

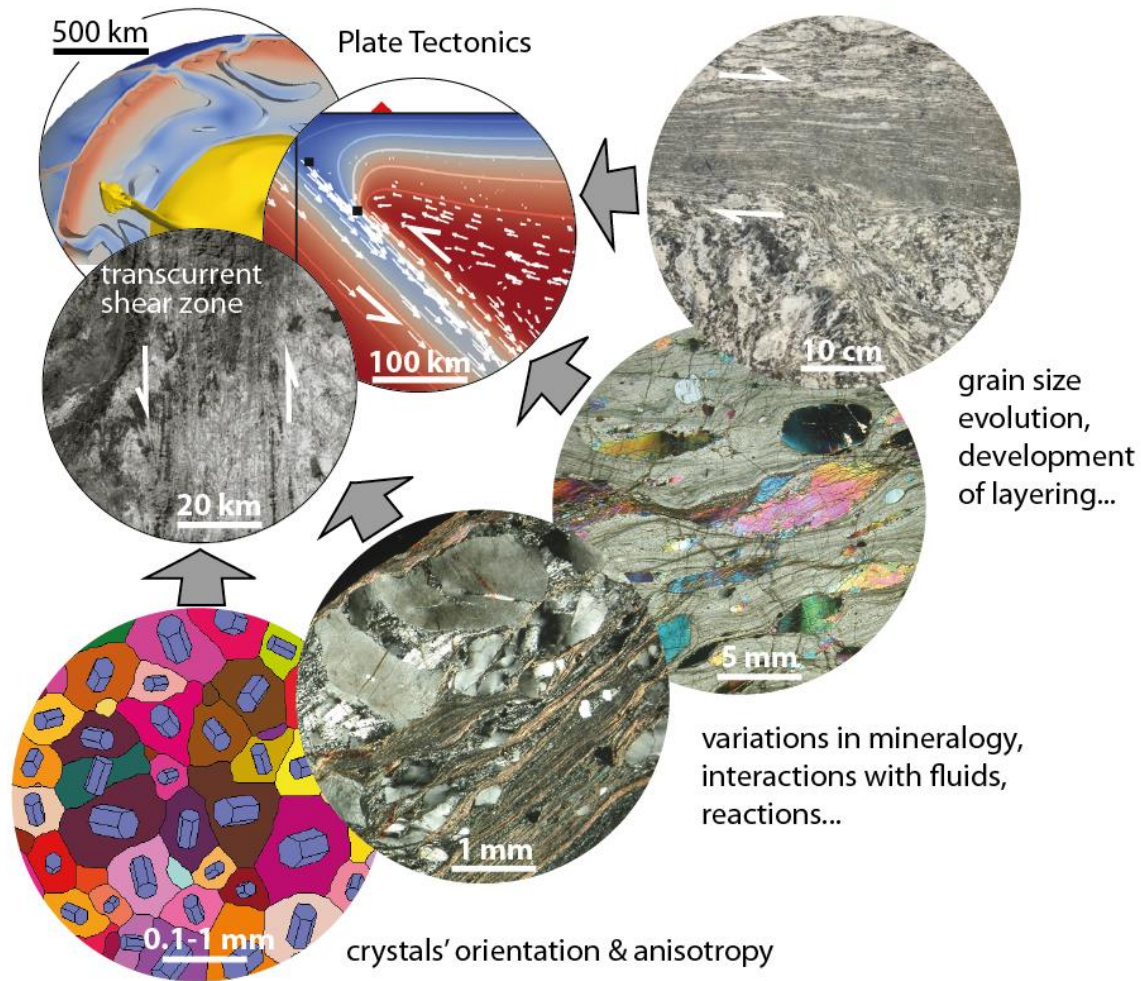
Etude de la recristallisation dynamique par analyses EBSD in-situ sur l'alliage de magnésium AZ31 et la glace

Fabrice Barou¹, Gaetan Boissonneau¹, Thomas Mineau¹, Marco A. Lopez-Sanchez², Thomas Chauve³, Maurine Montagnat³, Andréa Tommasi¹

1) Géosciences Montpellier, CNRS & Université de Montpellier, France

2) Departamento de Geologia, Universidad de Oviedo, Spain

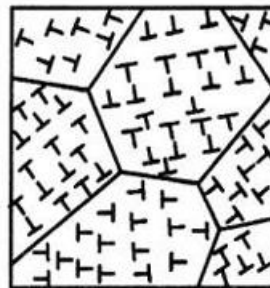
3) Institut des Géosciences de l'Environnement, CNRS & Université Grenoble Alpes, France



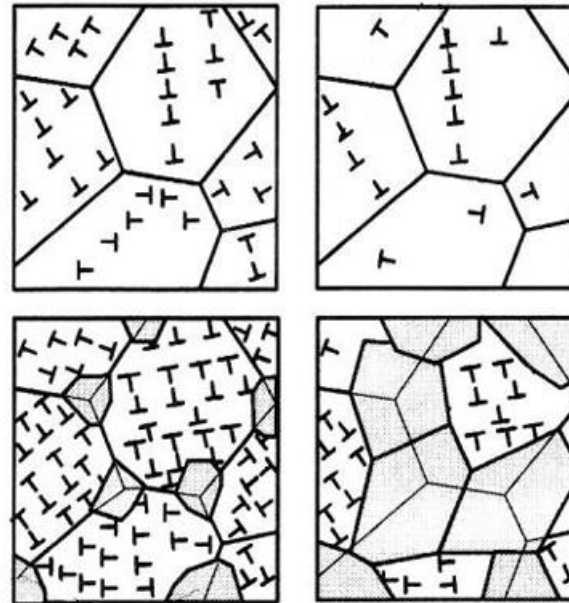
- **Localisation de la déformation** à toutes les échelles
- Améliorer la représentation de la **localisation de la déformation** dans les modèles géodynamiques en prenant en compte les **hétérogénéités** et l'**anisotropie** à l'échelle du cristal
- **Données expérimentales** : comprendre les rétroactions entre l'évolution de la microstructure et la localisation de la déformation

- **Recristallisation dynamique**, processus intervenant lors de la déformation des roches mantelliques, de la glace polycristalline lors de l'écoulement des glaciers ou encore de pièces métalliques par forgeage ou laminage à chaud


Annihilation des dislocations et réarrangements en sous-joints

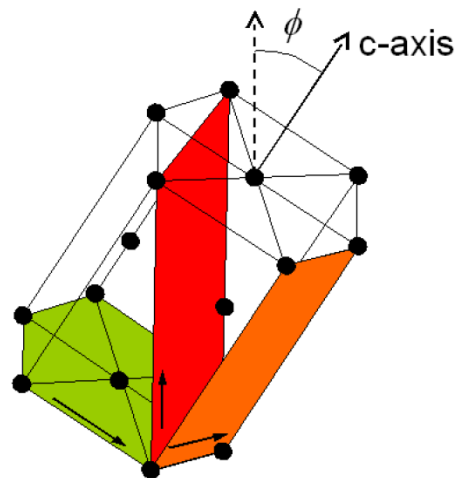





Etat déformé



Germination et croissance de nouveaux grains

- **Evolution de la microstructure** au cours de la **déformation**
- **Analyses EBSD in-situ**
- **Conditions** température, vitesse de déformation des roches impossible à reproduire dans un MEB  **choix de matériaux analogues**



-  Basal slip system
-  Prismatic slip system
-  Pyramidal slip system

- Magnésium AZ31
- Structure hexagonale compacte (hcp)
- Haute anisotropie plastique
- Glissement des dislocations principalement dans le plan basal
- Déformation ductile à 150-250°C

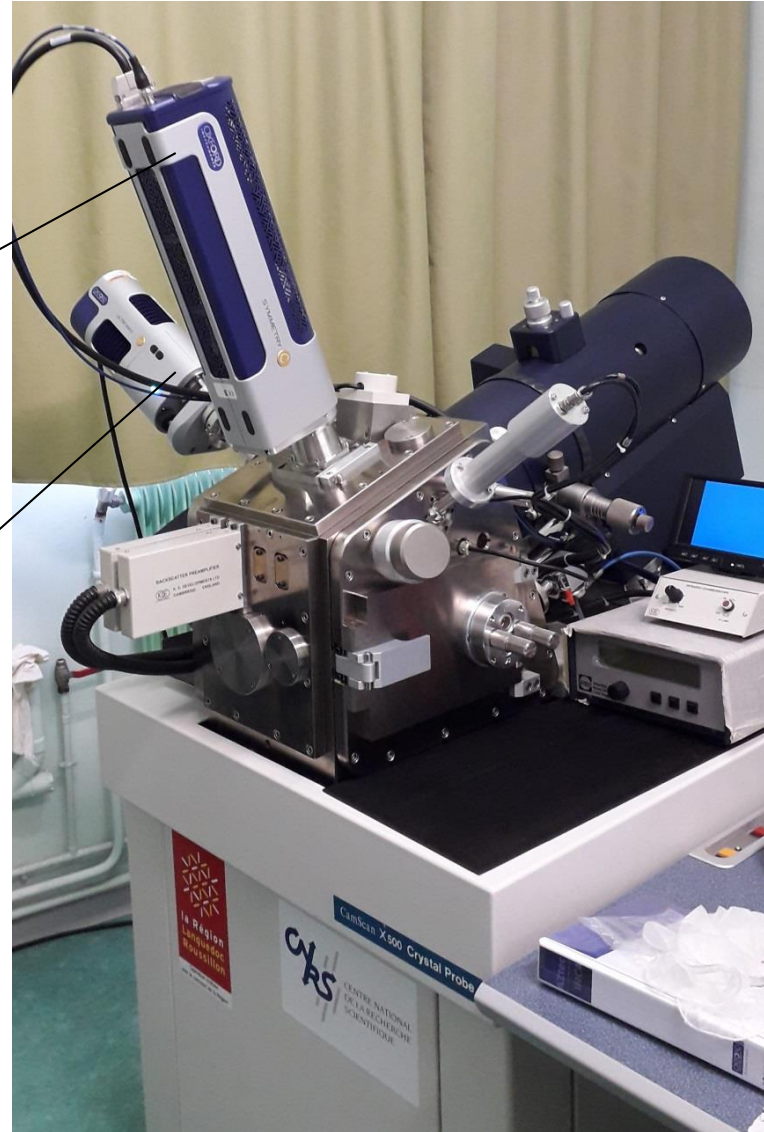
Détecteur EBSD Symmetry

Technologie CMOS

Oxford Instruments

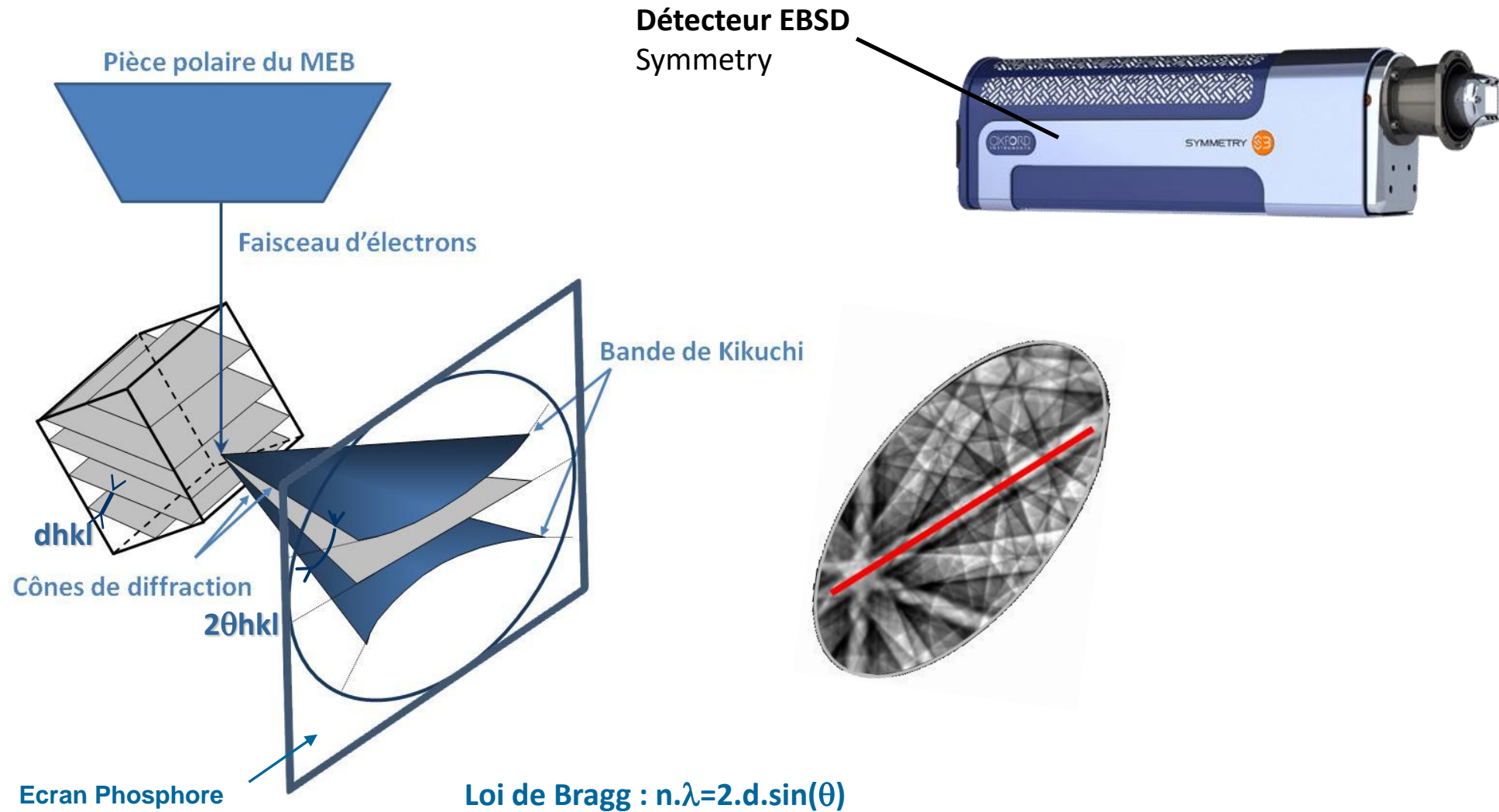
Détecteur EDS Ultim Max 100mm²

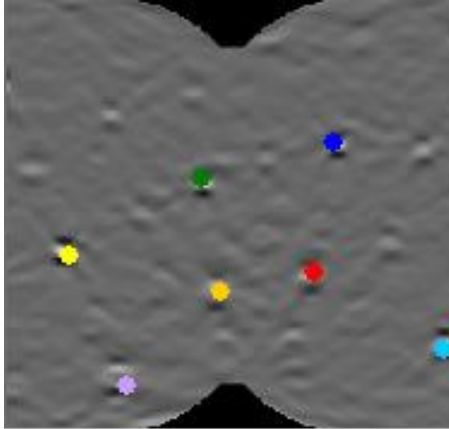
Oxford Instruments



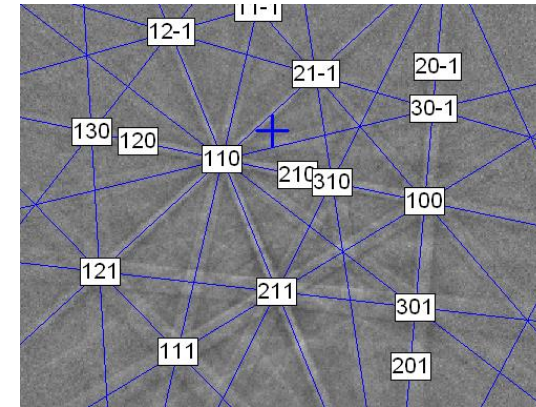
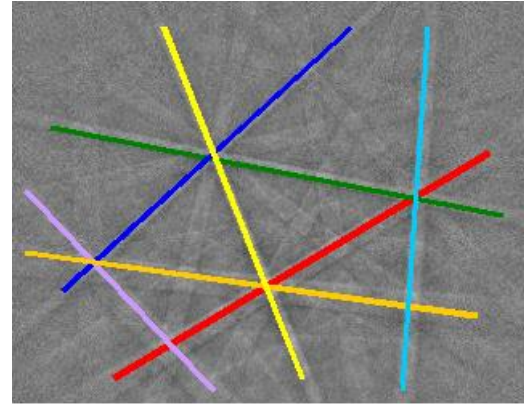
- ▶ Colonne **tiltée à 70°**
- ▶ MEB-FEG conçu pour l'analyse EBSD
- ▶ Configuration idéale pour les analyses in-situ
- ▶ Instrument National INSU

L'analyse EBSD : Electron Back Scattered Diffraction

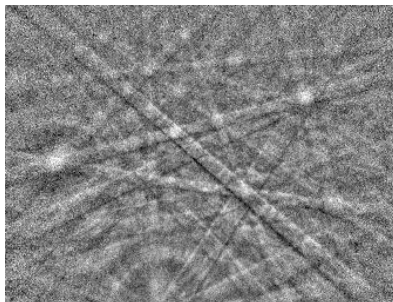




Reconnaissance automatique
des bandes de Kikuchi

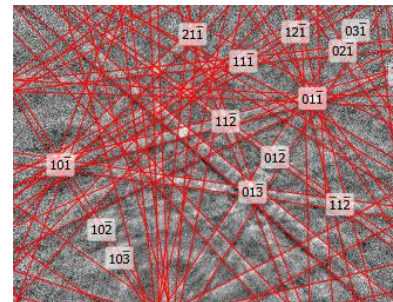


Calcul des angles interplanaires
Comparaison avec angles théoriques
Identification des plans (hkl)
Calcul de l'orientation



Identification
de phases

Forsterite



Mesure
d'orientation

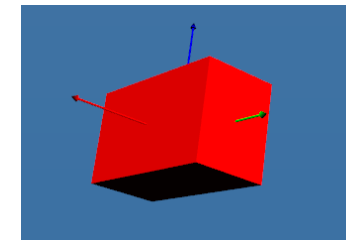
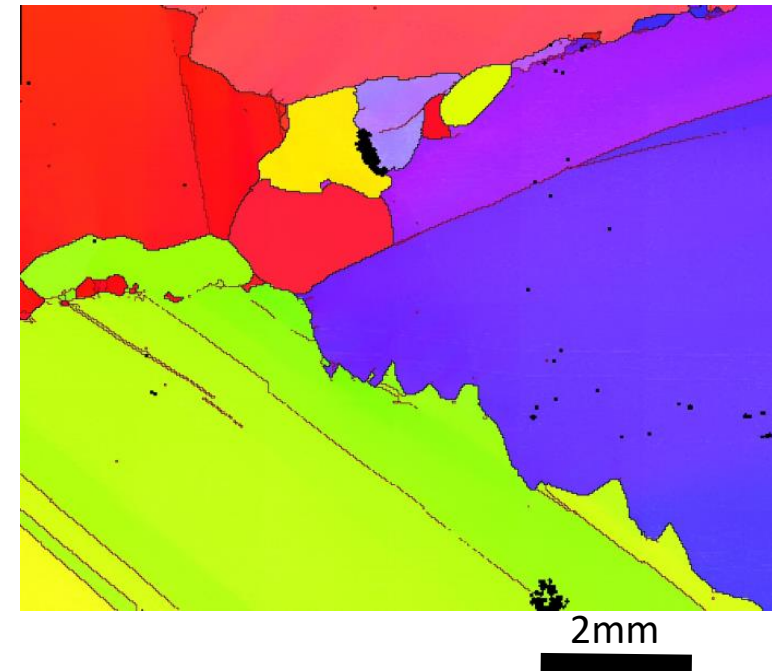
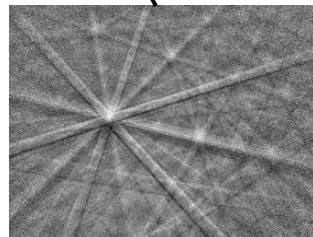
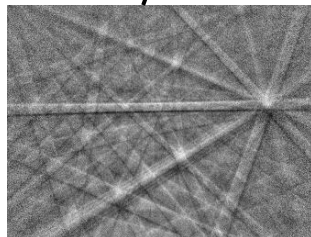
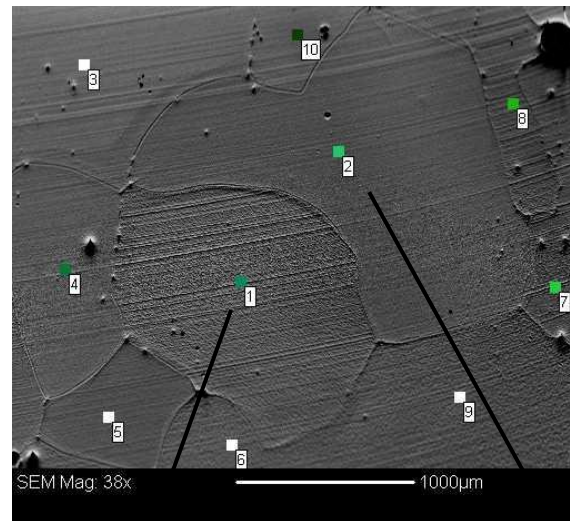
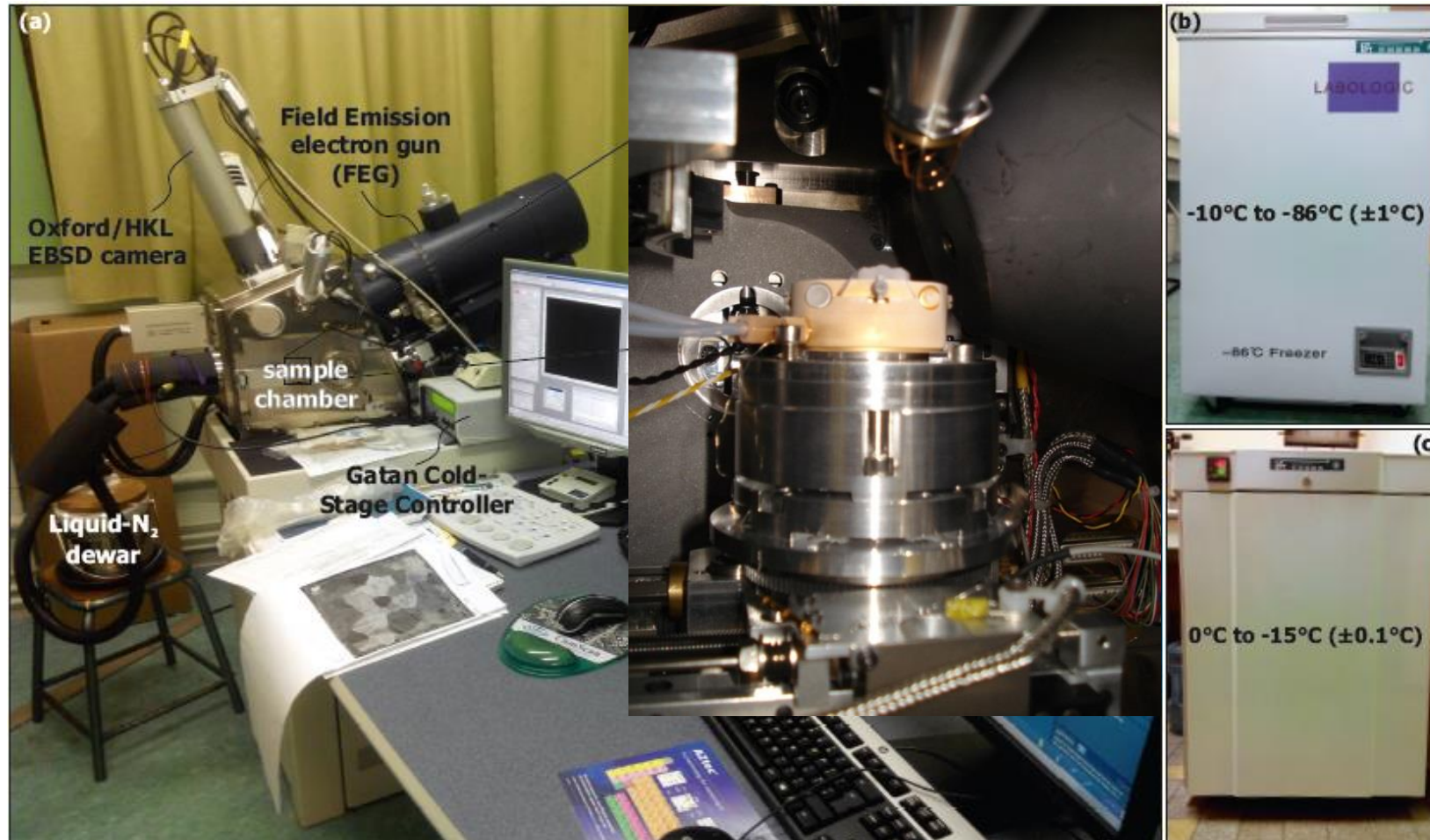


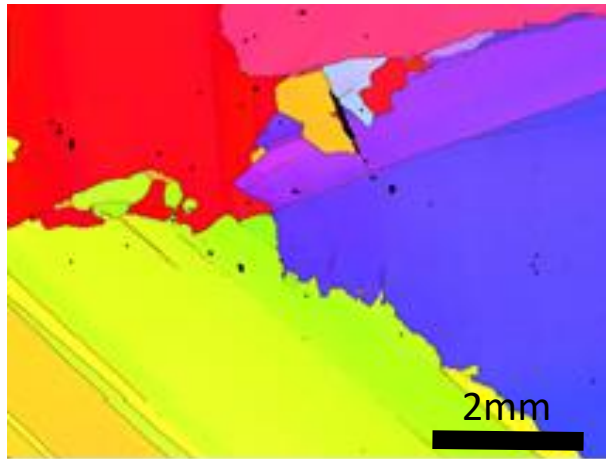
Image FASE (Forward Scattered Electron)



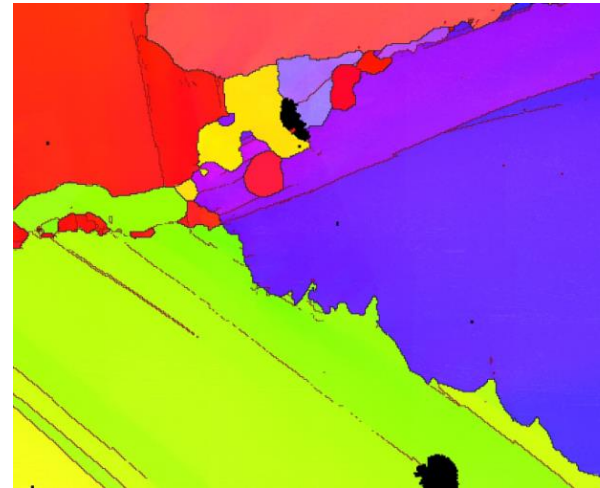
Cartographies d'orientation
Pas de mesure : 5 µm

Platine cryogénique Gatan C1001 (Montagnat IGE)

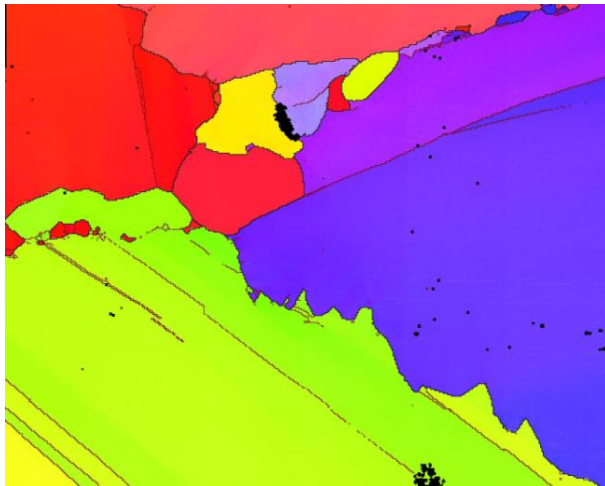




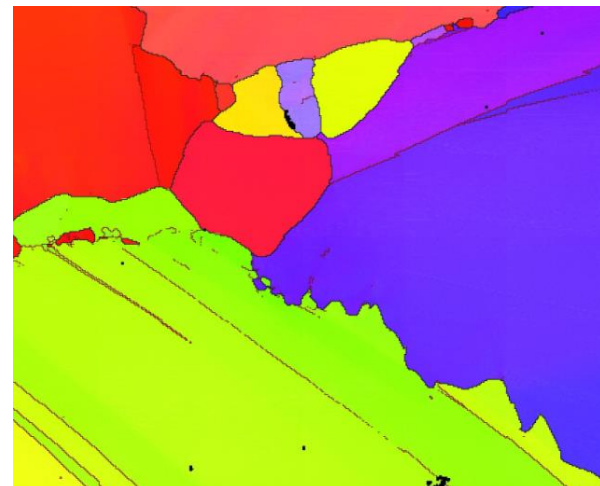
Déformé de 3.7% à -7°C



Recuit 2h à -5°C



Recuit 4h à -5°C



Recuit 6h à -5°C

Conditions d'analyse :

Température : -100°C

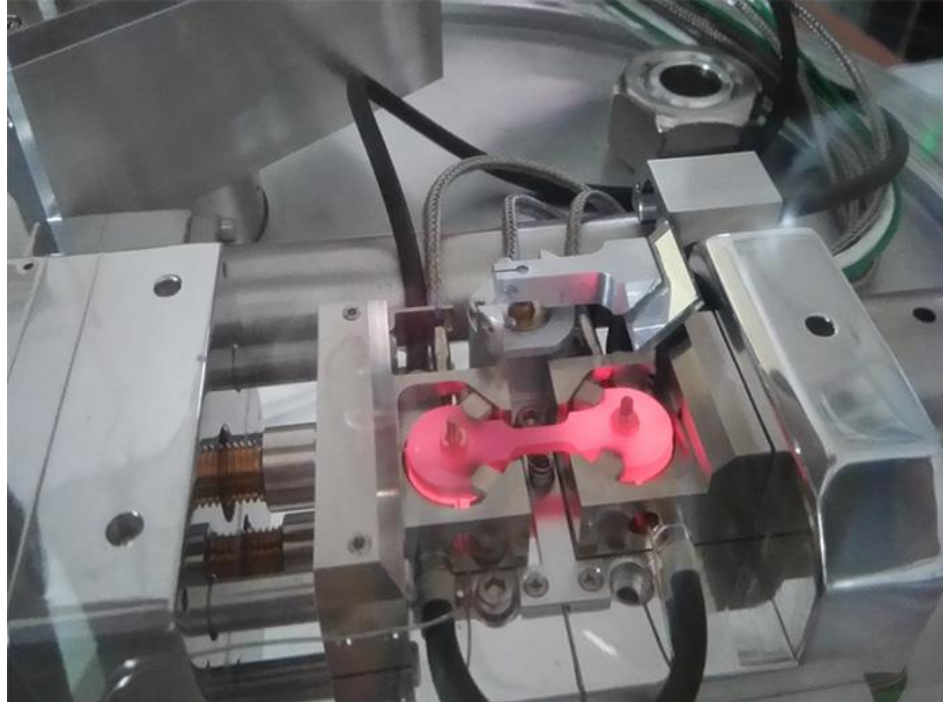
Mode LV : 1Pa

15kV

Pas de mesure : 5 μm

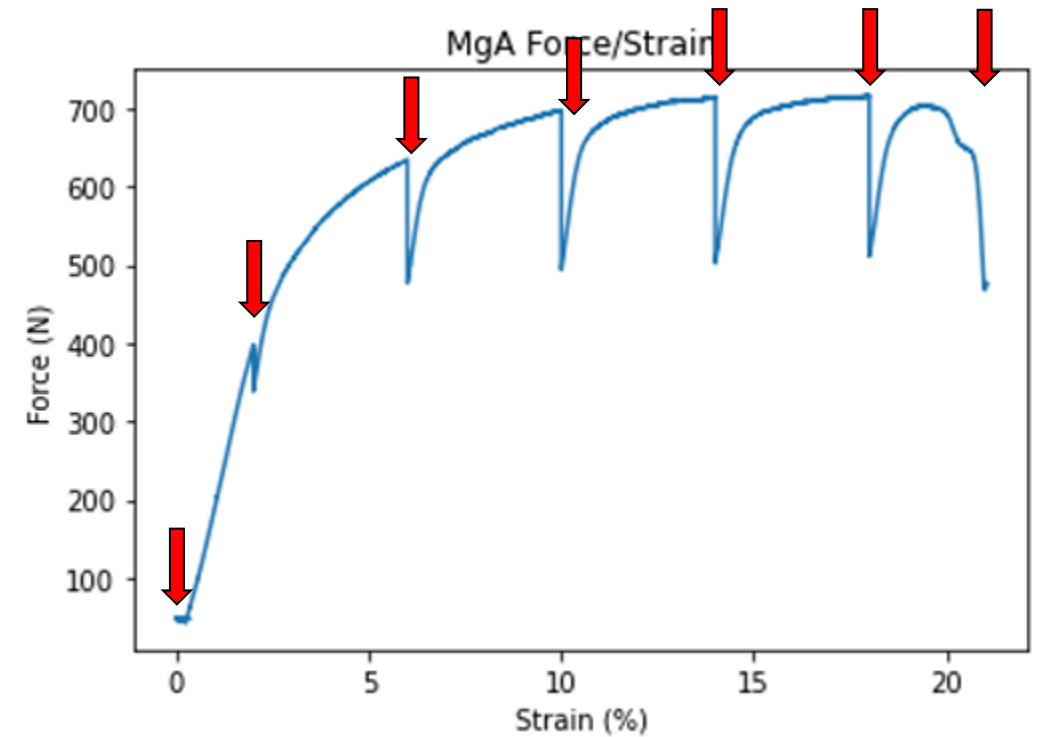
Cartographies EBSD d'orientation montrant l'évolution microstructurale
(germination et croissance de grains) après déformation et recuit de la glace

Platine de traction MT1000 Newtec

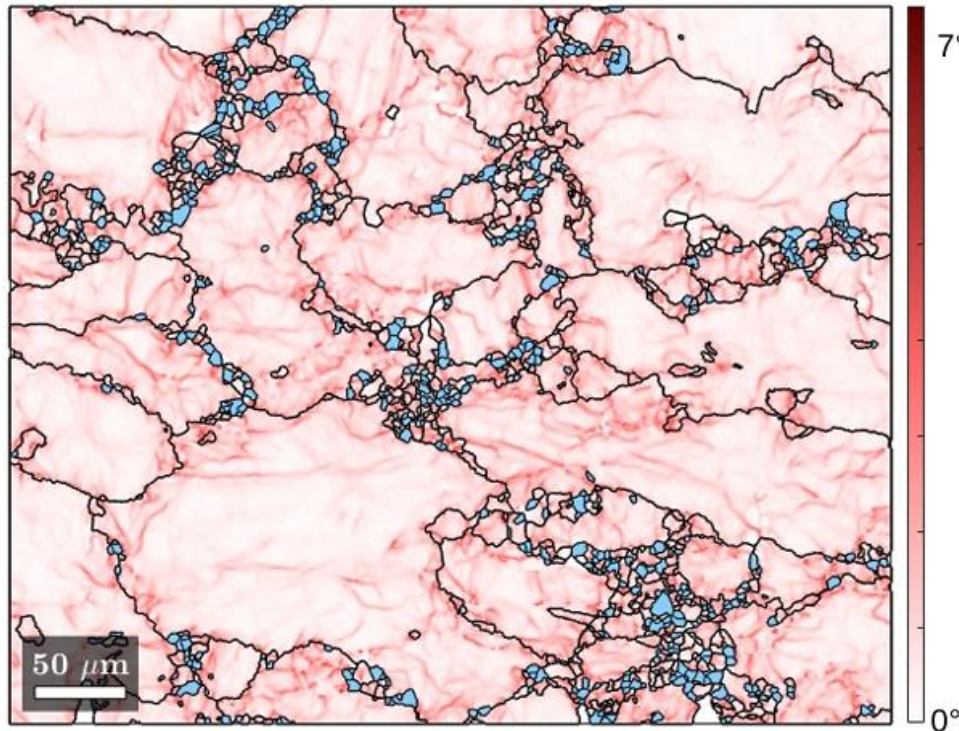


Caractéristiques principales :

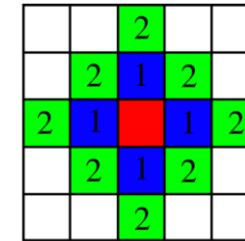
Traction jusqu'à 5-10kN
 Chauffage avec deux fours, jusqu'à 800-1000°C
 Dimensions : 150 x 86 x 30mm
 Poids : 1,5kg



Alternance de palier de déformation et de cartographies EBSD

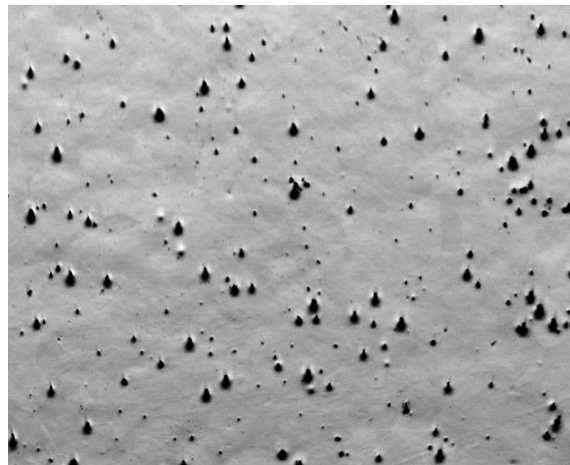
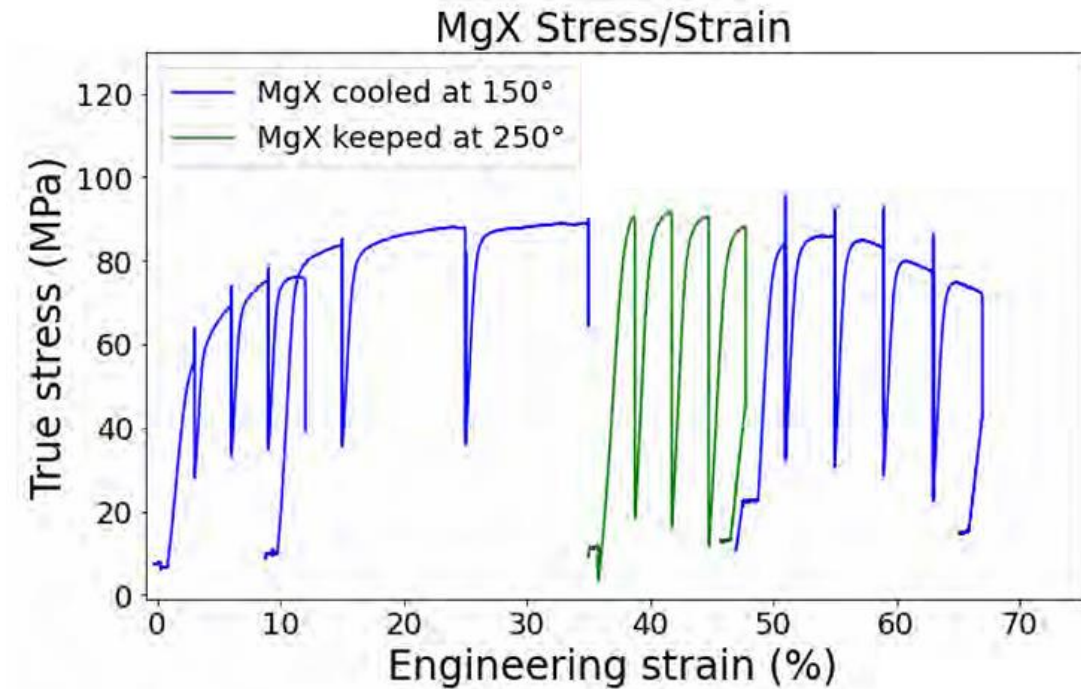


KAM (°): Kernel Average Misorientation
→ calculé pour chaque pixel

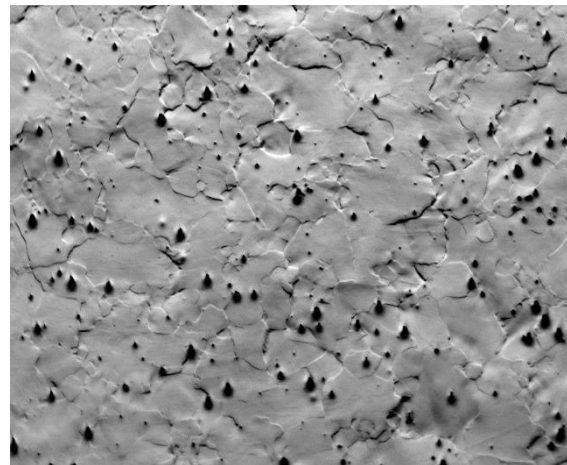


GOS (°): Grain Orientation Spread
→ moyenne des désorientations de chaque pixel d'un même grain par rapport à l'orientation moyenne de ce grain
→ permet l'identification des grains recristallisés

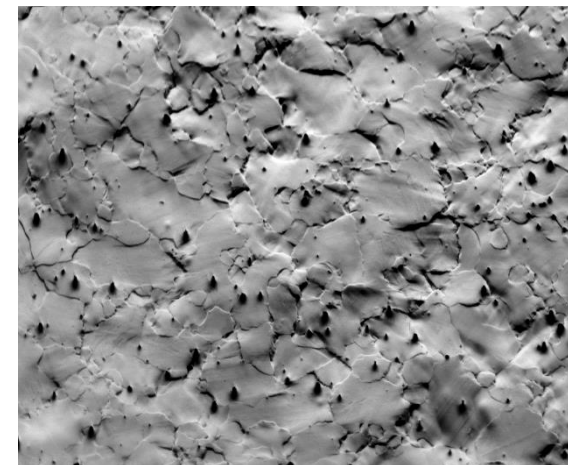
- ▶ **Déformation** de l'alliage **AZ31** à 250°C et 10^{-3} s^{-1}
- ▶ **Suivi de la déformation** de 0 à proche rupture (>65%) avec **cartographie EBSD** tous les 3-4% et repolissage environ tous les 12-15% pour retrouver une surface plane



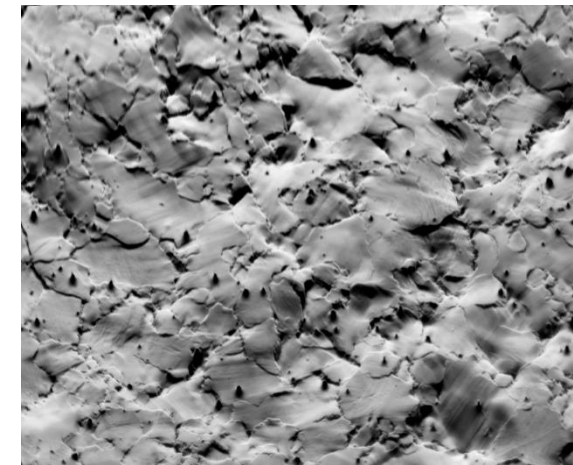
0%



3%

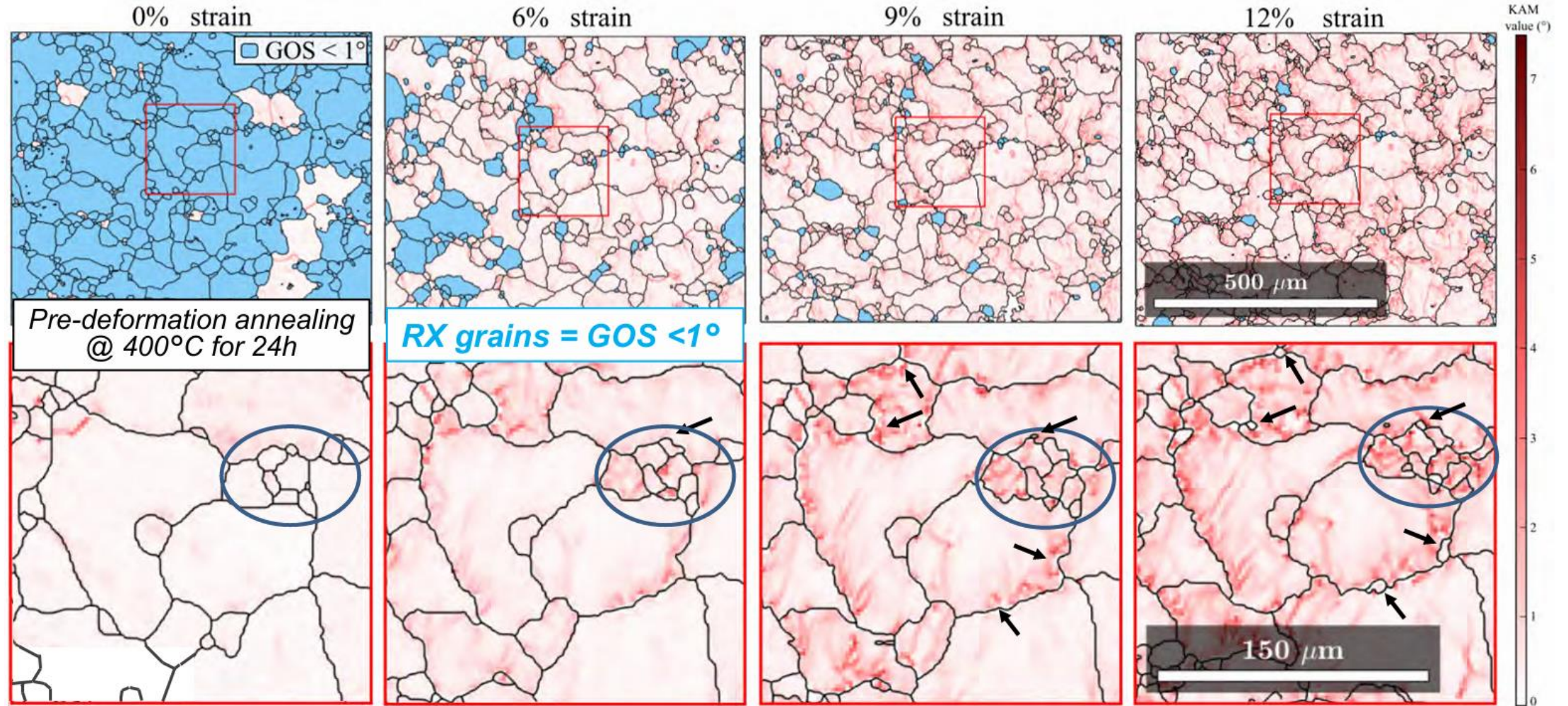


6%



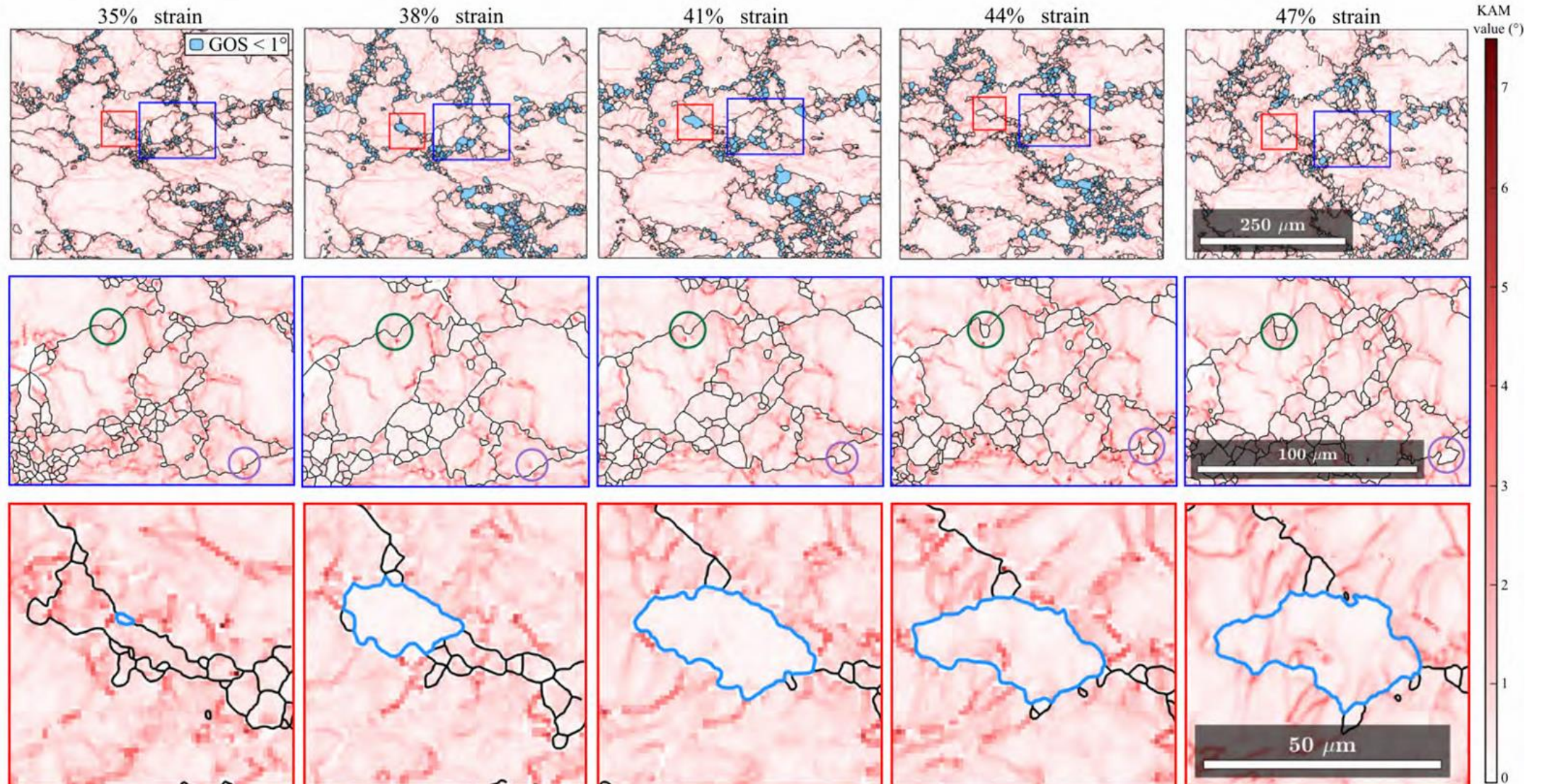
12%

Formation de sous-structure de dislocations - Polygonisation



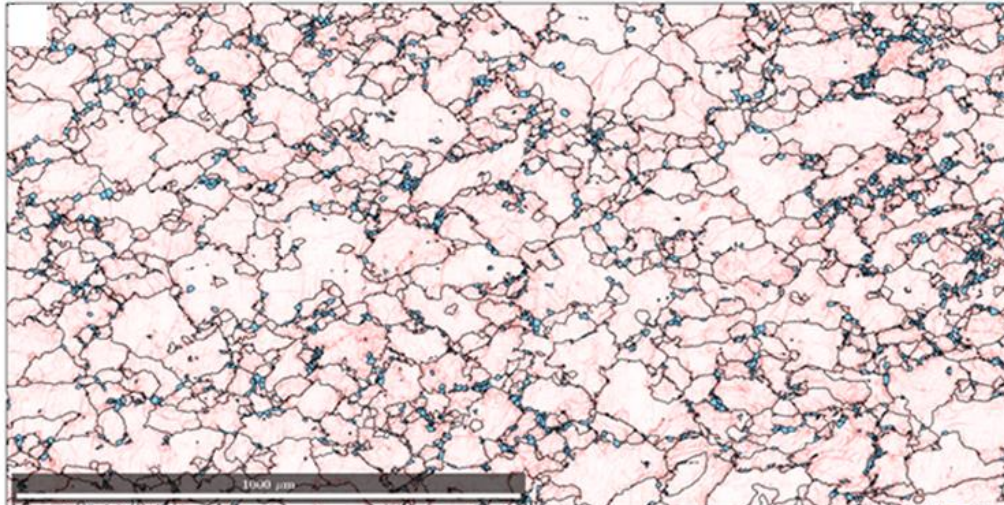
Début de la recristallisation : germination par rotation de sous-grains et « gonflement » d'une partie d'un joint

Augmentation de la DRX, localisée en cluster

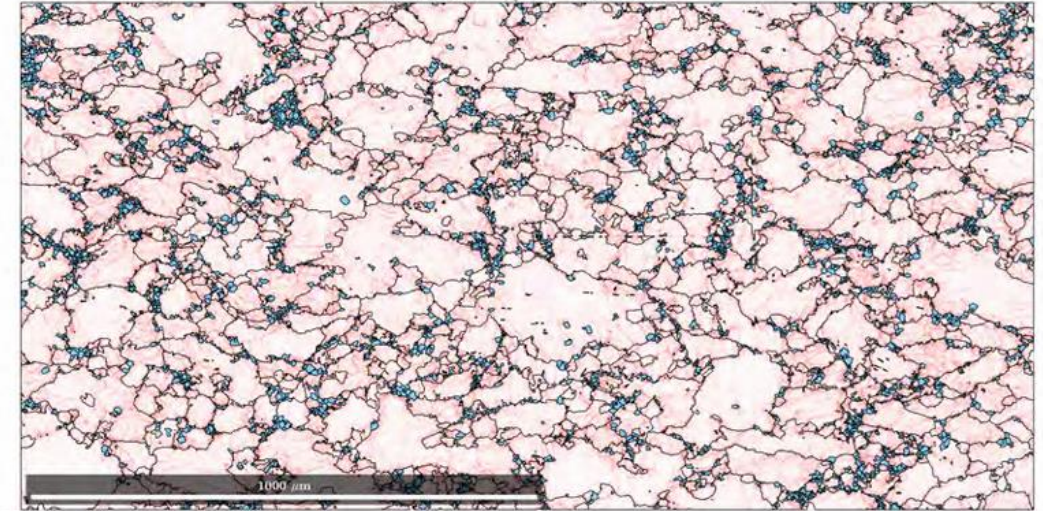


Cycle : formation de sous-structure, germination, croissance puis de nouveau sous-structure de déformation

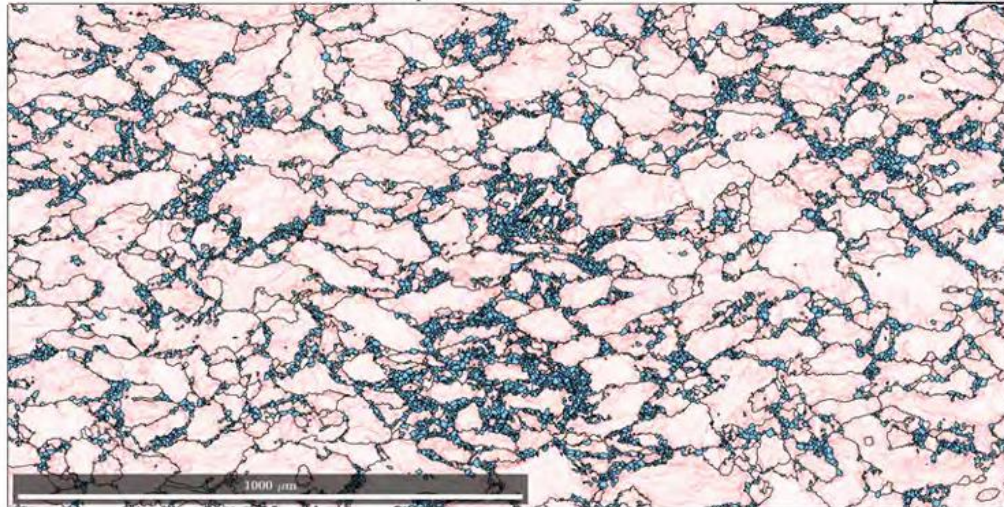
Sample C - 32% eng. strain



Sample D - 38% eng. strain

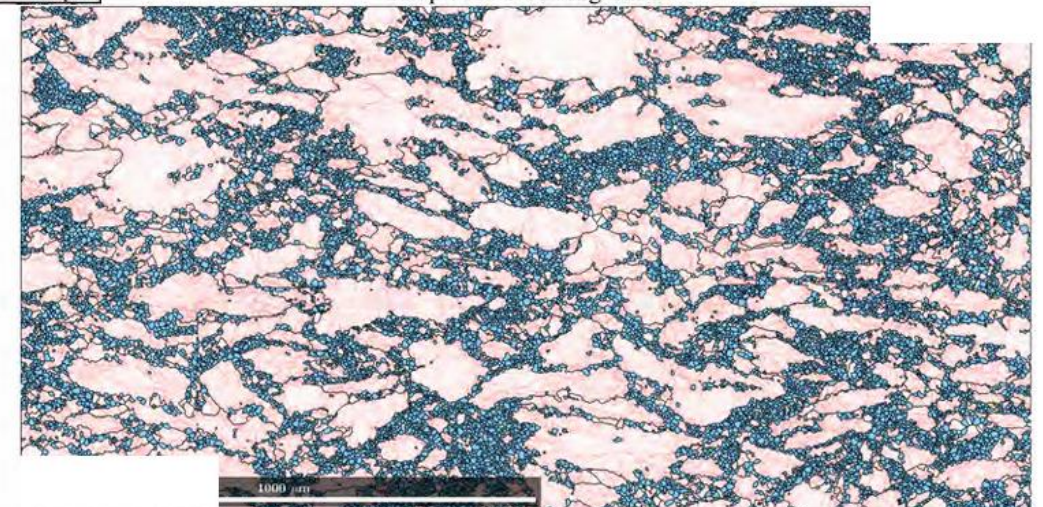


Sample F - 47% eng. strain

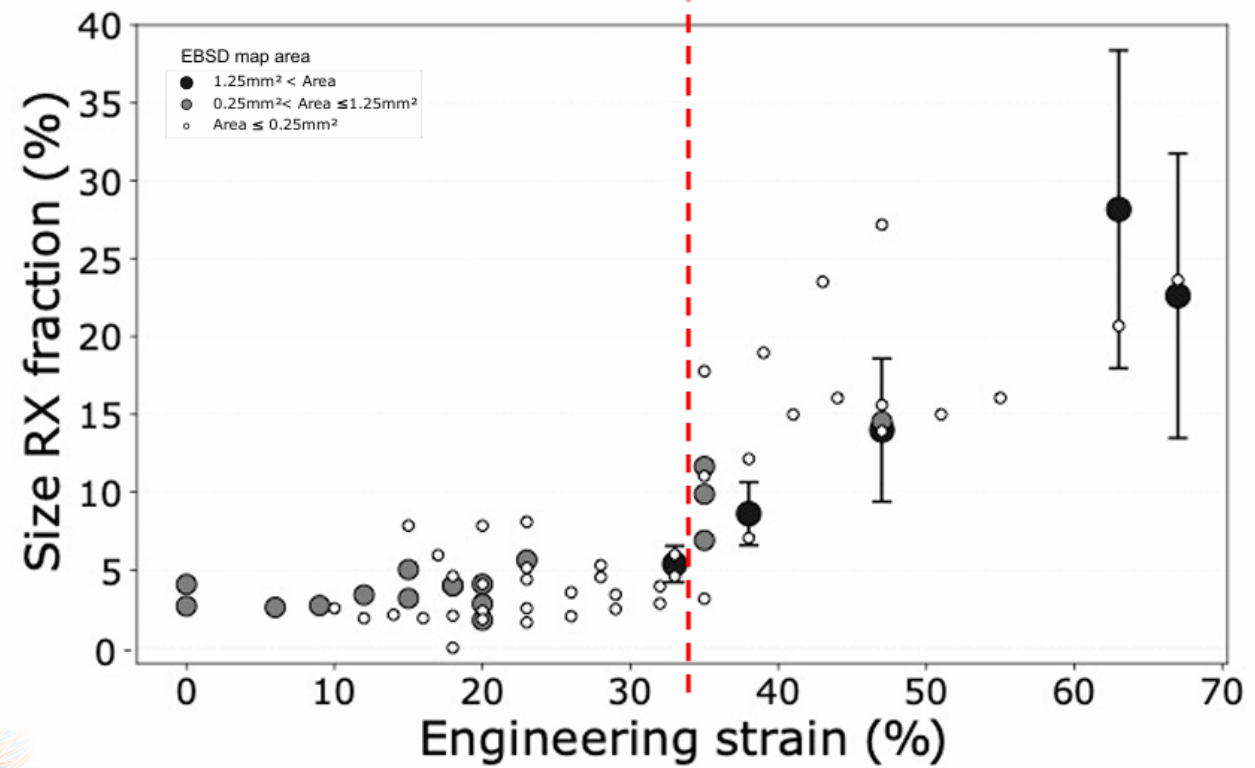
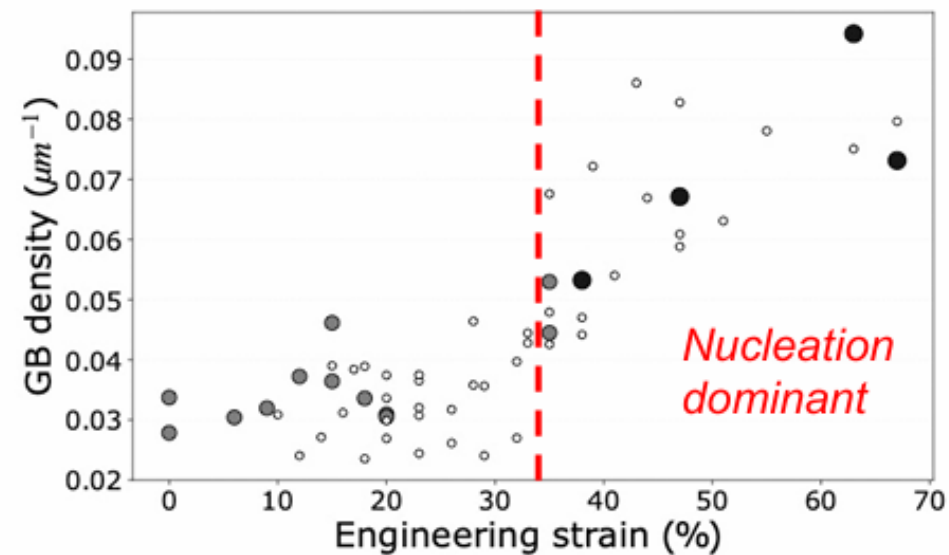
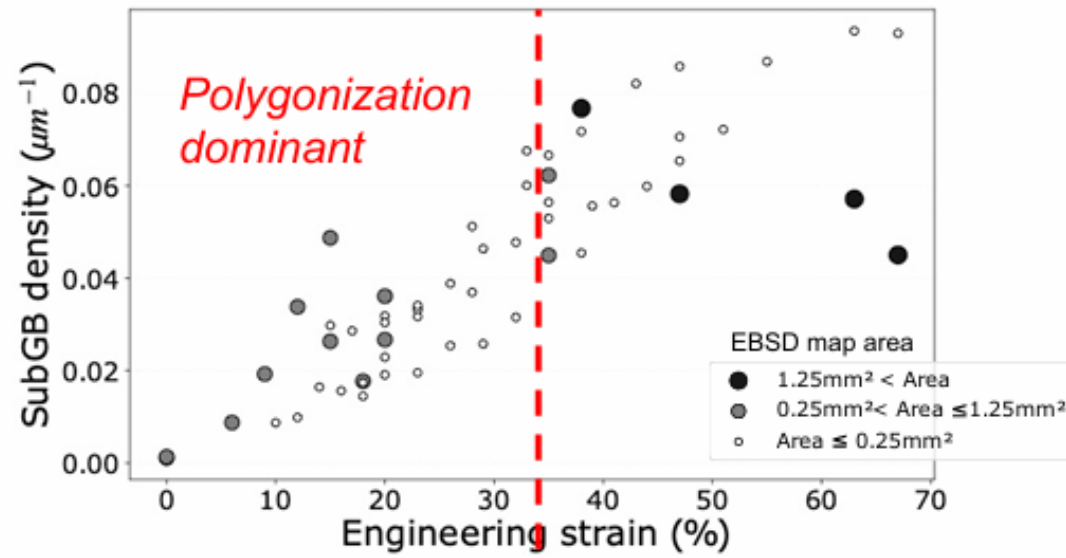


■ Diameter < 20 μm

Sample X - 67% eng. strain



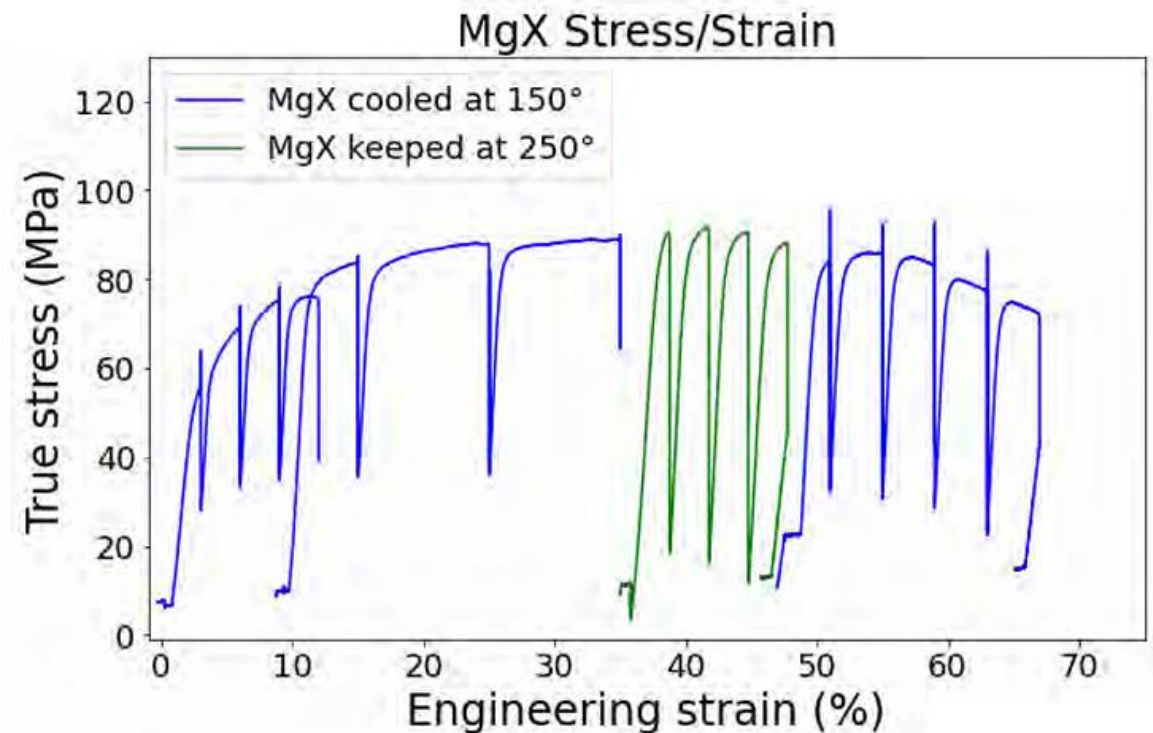
Augmentation de la fraction recristallisée avec la déformation – Structure en « collier »



- ▶ **Déformation** de l'alliage **AZ31** à 250°C et 10^{-3} s^{-1}
- ▶ **Suivi de la déformation** de 0 à proche rupture (>65%) avec **cartographie EBSD** tous les 3-4% et repolissage environ tous les 12-15% pour retrouver une surface plane

▶ Accès :

- aux **courbes mécaniques**,
- à **l'évolution de la microstructure** au cours de la déformation sur de petites surfaces
- **analyses statistiques** sur de plus grandes surfaces après repolissage



Merci pour votre attention

fabrice.barou@umontpellier.fr