



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

*Liberté
Égalité
Fraternité*

ONERA

THE FRENCH AEROSPACE LAB

www.onera.fr

Etude des évolutions microstructurales des polycristaux sous sollicitations thermique, mécanique et thermomécanique par essais *in situ* et modélisation numérique

Pauline Stricot^(1,2), Anna Ask⁽¹⁾, Louise Toulbi⁽¹⁾, Quentin Barrès⁽¹⁾, Yves Renollet⁽¹⁾,

Henry Proudhon⁽²⁾, Samuel Forest⁽²⁾

⁽¹⁾ DMAS, ONERA, Châtillon, France

⁽²⁾ Centre des Matériaux, Mines Paris-PSL, CNRS UMR 7633

Contexte

Evolutions microstructurales lors de la mise en forme thermomécanique des métaux

↪ Recristallisation, restauration, croissance de grain, fragmentation

Déformation



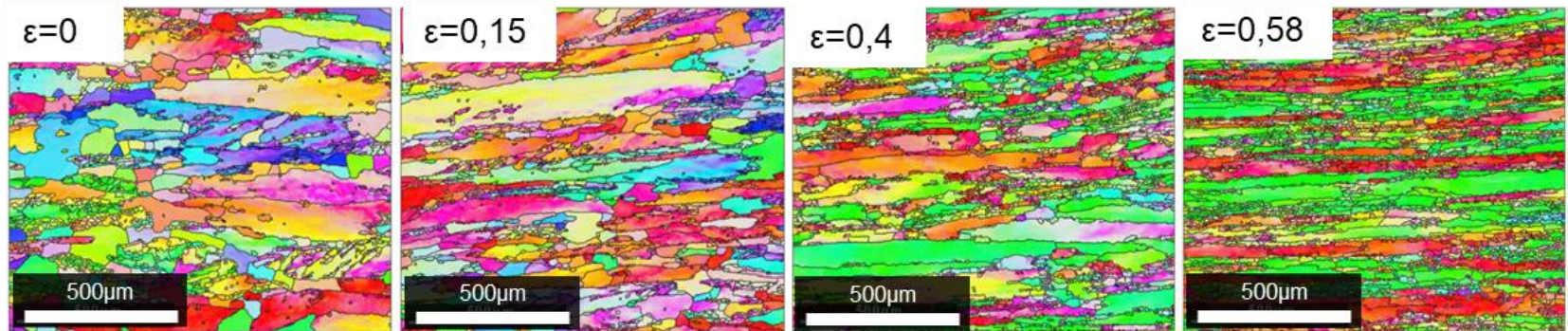
Température

Introduction de dislocations

↗ Energie Stockée

Annihilation de dislocations

↘ Energie Stockée



Evolution microstructurale d'une alliage AA7050 déformé à 420°C [Li2020]

Contexte

Modélisation des évolutions microstructurales des métaux déformés pendant un recuit

- Meilleure compréhension et quantification des phénomènes physiques pendant la recristallisation
- Modélisation champ complet : microstructure caractérisée à l'échelle du polycristal

Déformation

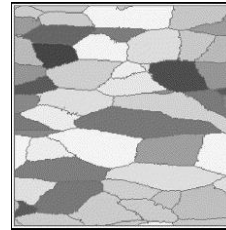
A l'échelle du polycristal : Plasticité cristalline

- Besoin d'une description résolue de l'état déformé
 - Orientation cristallographique
 - Energie stockée

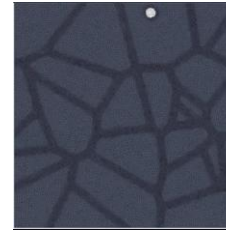
Température

A l'échelle du polycristal

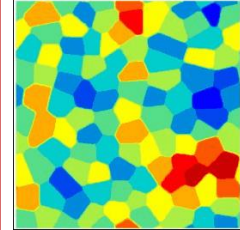
- Modèle champ complet



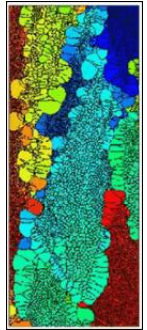
Monte Carlo
[Ivasishin2006]



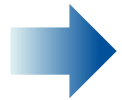
Level-set
[Bernacki2009]



Champ de phases
[Abrivard2012]



Multi Champ de phases [Takaki2009]



Données expérimentales adaptées aux besoins du modèle

1. Dispositif expérimental
2. Recuit *in situ* MEB d'un matériau laminé à froid
3. Essai de traction *in situ* MEB à T_{amb} et modélisation
4. Essai de recuit à 300°C
5. Essai de déformation à chaud

Dispositif expérimental – Platine d'essais micromécanique *in situ*

Expérimentale

Numérique



Compréhension des évolutions de microstructure de l'**Aluminium pur (99,999%)**

- Essai *in situ* au Microscope Electronique à Balayage couplé à l'analyse EBSD

1

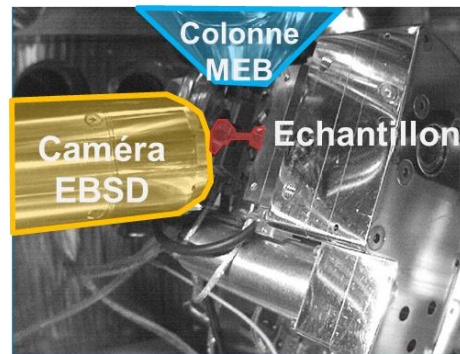
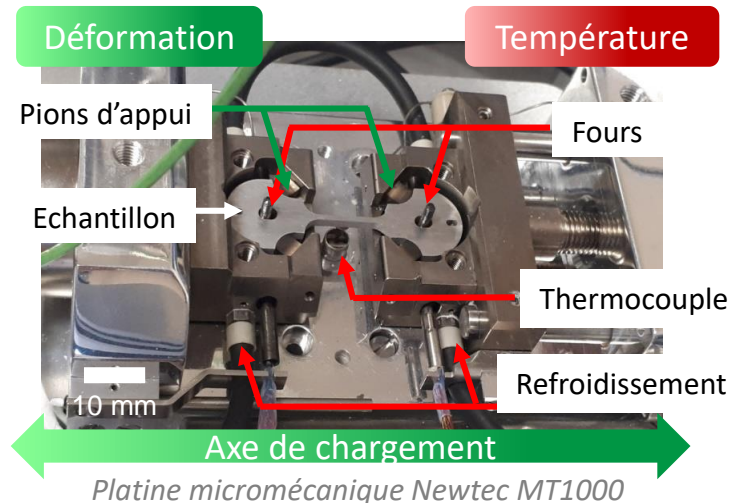
Recuit

2

Traction à T_{amb}

3

Traction à chaud



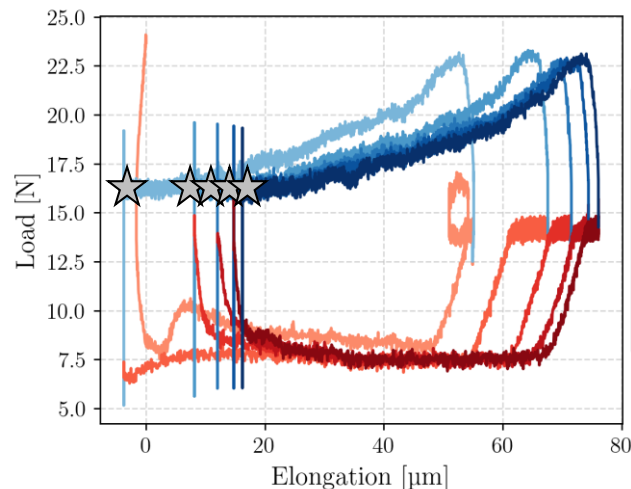
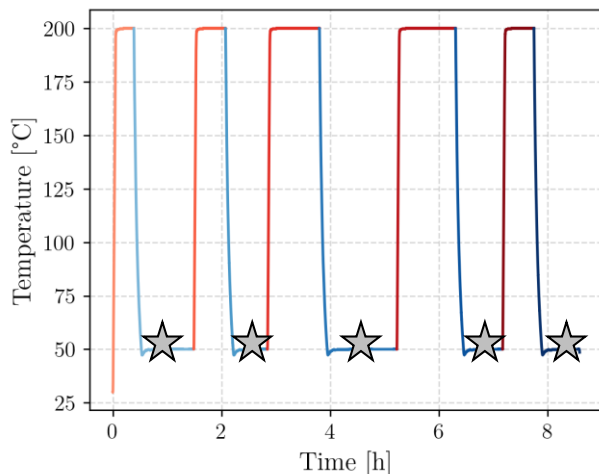
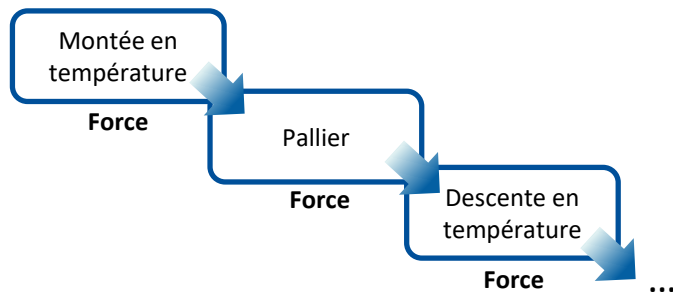
Platine dans la chambre du MEB
Tscan Mira 3 en position EBSD

- Suivi en direct des évolutions microstructurales
- Etude statique et dynamique
- Résolution adaptée au modèle : agrégat polycristallin
- Accès aux évolutions d'orientation cristalline

1 Recuit *in situ* d'un matériau laminé à froid

Pilotage de l'essai de recuit *in situ* d'un matériau laminé

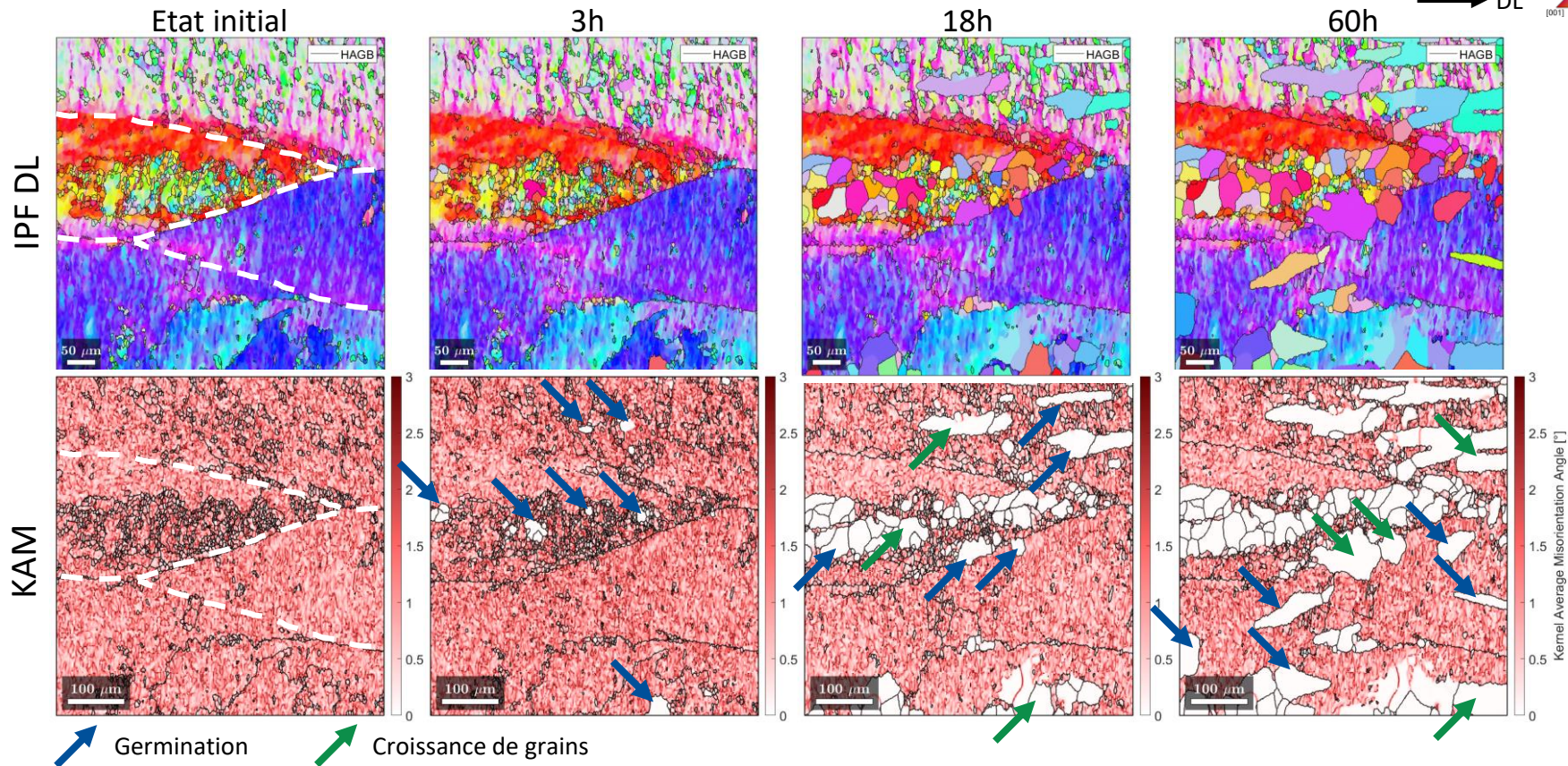
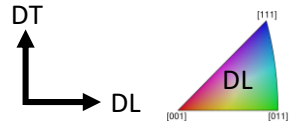
- ✍ Plateaux de température à 200°C
- ✍ Redescente ponctuelle à 50°C pour les acquisitions EBSD
 - Pour les évolutions orientations
- ✍ Pilotage de l'essai en force imposée
 - Pour accommoder la dilatation thermique



- Cycle 1 - 200°C
- Cycle 2 - 50°C
- Cycle 3 - 200°C
- Cycle 4 - 50°C
- Cycle 5 - 200°C
- Cycle 6 - 50°C
- Cycle 7 - 200°C
- Cycle 8 - 50°C
- Cycle 9 - 200°C
- Cycle 10 - 50°C

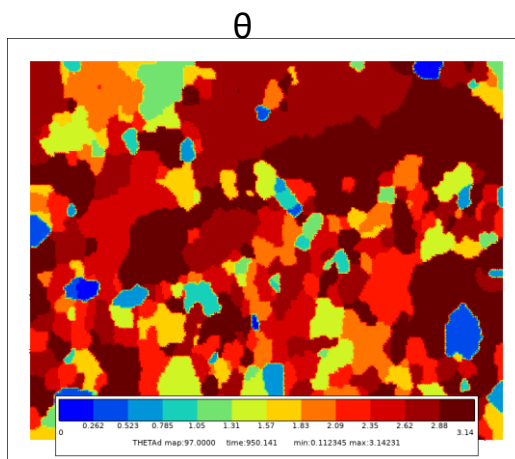
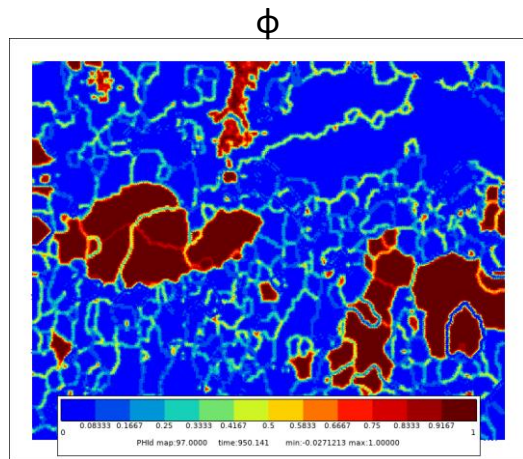
★ Acquisitions EBSD

Evolution des orientations cristalllographiques pendant le recuit *in situ*

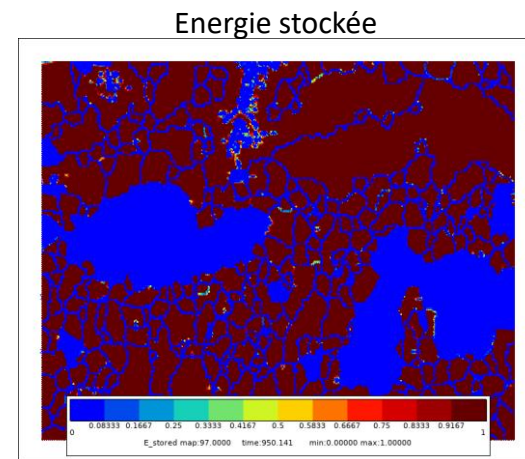


Recuit *in situ* d'un matériau laminé à froid

- Chaque grain a son propre comportement de recristallisation
 - Orientation et morphologie de grains
- Modélisation champs de phase du recuit à partir de l'EBSD de la microstructure laminée à froid



➤ De l'EBSD



➤ Du KAM

- Initialisation de l'énergie stockée via le KAM insuffisante
- Microstructure trop complexe pour le modèle



Microstructure plus simple avec une description précise de l'état déformé

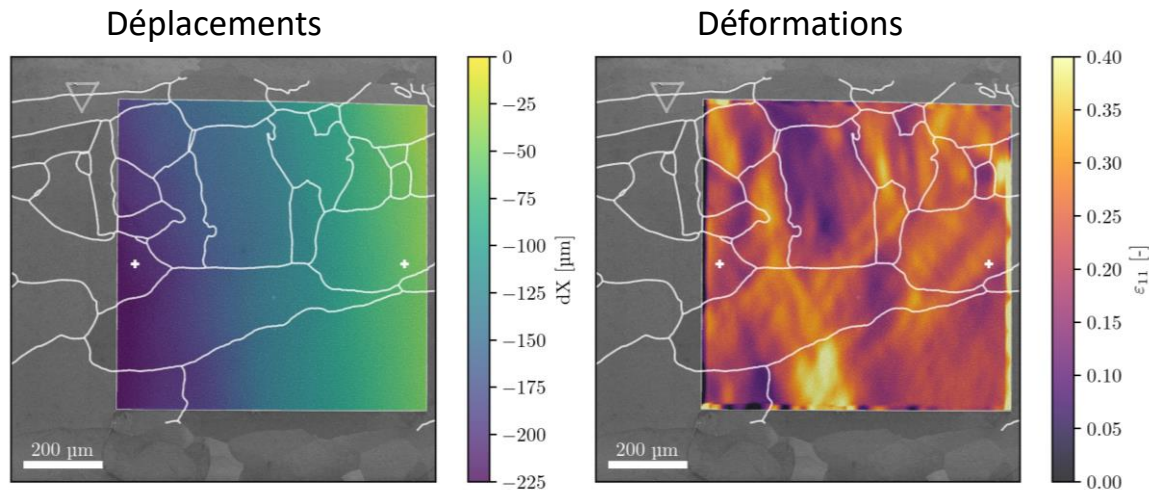
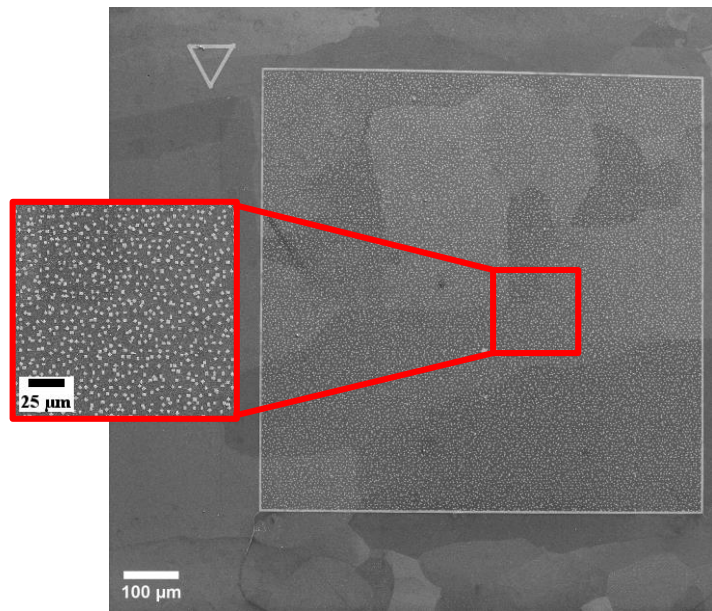
2

Traction *in situ* à T_{amb} d'un échantillon recristallisé

Suivi des champs mécaniques pendant l'essai de traction *in situ* MEB

1) Dépôt d'un cadre en lithographie

2) Corrélation d'images (FolkiD)

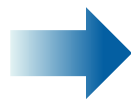


✎ Sélection de la zone d'intérêt

✎ Mouchetis pour la DIC

✎ Mouchetis adapté à la mesure des déplacements

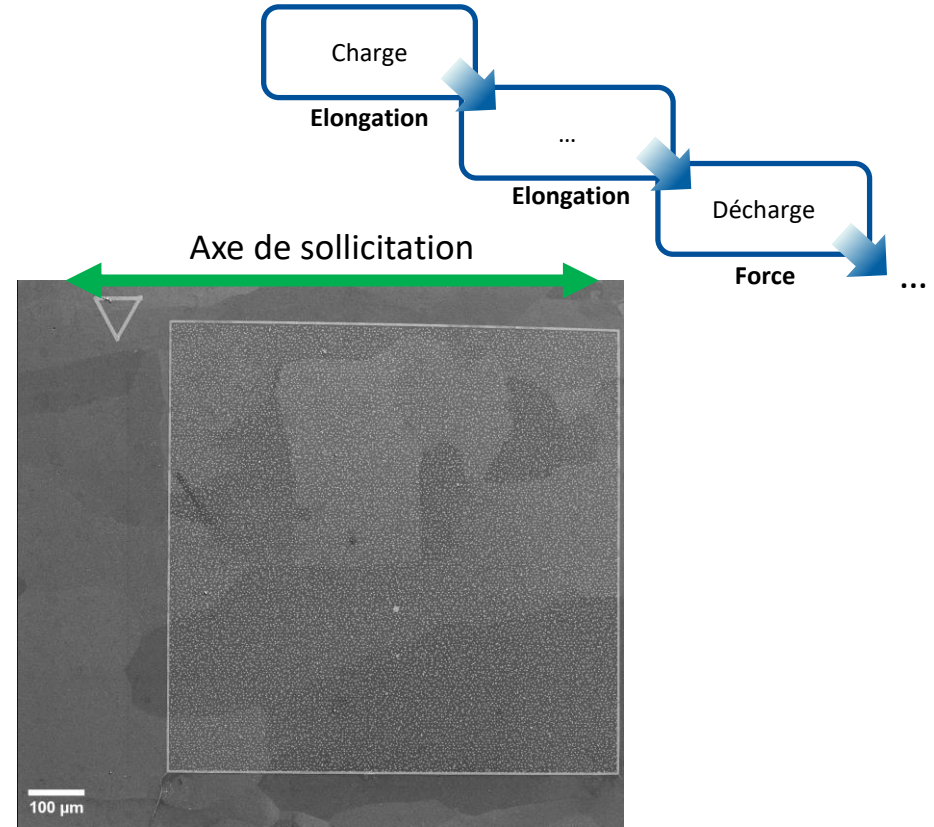
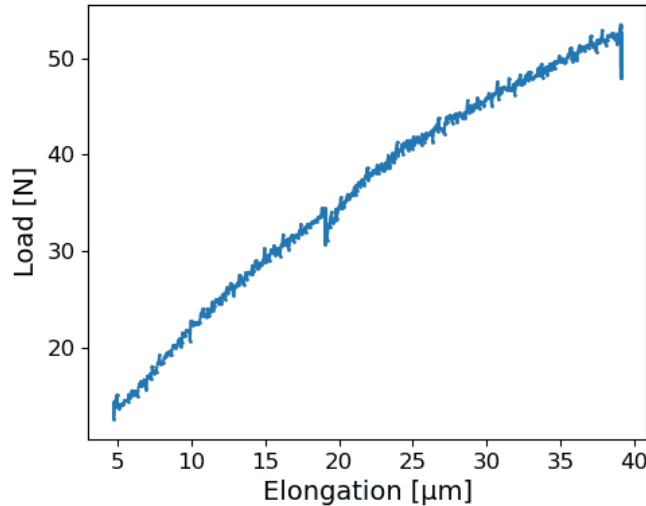
✎ Déformations hétérogènes : bandes de localisation



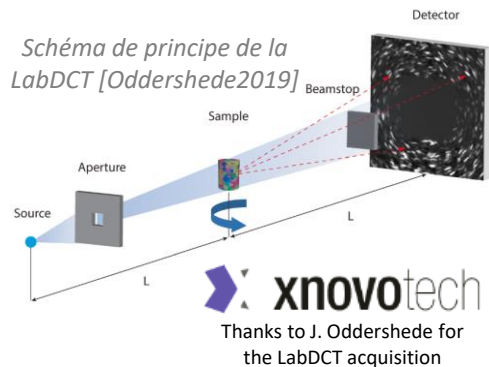
Conditions aux limites pour la simulation

Pilotage de l'essai de traction *in situ* à T_{amb} d'un échantillon recristallisé

- ↪ Arrêt des traverses réguliers pour image SE
 - Pour la DIC
- ↪ Décharge ponctuelle pour acquisition EBSD
 - Pour les évolutions orientations



Caractérisation 3D de l'échantillon et alignement des données 3D – 2D

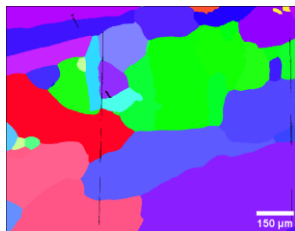


- Analyse LabDCT (Laboratory Diffraction Contrast Tomography)
- Cartographie 3D résolue spatialement de l'orientation cristallographique
 - Orientation cristallographique moyenne par grain
 - Résolution spatiale : $5\mu\text{m}$
- Alignement des données 3D avec les données 2D de l'essai



Cartographie IPF 3D de l'échantillon

Surface EBSD



Data LabDCT



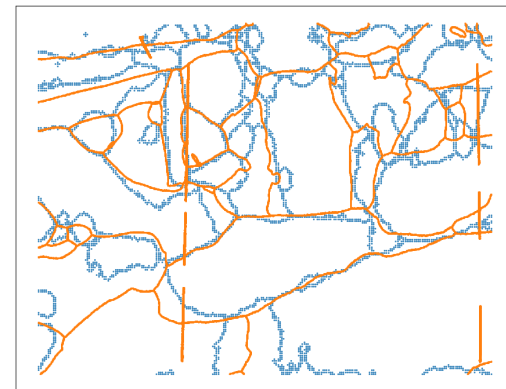
Slice n°16



n slices ?

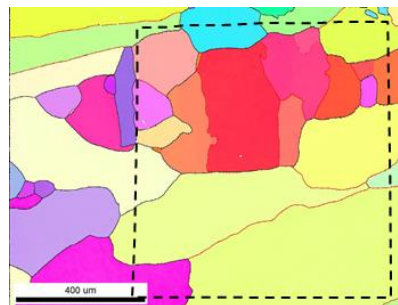


Slice n°35

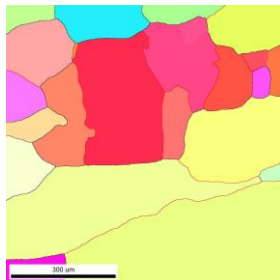
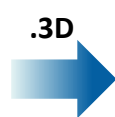


Maillage de la zone d'intérêt à partir des données 2D et 3D de la microstructure

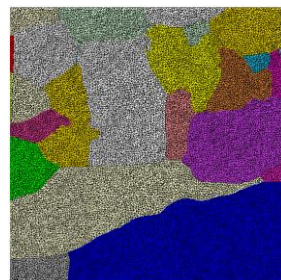
➤ A partir de la microstructure 2D :



Dream



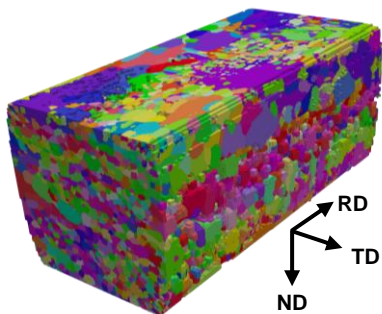
Neper



Extrudé sur 50 µm

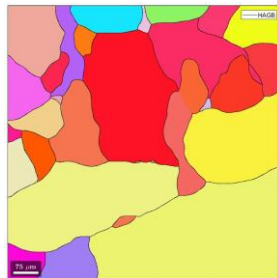
28 grains
C3d15r
2M DOF
Element size $\sim 6,5 \mu\text{m}$
Element quadratique réduit
1 semaine de calcul

➤ A partir de la microstructure 3D :

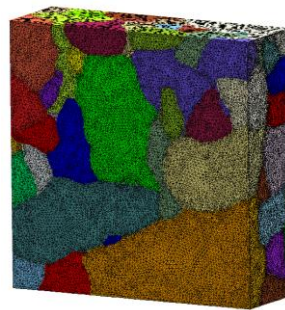


Analyse LabDCT

Pymicro



S2M

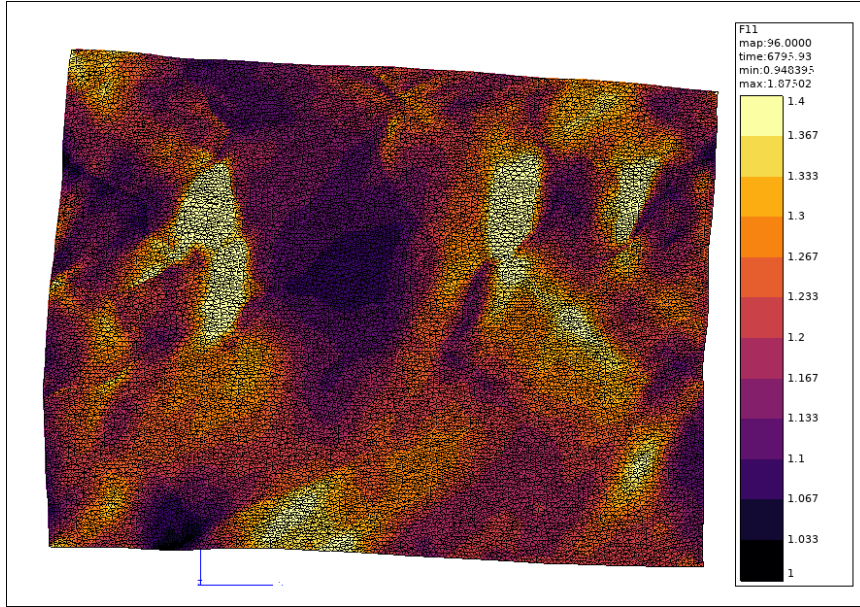


250 µm de profondeur

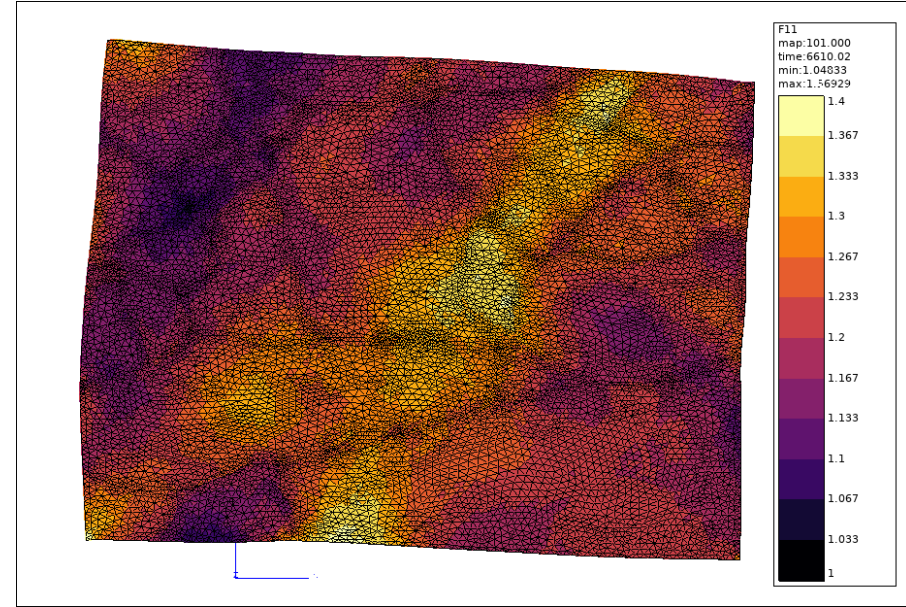
108 grains
C3d8
1.6M DOF
Element size $< 8 \mu\text{m}$
Element linéaire
3 semaines de calcul

Modélisation de l'essai de traction *in situ*

➡ A partir de la microstructure 2D :

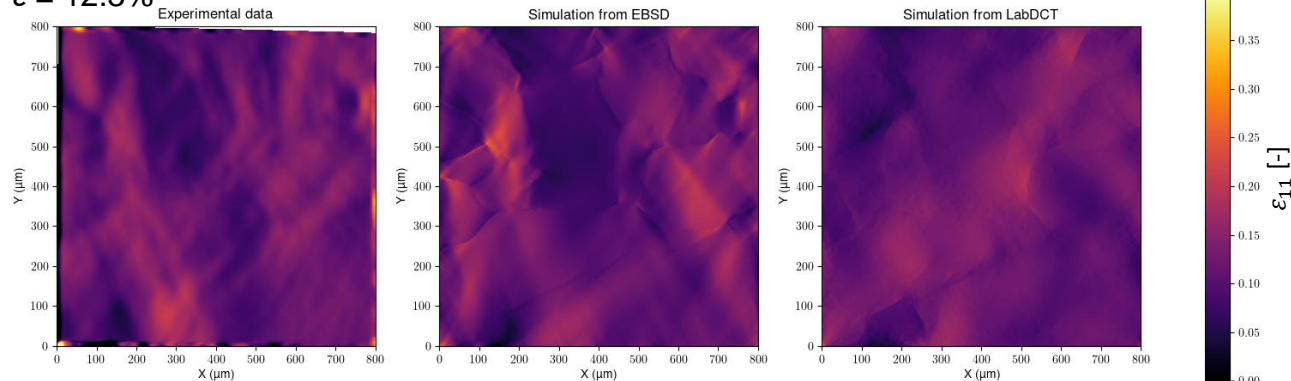


➡ A partir de la microstructure 3D :

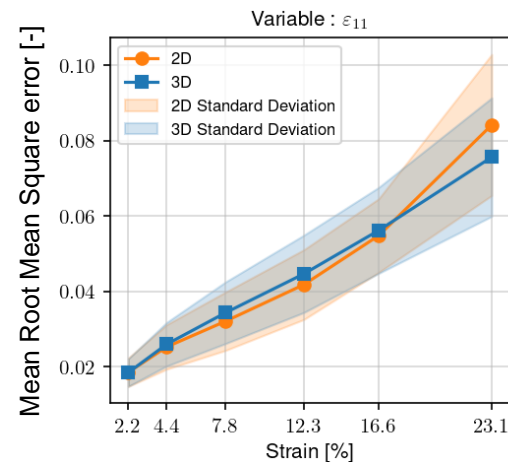
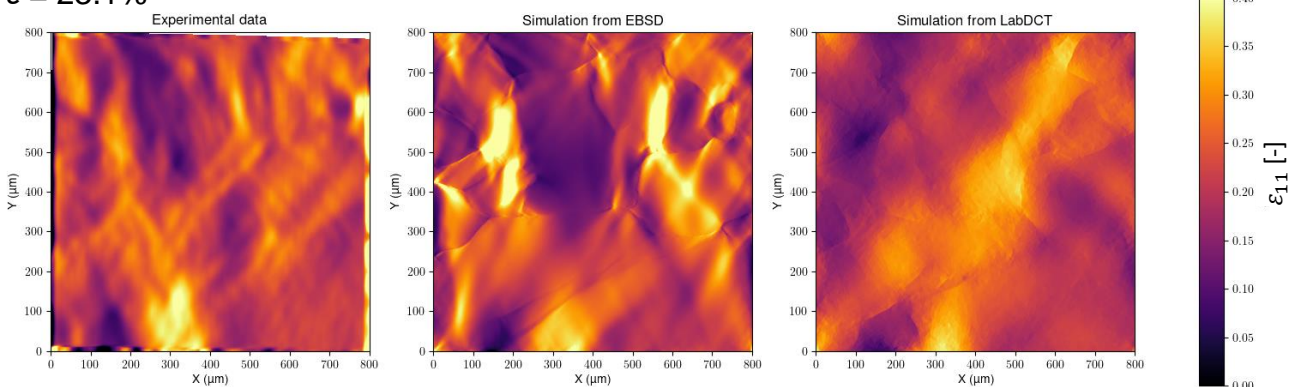


Effet de la microstructure numérique sur l'évolution des champs mécaniques

$\varepsilon = 12.3\%$



$\varepsilon = 23.1\%$



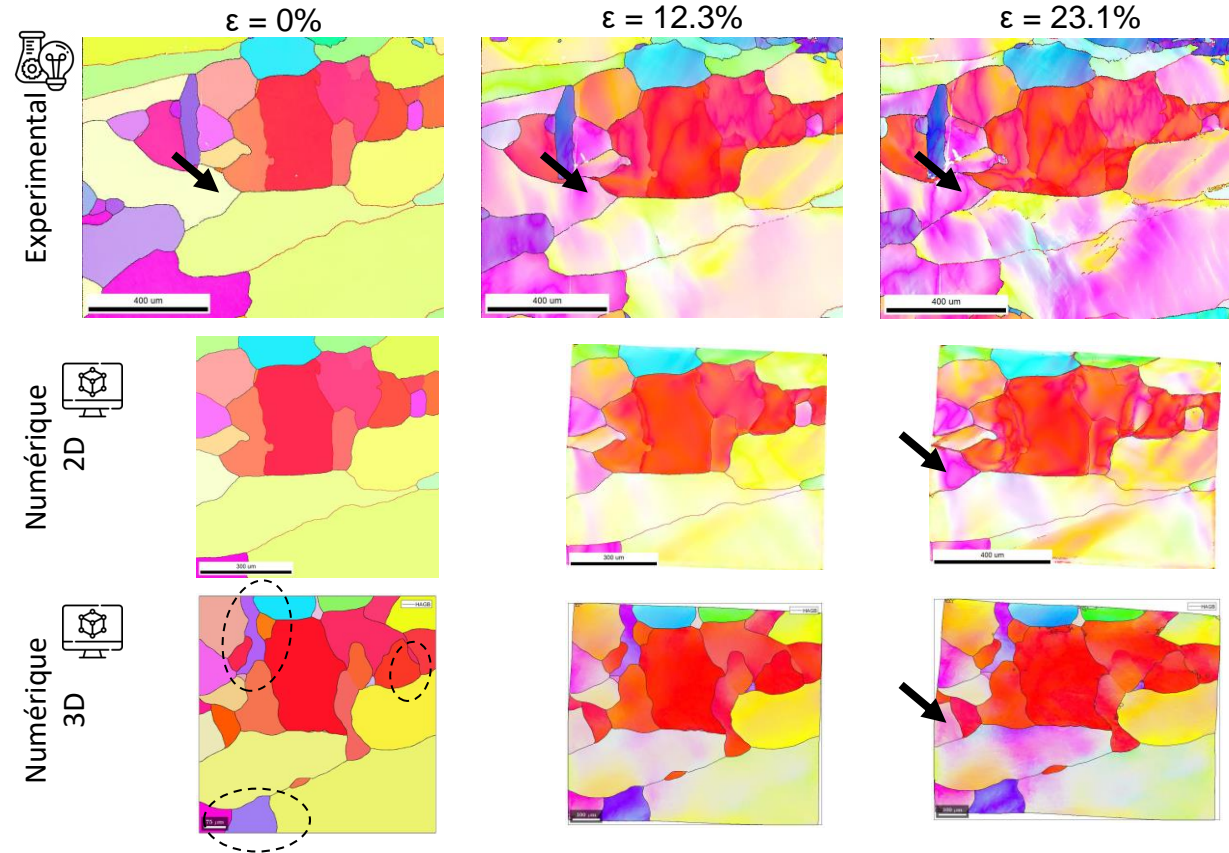
$$RMSE = \sqrt{(\varepsilon_{exp} - \varepsilon_{simu})^2}$$

✍ Erreur similaire pour maillage

2D et 3D

✍ Résolution limitée pour le 3D

Effet de la microstructure numérique sur l'évolution de l'orientation cristalllographique

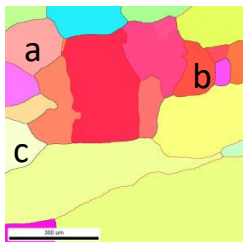


Visualisation des simulations par IPF pour faciliter la comparaison avec l'expérimental

- + Rotations numériques dans le même sens que l'expérimental
- Moins important numériquement
- Artéfacts de reconstruction LabDCT
- Information qualitative

Besoin d'une mesure plus quantitative de la réorientation

Effet de la microstructure numérique sur l'évolution de l'orientation cristallographique



⇒ Figure de pole inverse discrète de tous les points d'un grain

⇒ Information quantitative de l'évolution de l'orientation

(a)

(b)

(c)

Exp

Num 2D

Num 3D

Exp

Num 2D

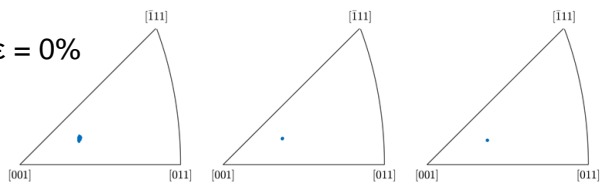
Num 3D

Exp

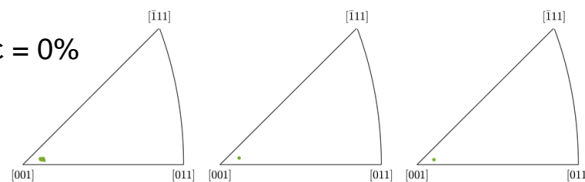
Num 2D

Num 3D

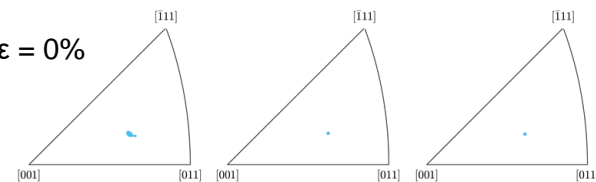
$\epsilon = 0\%$



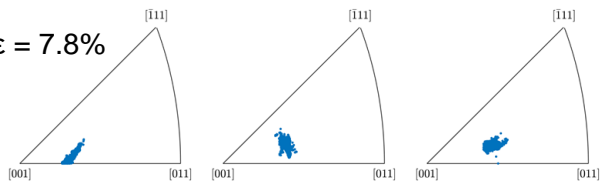
$\epsilon = 0\%$



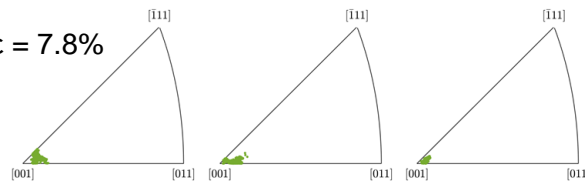
$\epsilon = 0\%$



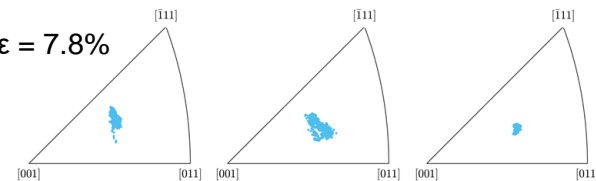
$\epsilon = 7.8\%$



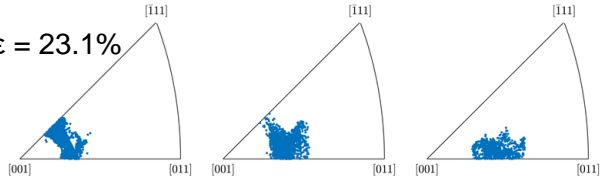
$\epsilon = 7.8\%$



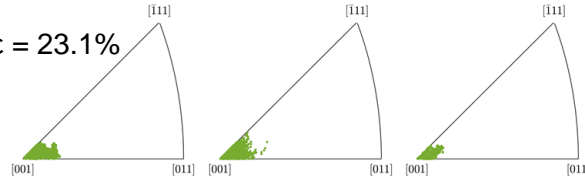
$\epsilon = 7.8\%$



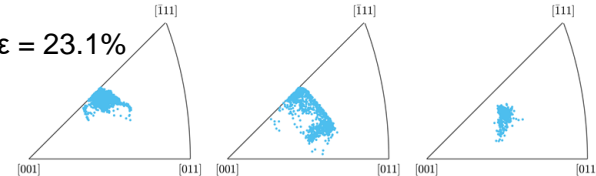
$\epsilon = 23.1\%$



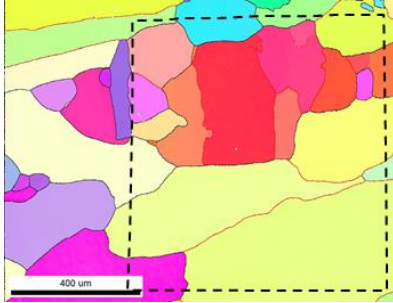
$\epsilon = 23.1\%$



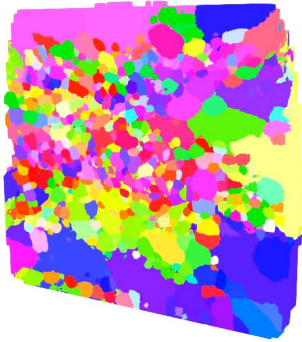
$\epsilon = 23.1\%$



Conclusion de l'essai de traction *in situ* MEB



- ✓ Evolution d'orientations globalement bien reproduite
- ✓ Champs mécaniques bien reproduits grâce aux conditions aux limites issus de la DIC
- ✓ Accès à l'énergie stockée dues aux SSD grâce à la plasticité cristalline

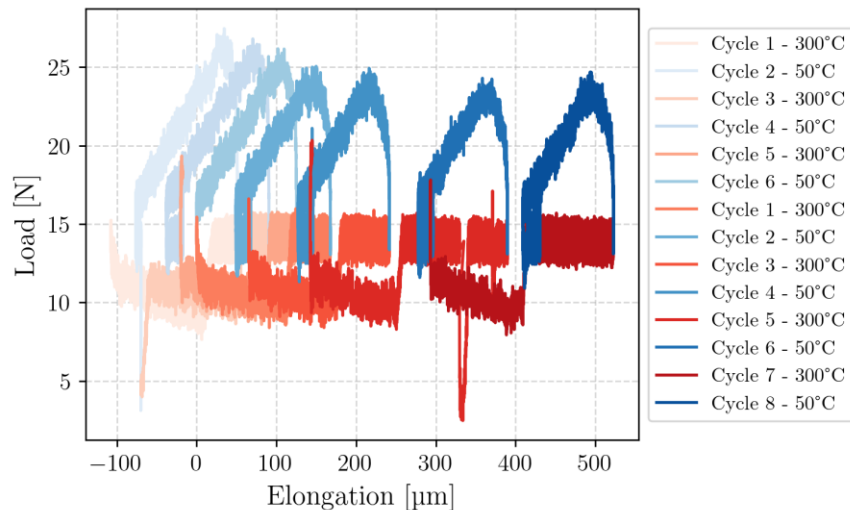
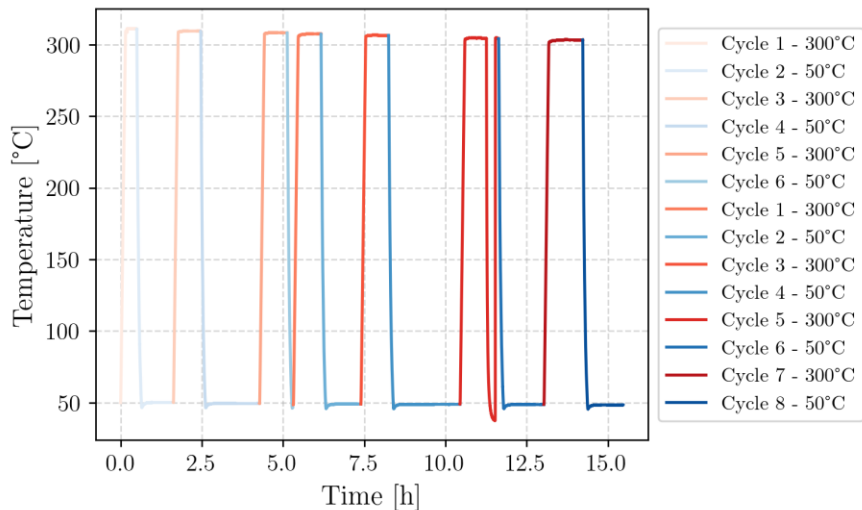
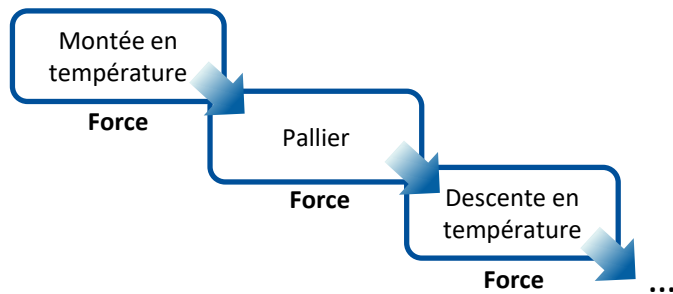


- ✗ Réorientation numérique à partir du 3D limitée par la résolution du calcul
- ✗ Résultats numériques 3D limités par les artefacts de reconstruction

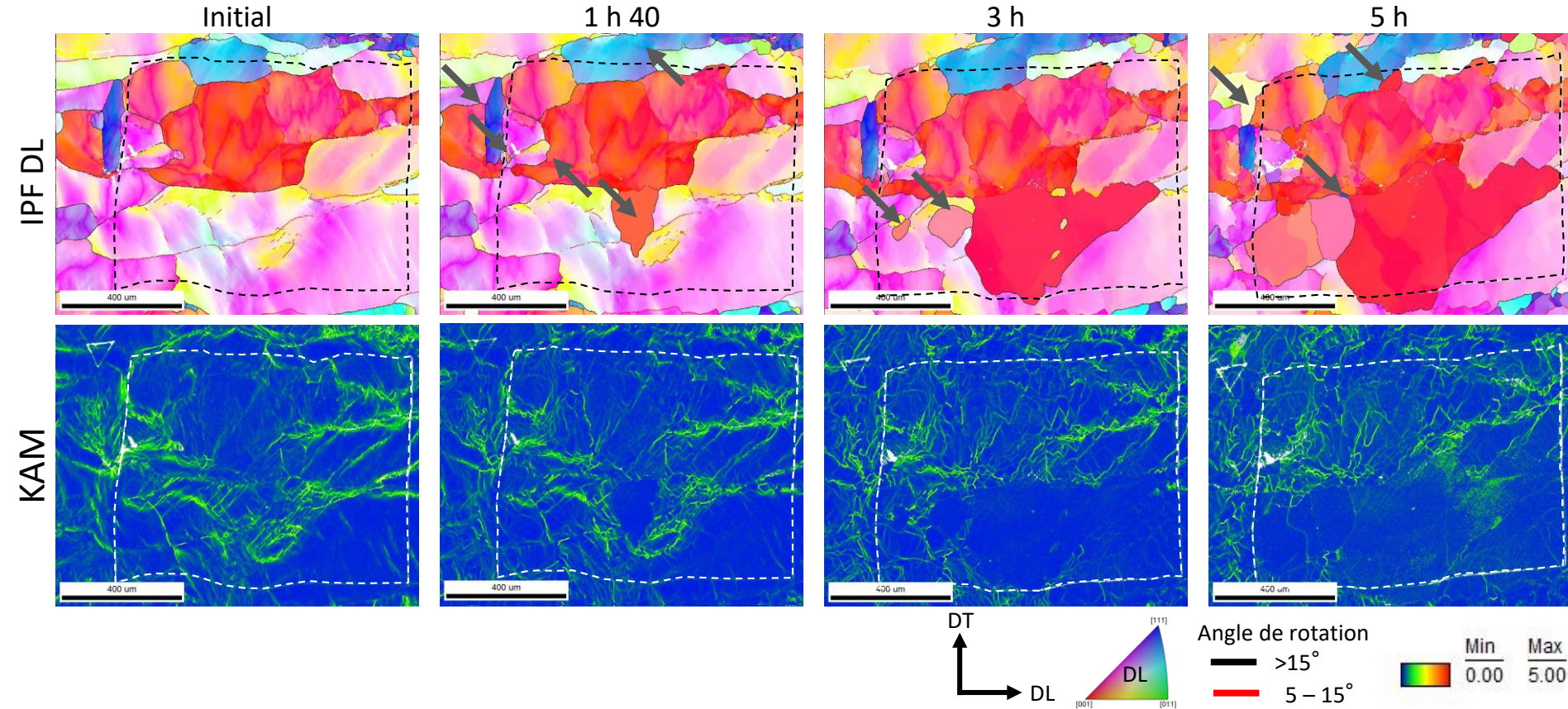
3 Recuit *in situ* d'un échantillon pré-déformé

Pilotage du recuit *in situ* de l'échantillon pré-déformé

- ↪ Plateau de température à 300°C
- ↪ Redescente ponctuelle à 50°C pour les acquisitions EBSD
 - Pour les évolutions orientations
- ↪ Consigne de force à 15 N



Evolution de l'orientation pendant le recuit *in situ* d'un échantillon pré-déformé



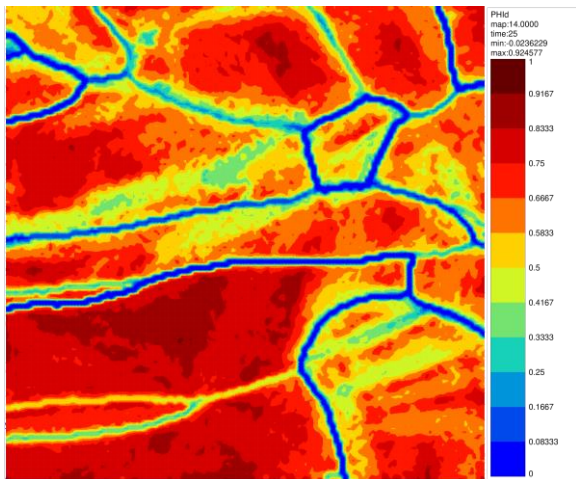
Recuit *in situ* d'un échantillon pré-déformé

OBJECTIF : modéliser l'essai de recuit avec un modèle champs de phases

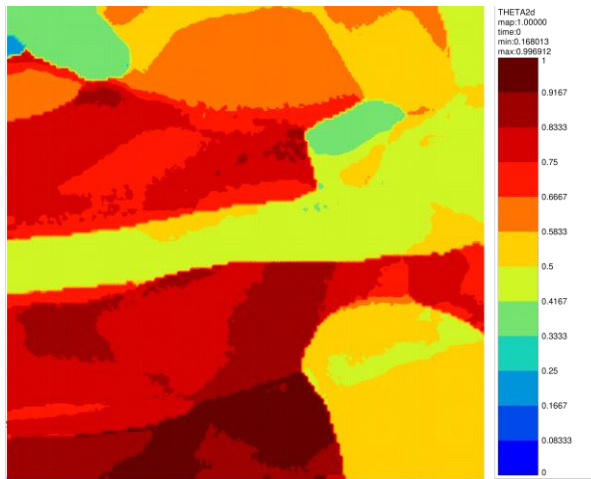
↳ A partir des résultats de plasticité cristalline 2D et 3D

Exemple sur un autre essai :

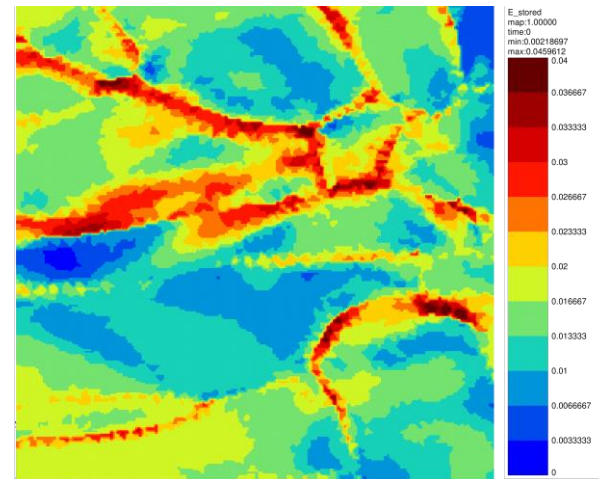
ϕ



θ_2



E_{stored}



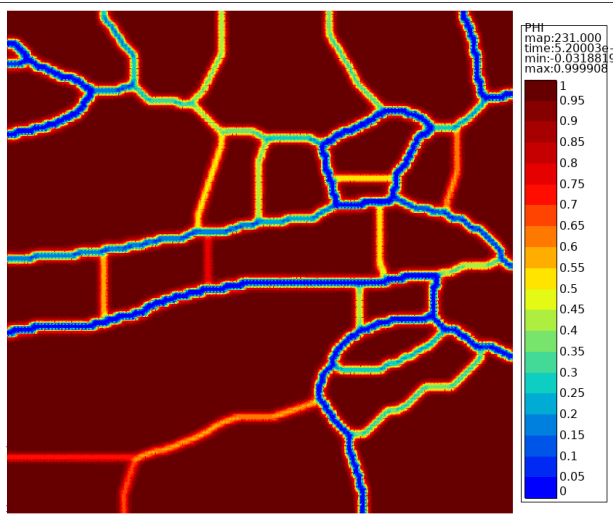
Recuit *in situ* d'un échantillon pré-déformé

OBJECTIF : modéliser l'essai de recuit avec un modèle champs de phases

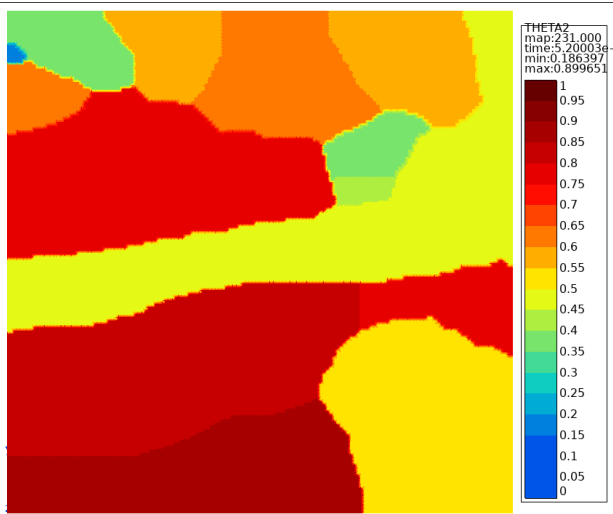
↳ A partir des résultats de plasticité cristalline 2D et 3D

Exemple sur un autre essai :

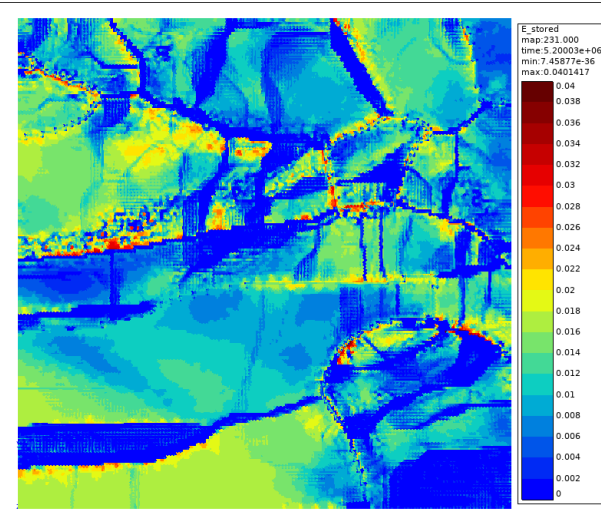
ϕ



θ_2



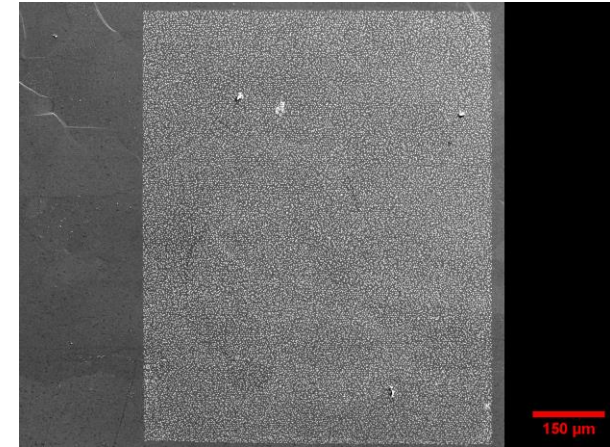
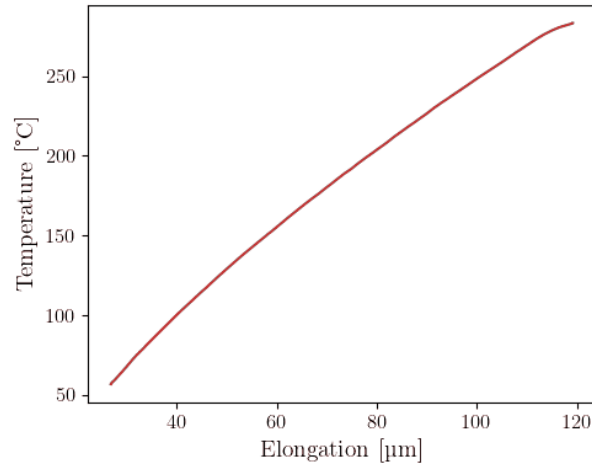
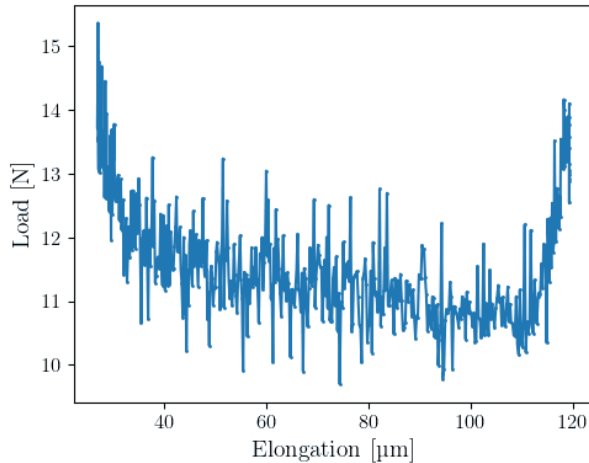
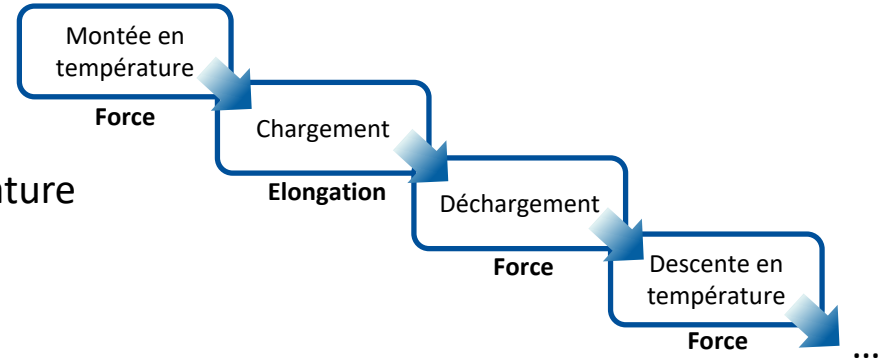
E_{stored}



4 Déformation à chaud *in situ* d'un échantillon recristallisé

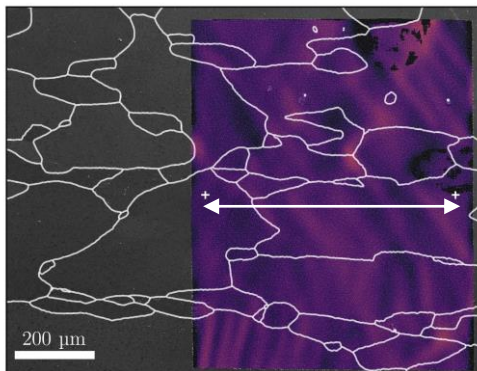
Pilotage de l'essai de traction à chaud *in situ* à vitesse de traverse imposée

- ↪ Arrêt des traverses réguliers pour image SE
 - Pour la DIC
- ↪ Décharge ponctuelle + redescente en température pour acquisition EBSD
 - Pour les évolutions orientations

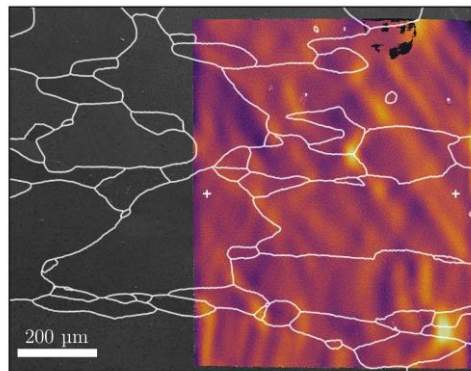


Evolution des champs mécaniques pendant la déformation à chaud *in situ*

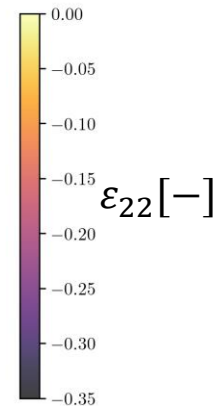
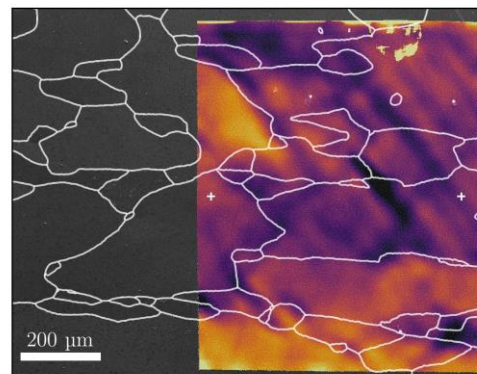
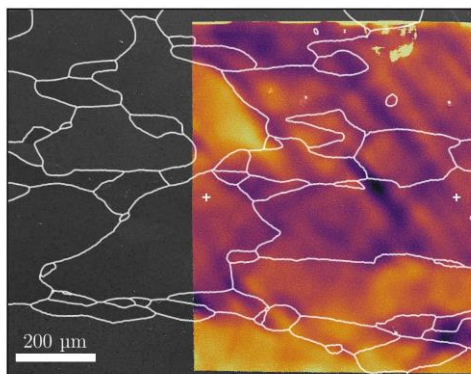
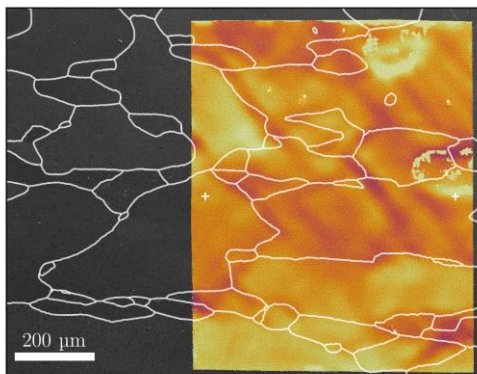
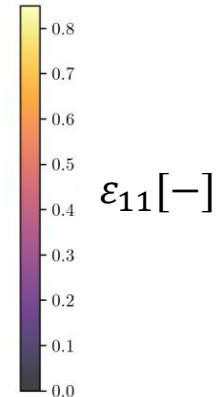
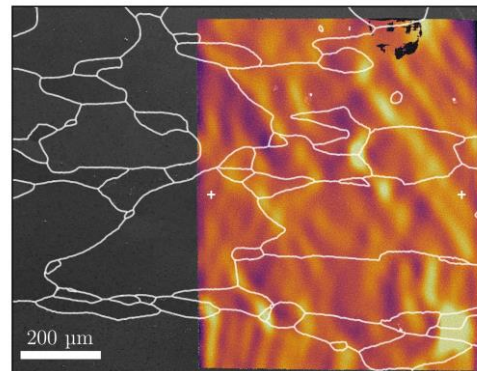
$\varepsilon_{11} = 17.9\%$, 45 min



$\varepsilon_{11} = 27.5\%$, 77 min



$\varepsilon_{11} = 57.5\%$, 140 min



Evolution de l'orientation pendant la déformation à chaud *in situ*

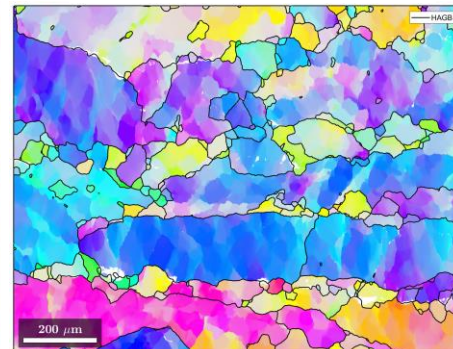
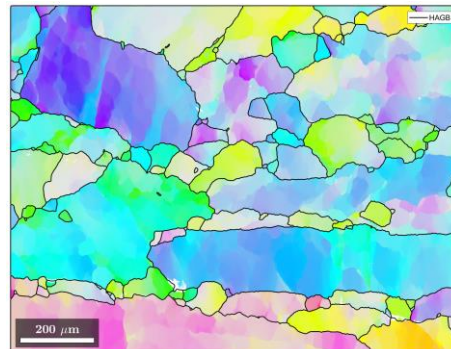
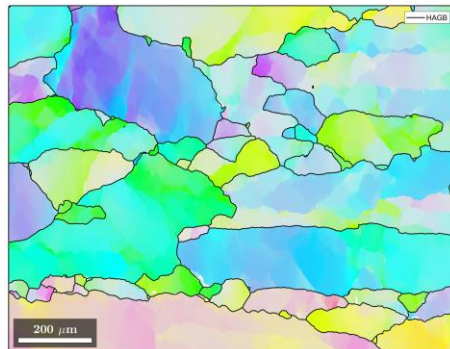
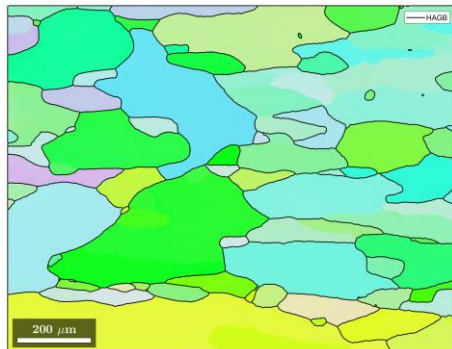
$\varepsilon_{11} = 0\%$, 0 min

$\varepsilon_{11} = 17.9\%$, 45 min

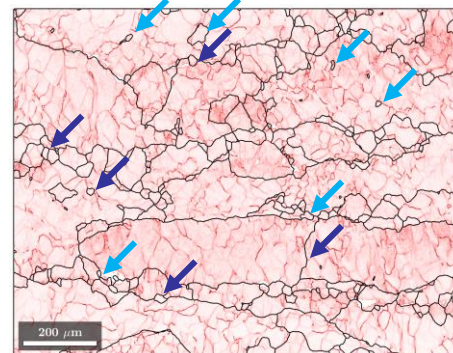
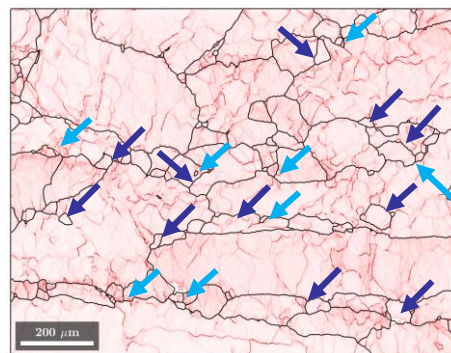
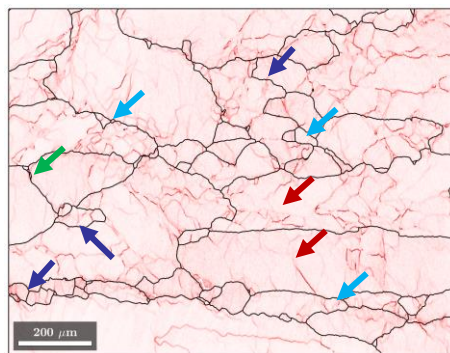
$\varepsilon_{11} = 27.5\%$, 77 min

$\varepsilon_{11} = 57.5\%$, 140 min

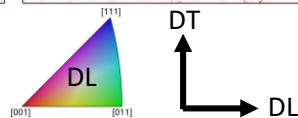
IPF DL



KAM

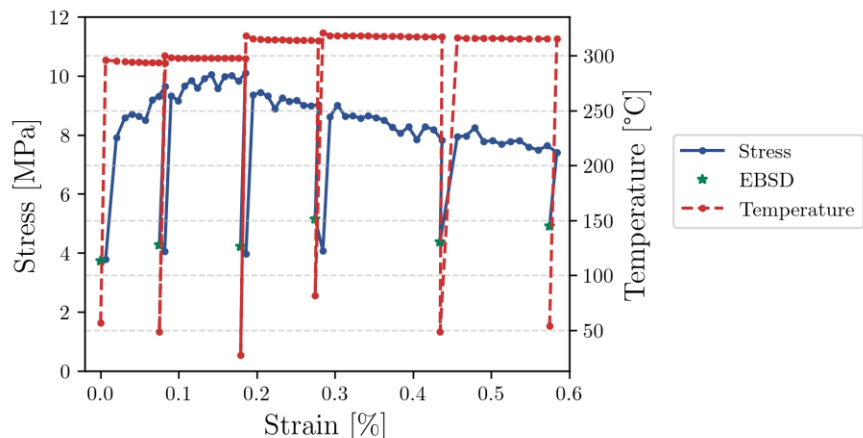


↙ Grain formation ↗ Grain growth ↖ LAGB to HAGB ↘ HAGB to LAGB



Min Max
0.00 3.00

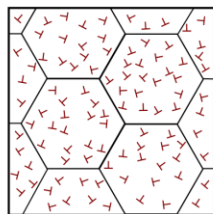
Evolutions microstructurales pendant la déformation à chaud *in situ*



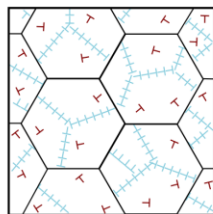
- ↪ Adoucissement pendant la déformation à chaud
- ↪ Fragmentation des grains
- ↪ Apparition de nouveaux grains
- ↪ Restauration efficace qui limite l'accumulation d'énergie stockée au sein de la microstructure

➡ **Recristallisation Dynamique Continue**

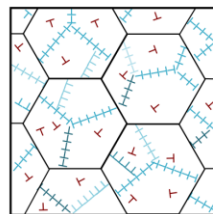
(ϵ , T°)



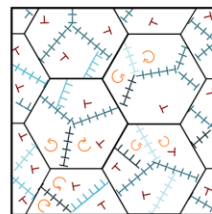
état déformé



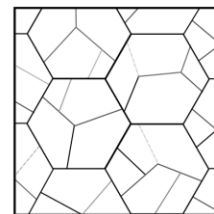
début de la restauration



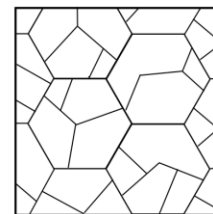
compétition entre écouvissage et restauration



augmentation de la désorientation entre sous-cellules



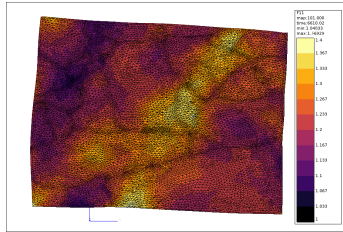
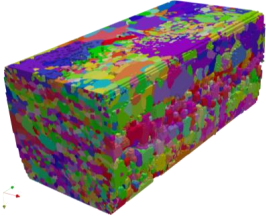
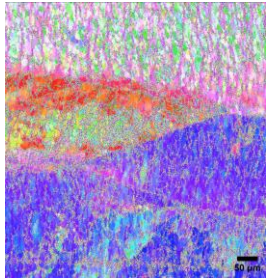
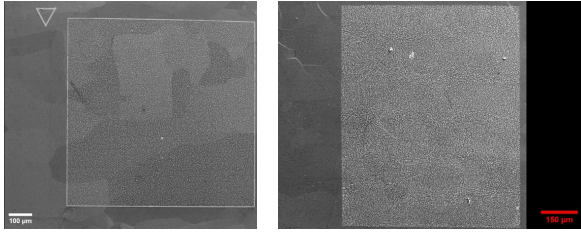
grains formés de LAGB et de HAGB



microstructure formée à la fin de la recristallisation

Conclusions et Perspectives

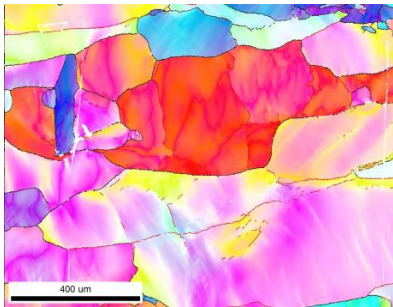
Conclusions



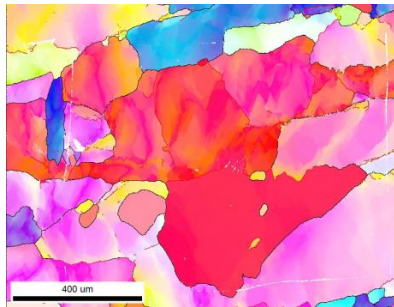
- ✚ Utilisation de la microscopie électronique et de la micromécanique pour réaliser différents essais
 - ✓ Recuit
 - ✓ Traction à température ambiante
 - ✓ Traction à chaud (300°C)
- ✚ Lithographie électronique pour permettre la corrélation d'images
- ✚ Couplage avec l'EBSD pour accéder aux évolutions d'orientation cristallographique
- ✚ Dialogue essais-calcul pour enrichir la compréhension des évolutions microstructurales
- ✚ Suivi 2D sur éprouvette caractérisée en 3D comme alternative aux essais *in situ* tomographe

Perspectives

Post déformation

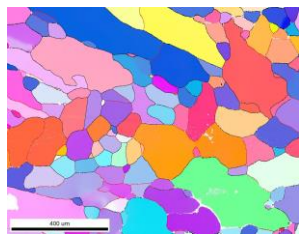
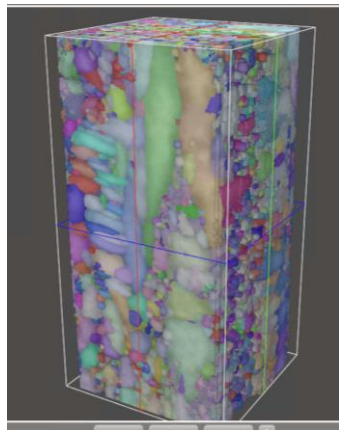


3h à 300° C

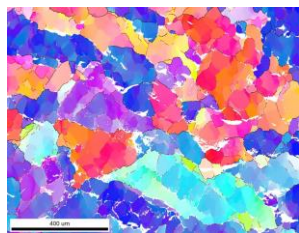


⇒ Modélisation champs de phases à partir de la microstructure 2D et 3D du recuit de l'éprouvette déformée

- Différencier croissance sous-jacente de nucléation

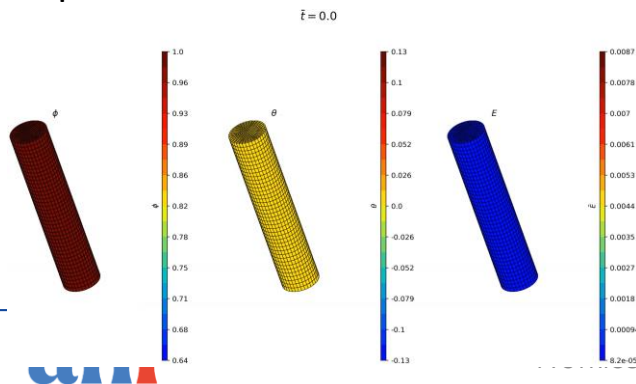


Initial



6500 μm
élongation relative
200 Min à 300° C

⇒ Modélisation avec un modèle couplé d'un essai de déformation à chaud sur une éprouvette caractérisée en 3D par LabDCT



Torsion à chaud d'un monocristal de cuivre
[Ghiglione2024]



Remerciements

Quentin Barrès, Yves
Renollet, Nicolas Horezan

Henry Proudhon

Jette Oddershede

Frédéric Coutard, Mattéo
Ferretto

Jean-Michel Scherer

Agnès Bachelier Locq

DMAS/EPIC

Mines Paris

Xnovotech

Mines Paris

Mines Paris

DMAS/SIAM

Labo MEB, lithographie,
microméca, EBSD

Analyse tomographie

Acquisition tomographie

Usinage, laminage

Plasticité cristalline

Préparation échantillon

Annexes

Démarche de la thèse

Expérimentale



Compréhension des évolutions de microstructure de l'**Aluminium pur (99,999%)**

- Essai *in situ* au Microscope Electronique à Balayage couplé à l'analyse EBSD

1

Recuit

2

Traction à T_{amb}

3

Traction à chaud



Modélisation des évolutions microstructurales pendant la déformation puis le recuit

1

Plasticité cristalline

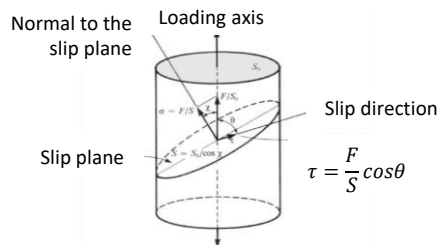


Utilisés de
façon
séquentielle

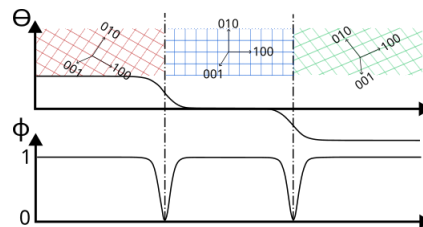
2

Champ de phases

Hétérogénéité de la déformation
de l'arrangement polycristallin



Recristallisation, restauration,
migration de joints de grains



Modèle de plasticité cristalline

La microstructure plastifie uniquement grâce aux dislocations

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{|\tau^s| - \tau_c^s}{\tau_0} \right)^n \text{sign}(\tau^s)$$

Taux de glissement plastique pour un système de glissement s

$$\tau_c^s = \tau_0 + \mu b \sqrt{\sum_{u=1}^N a^{su} \rho^u}$$

Contrainte de cisaillement résolue critique [Kubin 2008]

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left[\frac{1}{\kappa} \sqrt{\sum_{u=1}^N c^{su} \rho^{su}} - g_c \rho^s \right] |\dot{\gamma}^s|$$

Loi d'écrouissage pilotée par les densités de dislocations, Kocks-Mecking-Teodosiu [Kocks,Mecking 2003]



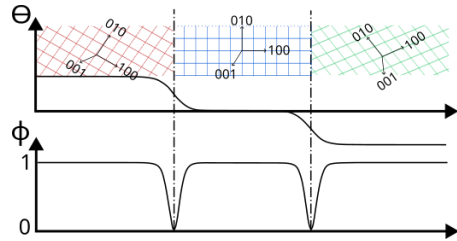
Loi de comportement implémentée dans Zset pour les grandes déformations

Avantage du modèle : **Accès aux densités de dislocations et aux orientations cristallographiques**

Données d'entrée : $\left[\begin{array}{l} - \text{Orientation cristallographique} \\ - \text{Conditions de chargement} \\ - \text{Paramètres matériau } C_{11}, C_{12}, C_{44}, \mu, \rho_0, \tau_0, a, \kappa, G_0, a^{su}, c^{su} \end{array} \right.$

$\rightarrow \left[\begin{array}{l} \text{EBSD} \\ \text{DIC} \\ \text{Littérature} \end{array} \right.$

Modèle champ de phases



La microstructure est représentée par un unique champ d'orientation

2 degrés de liberté $\left\{ \begin{array}{l} - \theta, \text{ champ d'orientation} \\ - \phi \in [0,1], \text{ paramètre d'ordre} \end{array} \right.$

$$\bar{\eta}_\phi \dot{\phi}^2 = -\frac{\delta \bar{\mathcal{F}}}{\delta \phi} \quad \bar{\eta}_\theta \phi^2 \dot{\theta} = -\frac{\delta \bar{\mathcal{F}}}{\delta \theta}$$

$$\bar{\mathcal{F}} = \int_{\bar{\Omega}} \left[\underbrace{f(\phi) + \frac{\bar{a}^2}{2} |\nabla \phi|^2}_{\text{Classical phase field contribution}} + \underbrace{\bar{s}g(\phi)|\nabla \theta|}_{\text{Grain boundary localization}} + \underbrace{\frac{\bar{\epsilon}^2}{2} h(\phi)|\nabla \theta|^2}_{\text{Smoothing term}} + \underbrace{C_e E_{\text{stored}} \phi}_{\text{Stored Energy}} \right] d\bar{\Omega}$$

[Kobayashi et al. 2000], [Warren et al. 2003] [Abrivard et al. 2009]

➡ migration, localisation, nucléation, fragmentation des grains et relaxation de l'énergie stockée

Avantage du modèle: Pas besoin de définir des joints de grains

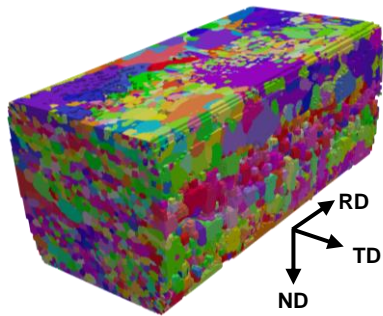
Données d'entrée : $\left\{ \begin{array}{l} - \phi, \text{ champ du paramètre d'ordre} \\ - \theta, \text{ champ d'orientation cristallographique} \\ - E_{\text{stored}}, \text{ champ d'énergie stockée} \end{array} \right.$



Résultats de plasticité cristalline

Traction *in situ* à T_{amb} d'un échantillon recristallisé

4) Modélisation de l'essai de traction *in situ*



Analyse LabDCT d'une éprouvette

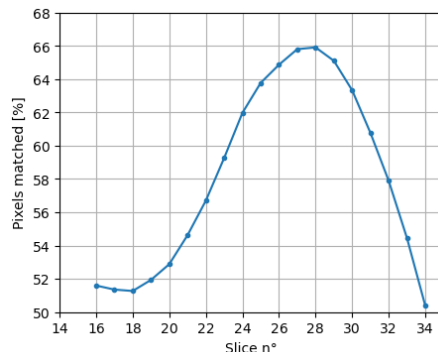
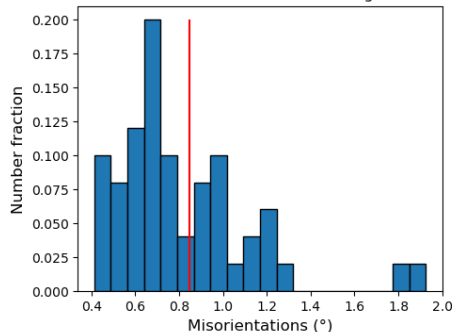


Microstructure 3D

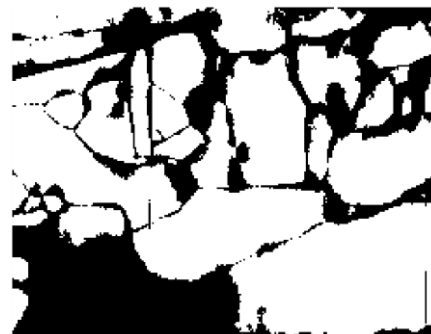
OBJECTIF : déterminer l'importance de la microstructure 3D sur les évolutions microstructurales numériques

Besoin de trouver la zone EBSD dans le jeu de données tomo

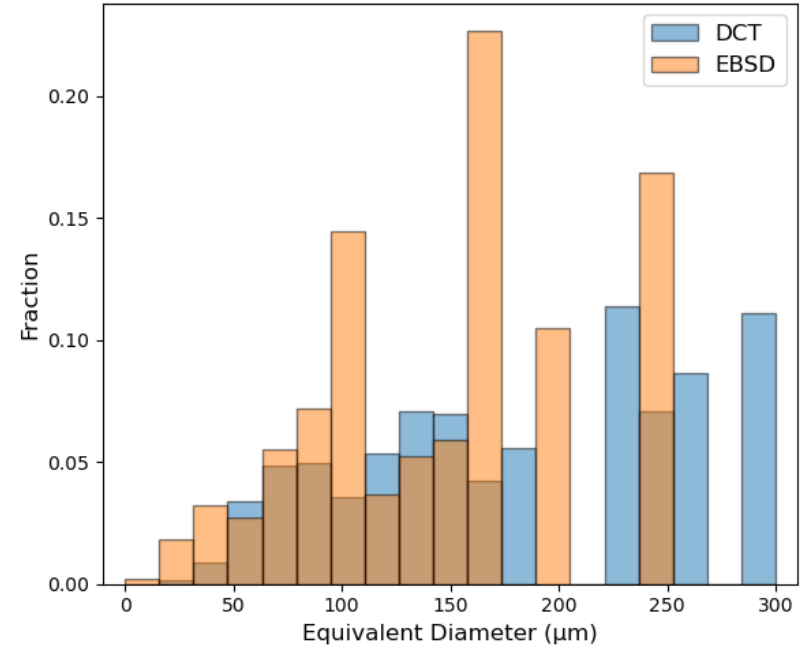
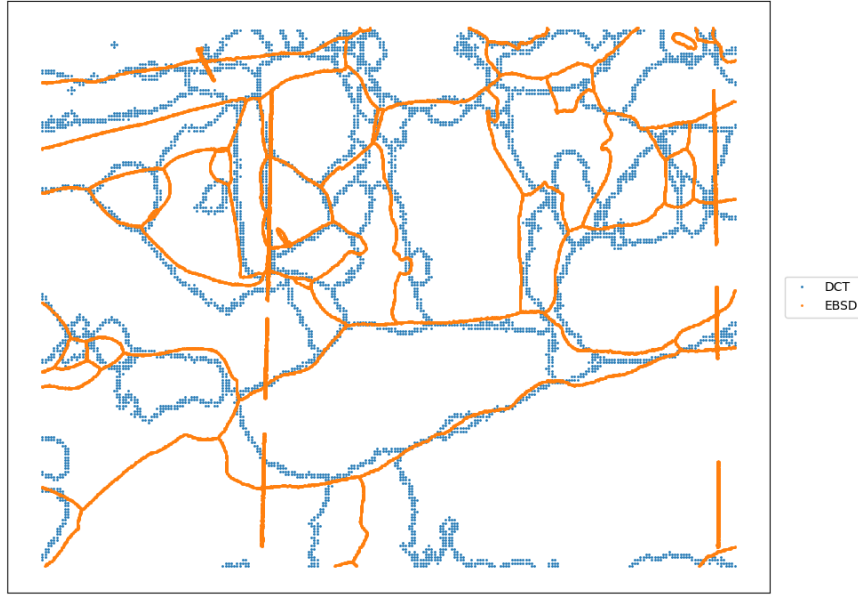
Misorientation number fraction between matched grains of DCT and EBSD



Binary mask of matched pixels

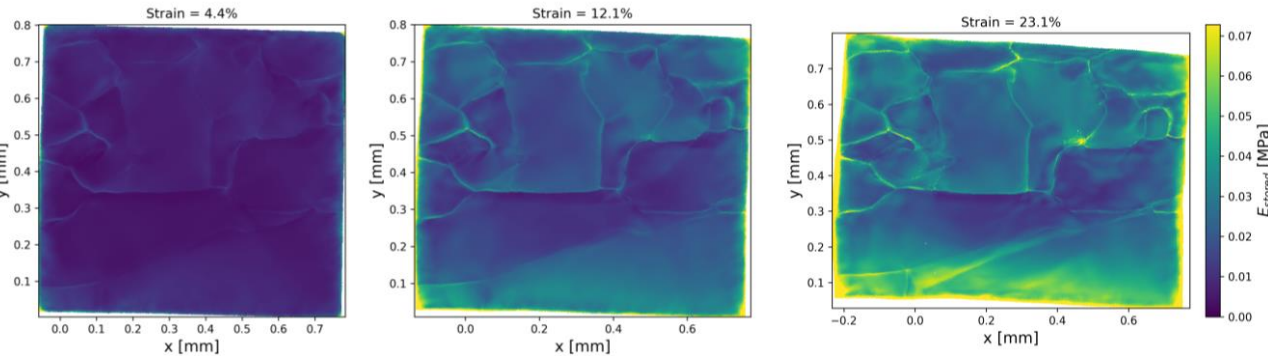


Traction *in situ* à T_{amb} d'un échantillon recristallisé

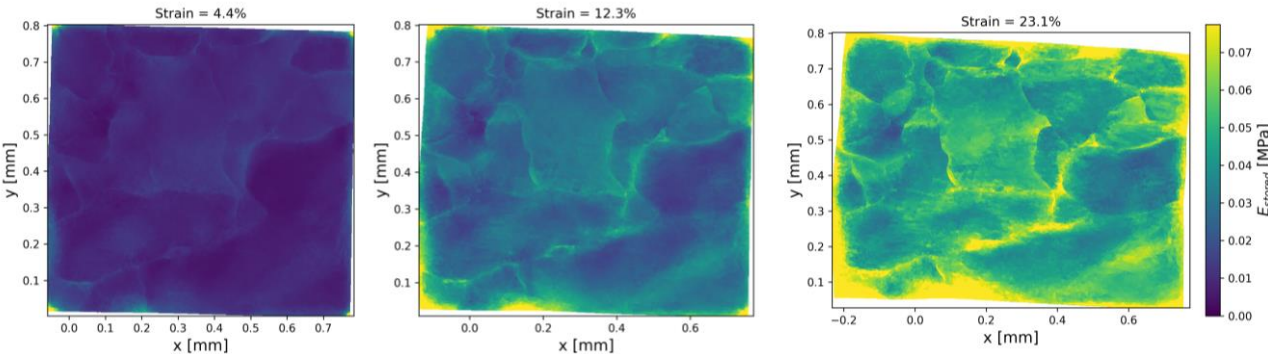


Impact on stored energy

Mesh from
EBSD (2D)



Mesh from
LabDCT (3D)



Stored energy estimation from the dislocation densities calculated during the simulation :

$$E_{stored} = \frac{1}{2} \mu b^2 \sum_{u=1}^N h^{su} \rho^u$$

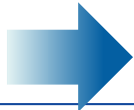
Where ρ is the dislocation density on each slip system

h is the interaction matrix

b is the Burgers vector

μ is the shear modulus

Stored energy is the main driving force for grain boundary motion under thermal stress



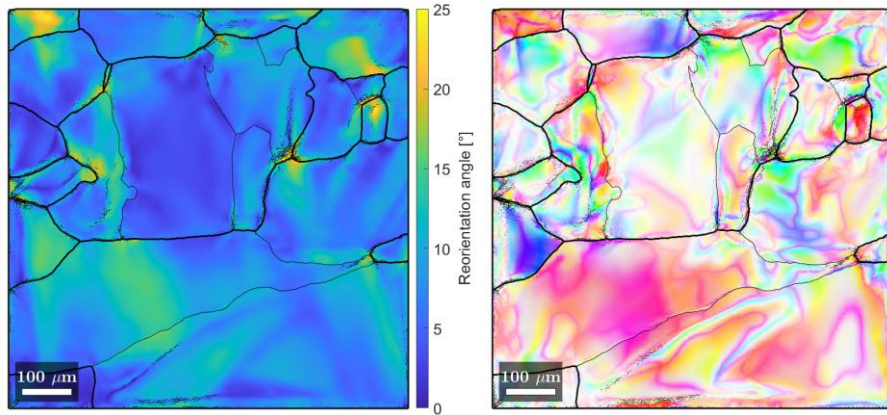
Selection of the zone of greatest energy disparity where we expect more microstructural evolutions upon annealing

Traction *in situ* à T_{amb} d'un échantillon recristallisé

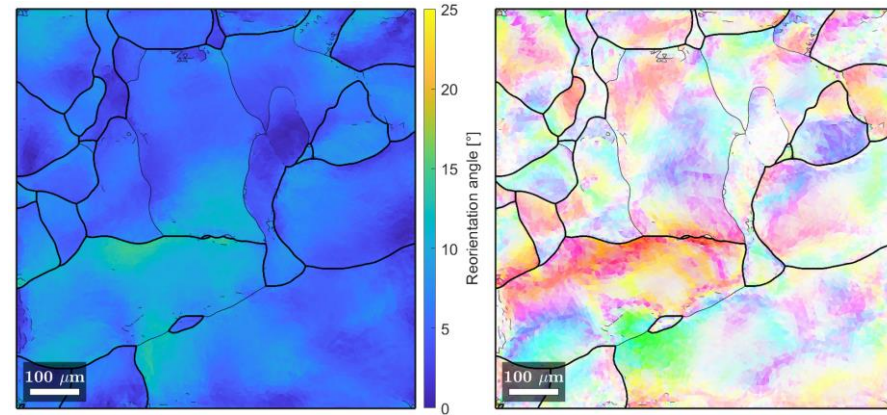
Utilisation MTEX pour post traiter les résultats de calculs

Pour analyse de la réorientation du réseau cristallin, travail sur les angles d'euler déformés projeté sur la configuration initiale non déformée. On mesure la désorientation entre l'orientation d'un point déformé et ce même point initial → permet d'étudier la réorientation en termes d'axe et d'angle

Pour le 2D extrudé :

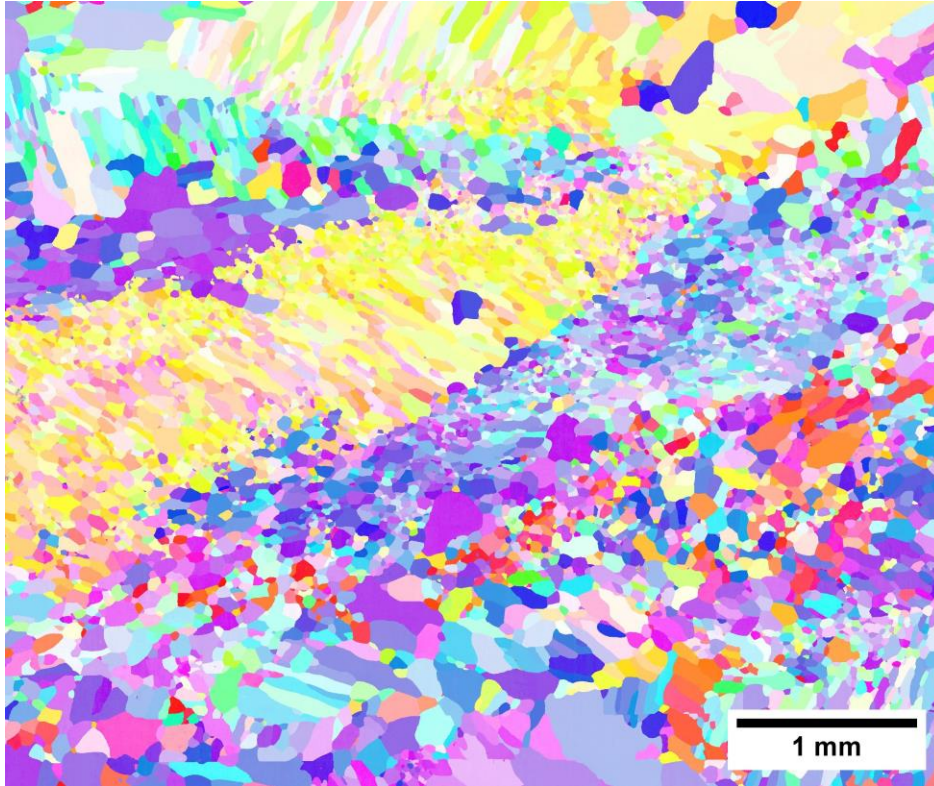


Pour le 3D extrudé :



Comparaison avec l'expérimental ? → non triviale

Etat de reference



Déformation à chaud *in situ* d'un échantillon recristallisé

1) Essai de traction à 300°C à vitesse de traverse imposée : 5 $\mu\text{m/s}$

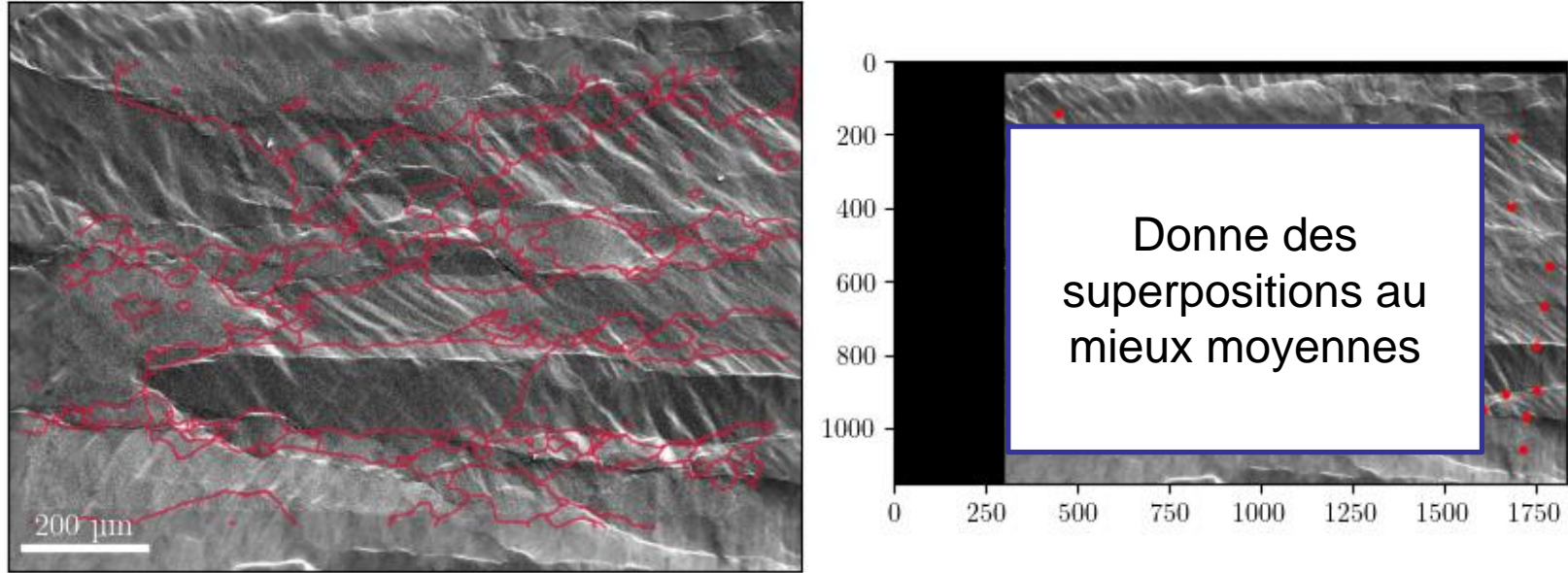
- ↪ Arrêt des traverses réguliers pour image SE
 - Pour la DIC
- ↪ Décharge ponctuelle + redescente en température pour acquisition EBSD
 - Pour les évolutions orientations

Exemple de cycle de déformation à chaud :

Etape	Consigne	Valeur	Vitesse	Température four	Rampe température
1	Force absolue	15 N	1N/s	300°C	0,5° C/s
2	Elongation relative	100 μm	5 $\mu\text{m/s}$	300°C	0,5° C/s
3	Elongation relative	100 μm	5 $\mu\text{m/s}$	300°C	0,5° C/s
4	Force absolue	15 N	1 N/s	300°C	0,5° C/s
5	Force absolue	15 N	1N/s	50°C	2° C/s
...					

Déformation à chaud *in situ* d'un échantillon recristallisé

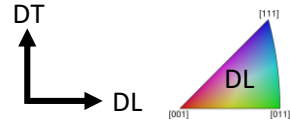
Sur la limitation du recalage des EBSD sur les images SE déformées :



Les joints de grains initiaux gravent très vite la surface et restent tout au long de l'essai. Pour autant, la microstructure continue d'évoluer mais il est difficile de trouver des points remarquables.

Recuit *in situ* d'un matériau laminé à froid

1) Evolution des orientations cristalllographiques pendant le recuit



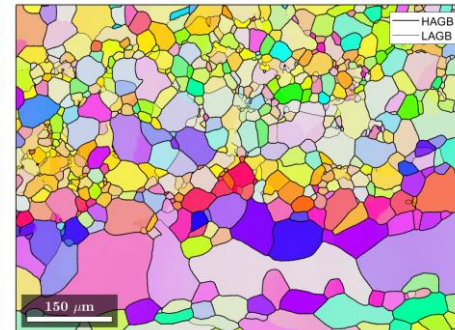
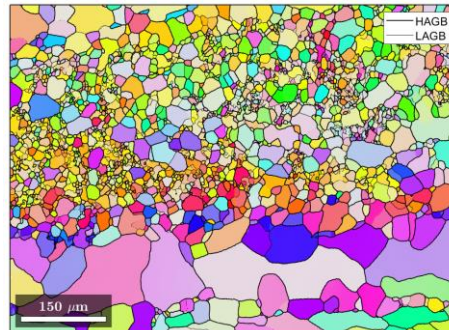
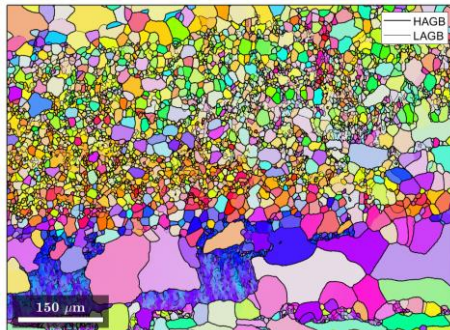
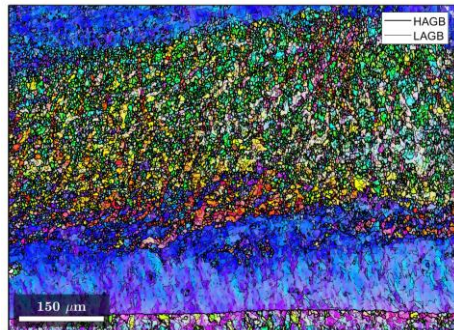
Etat initial

12 min

41 min

256 min

IPF DL



KAM

