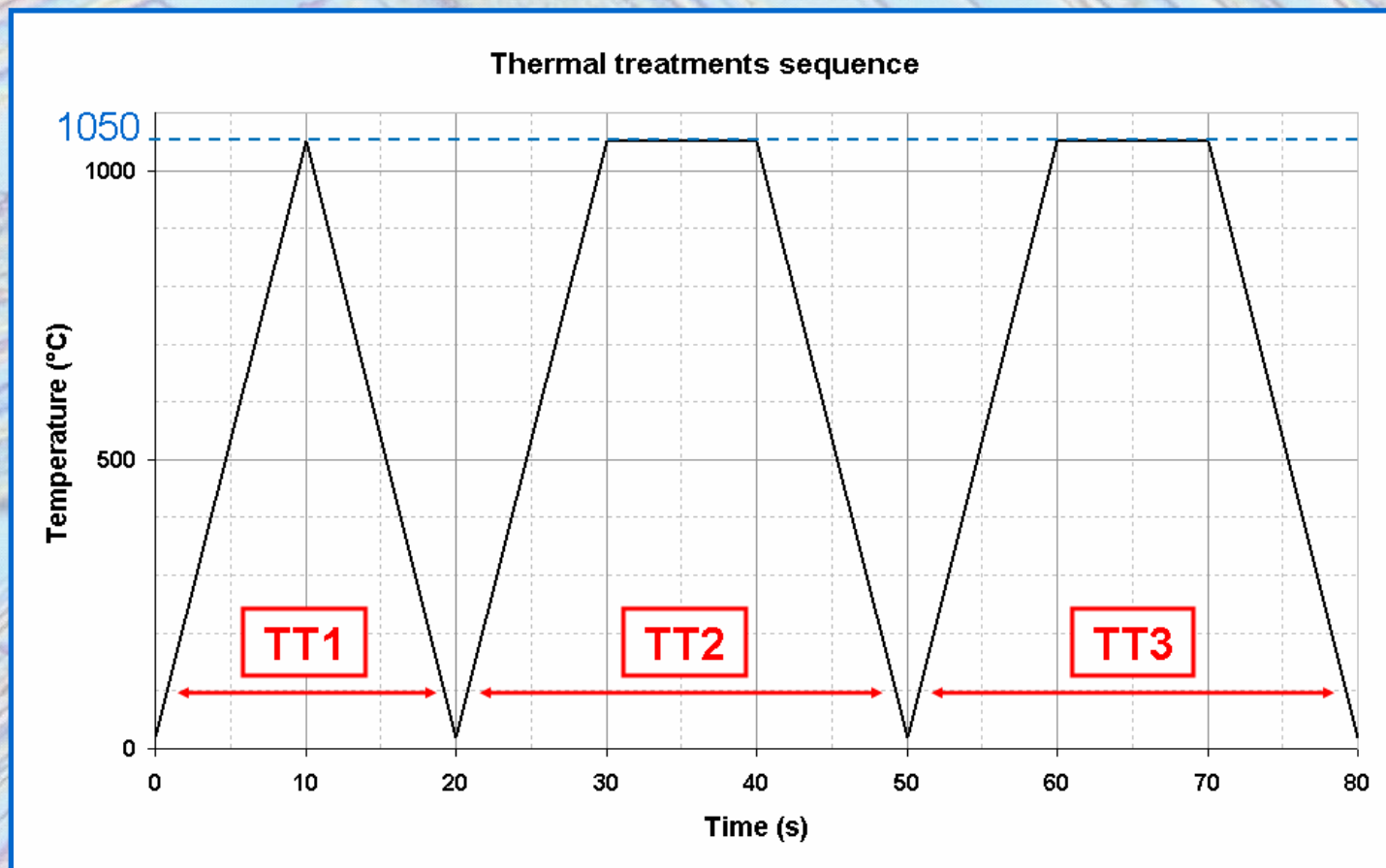
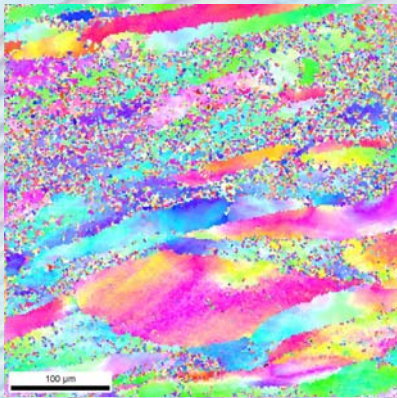


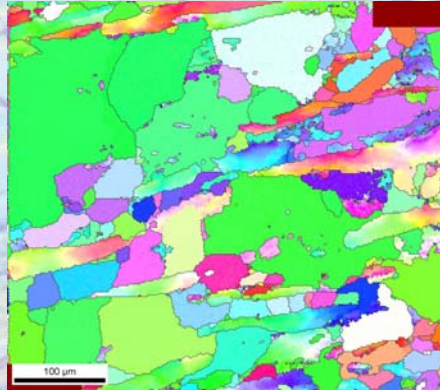
Figure extraite du Poster : Symposium on Advanced Methods in Electron BackScattered Diffraction – 5 et 6 mai 2010 Saint Etienne C.KERISIT, S.JACOMET, N.BOZZOLO, M.HOUILLON, R.LOGE

Zone 1: centre $\epsilon \sim 1$

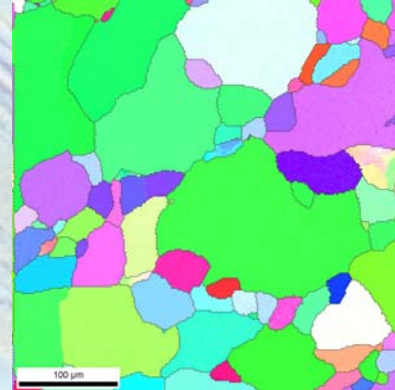
Pas de mesure = $2\mu\text{m}$



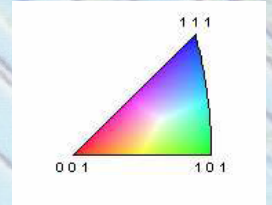
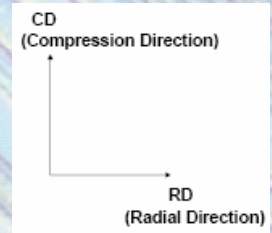
t_0



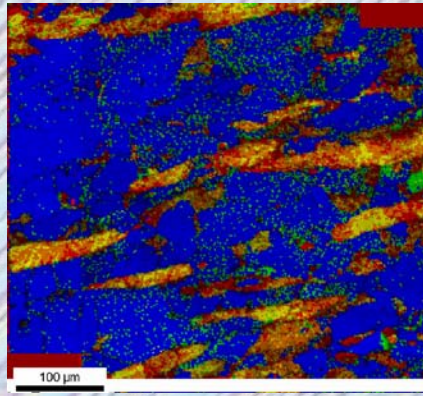
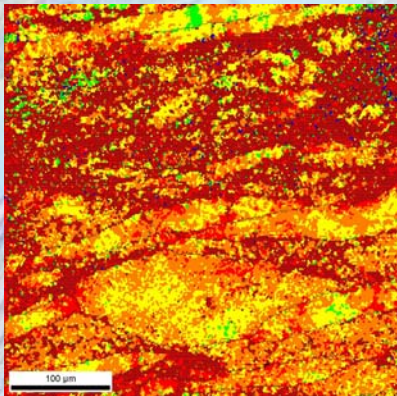
TT1



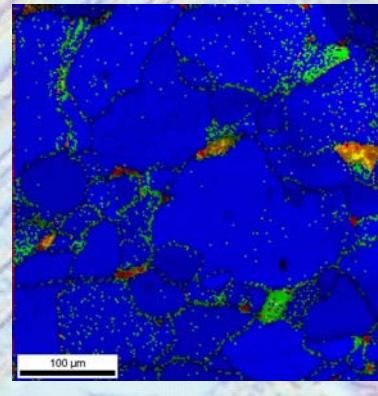
TT2 10 sec



Kernel Average Misorientation = Mesure de la désorientation cristallographique locale: désorientation entre un point et la moyenne de ses voisins à une distance de 4 pixels ($8\mu\text{m}$). $K > 2$ écrouissage, fort gradient d'orientation et beaucoup de dislocations dans un même grain - $K \leq 1$ recristallisation



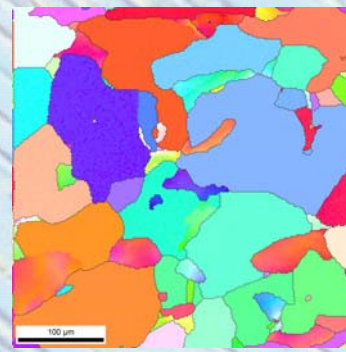
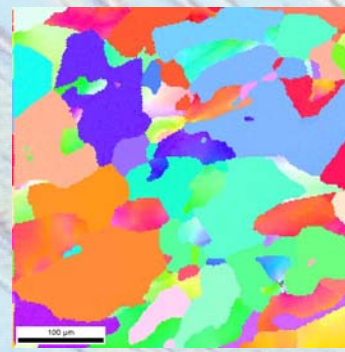
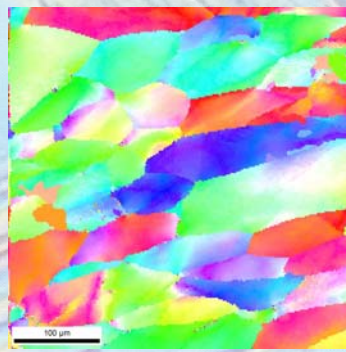
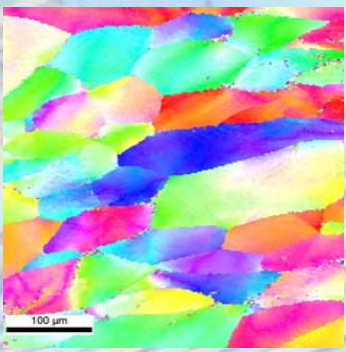
% de recristallisation $\sim 60\%$



% de recristallisation $> 90\%$

	Min	Max (°)
Blue	0	1
Green	1	2
Yellow	2	3
Orange	3	4
Red	4	5

Zone 2: $0.5 < \epsilon < 0.7$

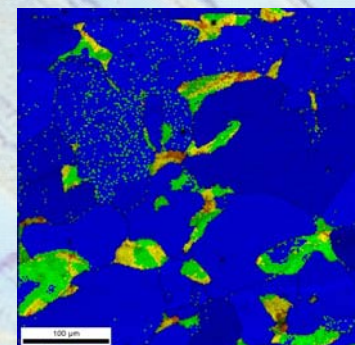
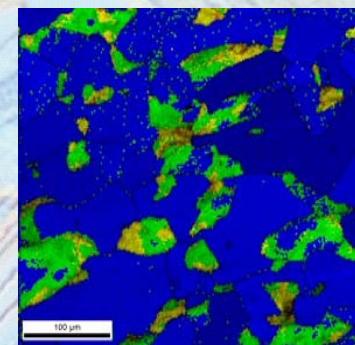
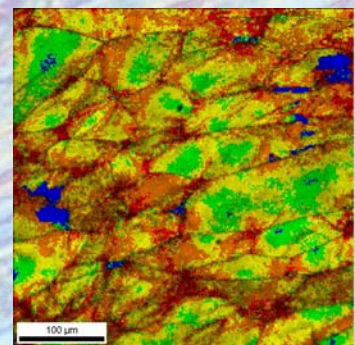
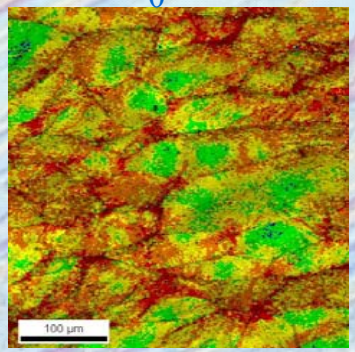


t_0

TT1

TT2 10 sec

TT3 10 sec+10sec

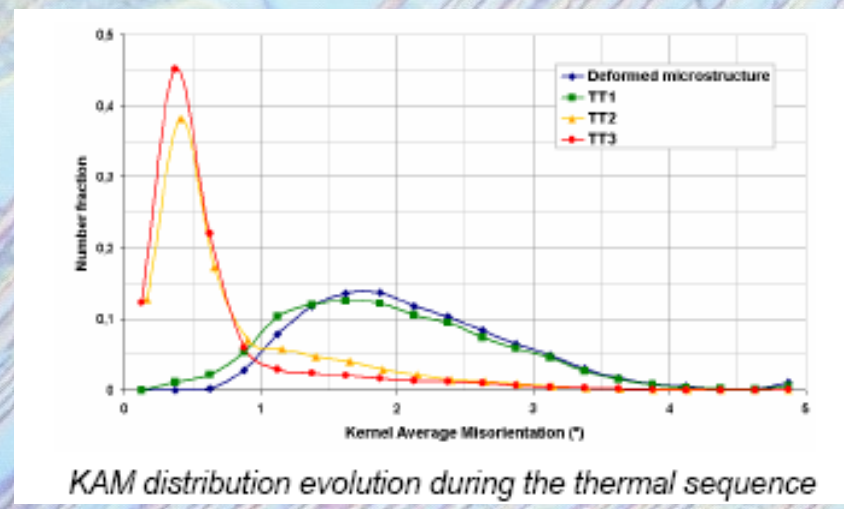


	Min	Max (°)
Blue	0	1
Green	1	2
Yellow	2	3
Orange	3	4
Red	4	5

% de recristallisation < 10%

~75%

~85%



- Recristallisation très importante dès le début des TT
 - Phénomène accéléré avec la quantité de déformation de la zone analysée

Conclusion:

- Ces premiers essais « in situ » ont été effectués en fin de thèses et sont venus conforter les mécanismes connus de recristallisation dans ces 2 études.
- Ils apportent des compléments d'information locaux sur les mécanismes de germination et croissance lors de la recristallisation
- Ces résultats feront l'objet d'une publication à la 4ème conférence « Recrystallization and grain growth » à Sheffield du 4 au 9 juillet 2010 (N.BOZZOLO)

Perspectives:

- Poursuite de l'étude sur la recristallisation du Tantale (thèse en cours)
- Utilisation de la platine chauffante pour d'autres matériaux (inox 316L et alliage de Ni)