

F. JULLIARD\*, T. BAUDIN\*, R. PENELLE\*

**FORMATION DE LA TEXTURE DE RECRISTALLISATION CUBIQUE DANS L'ALLIAGE Fe-36%Ni ÉLABORÉ PAR VOIE LINGOT ET PAR COULÉE CONTINUE EN BANDES MINCES**

**ROZWÓJ SKŁADOWEJ SZEŚCIENNEJ TEKSTURY REKRYSZTALIZACJI W BLACHACH Fe-36%Ni WALCOWANYCH NA ZIMNO Z ZASTOSOWANIEM JAKO WSADU PASÓW ODLEWANYCH SPOSOBEM CIĄGLYM LUB WALCOWANYCH NA GORĄCO WLEWKÓW**

Une étude comparative des microstructures et des textures de l'alliage Fe-36%Ni issu de la coulée continue en bandes minces (CCBM) et de la voie lingot a été menée. Il a été montré qu'il est possible de développer la forte texture cubique pour cet alliage élaboré par les voies lingot et CCBM, suivies d'un laminage à chaud. Dans le cas d'un matériau élaboré par la voie CCBM et directement laminé à froid, cette texture est beaucoup moins accusée.

Les microstructures après laminage à froid sont semblables dans le cas de matériaux issus de la voie lingot et de la CCBM suivie d'un laminage à chaud et en particulier, des bandes d'orientation cubique présentant une structure de cellules ont été observées. Il est probable que les mécanismes de recristallisation ne diffèrent pas fortement entre ces deux voies d'élaboration; ils ont donc été étudiés plus particulièrement sur la voie lingot. Le mécanisme de croissance d'un sous-grain dans le gradient d'orientations de la bande cubique ne semble pas être unique. La croissance de germes d'orientation cubique liés par une relation d'orientation avec la matrice et la migration induite de joints de grains par la déformation peuvent être des mécanismes complémentaires pour le développement des grains d'orientation cubique.

Porównano mikrostrukturę i teksturę blach ze stopu Fe-36%Ni wytwarzanych z zastosowaniem jako wsadu do walcowania na zimno pasów otrzymanych z wlewków walcowanych na gorąco bądź pasów identycznej gubości odlewanych sposobem ciągłym (POC). Wykazano, że można uzyskać silną składową sześcienną tekstury rekryształizacji w blachach wytwarzanych z POC walcowanych wstępnie na gorąco, identycznie jak w przypadku blach wytwarzanych technologią klasyczną z zastosowaniem pasów otrzymanych z wlewków walcowanych na gorąco. W blachach wytwarzanych z POC przez bezpośrednie walcowanie na zimno składowa sześcienna tekstury rekryształizacji jest słabiej wykształtowana.

---

\* UNIVERSITÉ PARIS-SUD, LABORATOIRE DE MÉTALLURGIE STRUCTURALE, BÂT 410, 91405 ORSAY CEDEX, FRANCE

Mikrostruktury blach walcowanych na zimno z pasów otrzymanych przez wstępne walcowanie na gorąco wlewków albo POC są identyczne; charakteryzują się w szczególności pasmami odkształcenia o orientacji sześcienniej, posiadającymi własną komórkową podstrukturę dyslokacyjną. Założono, że mechanizmy zarodkowania i wzrostu ziarn w procesie rekryształacji blach wytwarzanych technologią klasyczną i z POC nie różnią się.

Opierając się na pomiarach orientacji lokalnych przeprowadzonych głównie w blachach otrzymanych z wsadu po gorącym walcowaniu stwierdzono, że mechanizmami komplementarnymi wzrostu ziarn o orientacji sześcienniej w gradiencie orientacji występujących w wyróżnionych „sześciennych” pasmach odkształcenia są mechanizmy zorientowanego wzrostu oraz indukowanej odkształceniem migracji granic ziarn.

The paper has been presented during the 7th French-Polish Seminar in Mogilany (near Krakow),  
22—24 October, 1998

## I. Introduction

L'alliage Fe-36%Ni utilisé comme masque d'ombres dans les téléviseurs couleur en raison de son faible coefficient de dilatation thermique est élaboré par voie lingot. En l'absence de transformation de phases solide-solide, la microstructure et la texture sont contrôlées par les conditions de laminage à chaud, de laminage à froid et de recuit sachant qu'une structure à petits grains et une texture cubique favorisent une attaque chimique homogène des trous des masques d'ombres [1].

La coulée continue en bandes minces est l'une des voies possible pour élaborer les alliages Fer-Nickel. Les tôles ainsi obtenues ont une épaisseur sensiblement identique à celle d'un matériau issu de la voie lingot après laminage à chaud et peuvent donc être directement laminées à froid. Il est nécessaire cependant qu'en fin de gamme, le matériau ait une microstructure et surtout une texture similaire voire identique à celle de la voie lingot.

Le but de cette étude est donc de déterminer les mécanismes de germination et de croissance des grains cubiques pour les deux voies d'élaboration.

## 2. Procédure expérimentale

Ce travail a été effectué sur trois matériaux; le premier (A) a été élaboré par voie lingot et laminé à chaud, les deux autres sont issus de la coulée continue en bandes minces (CCBM), le premier d'entre eux (B) étant le produit brut de solidification, le second (C) ayant été laminé à chaud. Ces trois échantillons sont ensuite laminés à froid à des taux de réduction variant de 40 à 95%.

Les microstructures des états initiaux ont été caractérisées par microscopie électronique à balayage en contraste cristallin et leurs textures caractérisées par diffraction des rayons X dans le plan de laminage à différentes profondeurs. Pour les

échantillons laminés à froid, les figures de pôles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{220\}$  ont été déterminées après avoir enlevé environ un quart de l'épaisseur de la tôle.

L'étude locale des microstructures et des textures a été menée principalement par microscopie électronique à transmission sur des échantillons (A) et (C). Afin d'obtenir le maximum d'informations, les échantillons ont été observés sur le plan perpendiculaire à la direction de laminage. Les échantillons étant fortement déformés, il a été nécessaire d'augmenter leur épaisseur en réalisant un dépôt électrolytique de nickel. Après amincissement électrochimique, les observations ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET) Jeol 2000EX équipé d'un système semi-automatique d'indexation des clichés de diffraction de lignes de Kikuchi et de points [2—3].

Pour observer au MET les premiers stades de la recristallisation, des échantillons ont été recuits à 600°C pendant 5 minutes. Afin d'avoir une statistique raisonnable, des expériences ont été menées par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) sur des échantillons ayant subi les mêmes conditions de recuit.

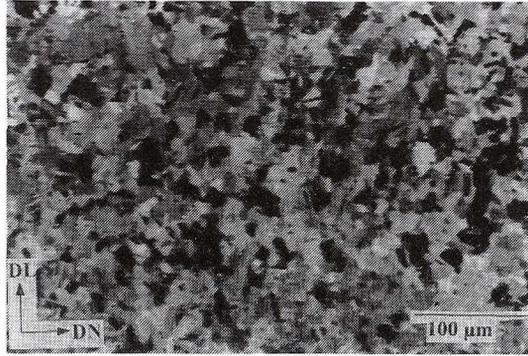
### 3. Résultats et discussion

#### 3.1. Microstructures et textures des états initiaux

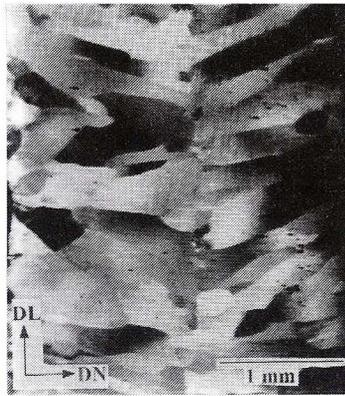
L'échantillon laminé à chaud, issue de la voie lingot présente une structure recristallisée homogène avec une taille de grains comprise entre 10 et 15  $\mu\text{m}$  (figure 1a), la texture a été caractérisée par Zaefferer et al. [4]. La figure 2 montre des textures différentes entre le centre et la surface de la tôle. Les figures de pôles mesurées au centre de la tôle présentent une faible composante cubique déjà observée par Park et al. [5], alors qu'en surface, la texture est relativement diffuse.

L'échantillon élaboré par CCBM présente à l'état brut de solidification une structure basaltique. Les grains colonnaires, dont le grand axe varie de 300  $\mu\text{m}$  à 1 mm et le petit de 50 à 300  $\mu\text{m}$  (figure 1b) sont inclinés dans la direction de laminage puisque la bande se solidifie en même temps qu'elle défile. Ils présentent une texture de fibre dont l'axe  $\langle 001 \rangle$  est basculé d'environ 15° de la direction normale vers la direction de laminage avec une dispersion de 20° (figure 3).

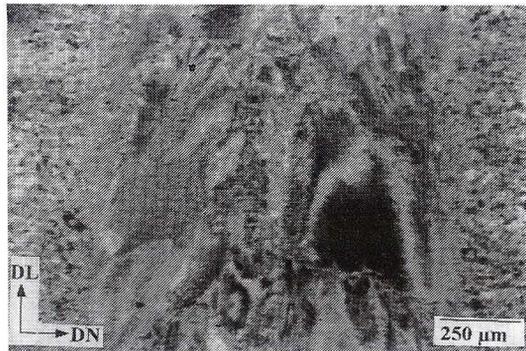
En ce qui concerne l'échantillon issu de la CCBM puis laminé à chaud, la figure 1c montre une structure très hétérogène avec des bords recristallisés dont la taille de grains varie entre 5 et 10  $\mu\text{m}$  et une partie centrale restaurée. Cette hétérogénéité de structure se retrouve au niveau de la texture puisque ce matériau présente deux types de textures (figure 4). Au centre de la tôle, les composantes principales  $\{522\} \langle 4\bar{5}\bar{5} \rangle$  et  $\{6\bar{1}2\} \langle \bar{1}\bar{2}2 \rangle$  sont des composantes de laminage proches respectivement des composantes idéales de type  $\{211\} \langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle$  (cuivre «C») et  $\{4\bar{1}1\} \langle \bar{1}22 \rangle$  («C/S») avec présence également d'une composante  $\{510\} \langle 1\bar{5}0 \rangle$  proche de  $\{100\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$ . En surface, les composantes majoritaires sont  $\{510\} \langle 1\bar{5}\bar{5} \rangle$  et  $\{001\} \langle 3\bar{4}0 \rangle$ , orientations proches des composantes idéales  $\{100\} \langle 0\bar{1}\bar{1} \rangle$  et  $\{001\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ .



a)



b)



c)

Fig. 1. Microstructure des échantillons initiaux: a) matériau de la voie lingot, b) matériau de la voie CCBM brut de coulée, c) matériau de la voie CCBM laminé à chaud

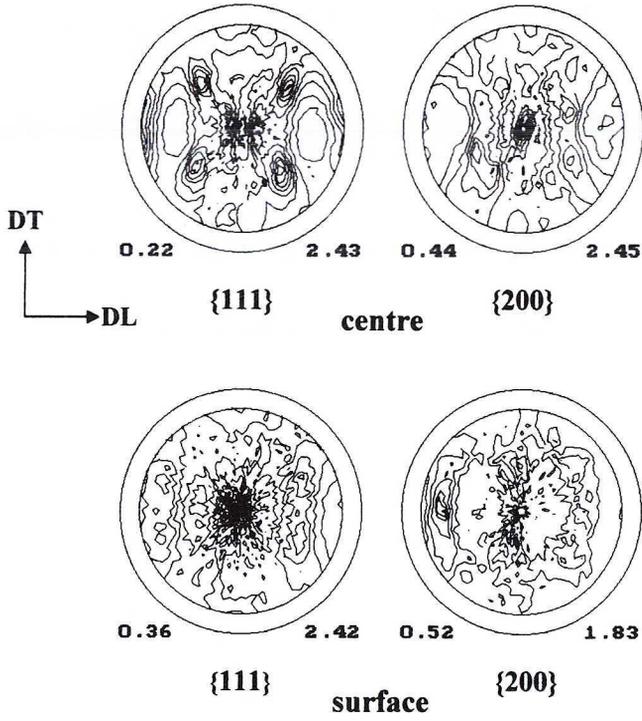


Fig. 2. Figures de pôles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  de l'échantillon (A), mesurées sur la surface et au centre de la tôle

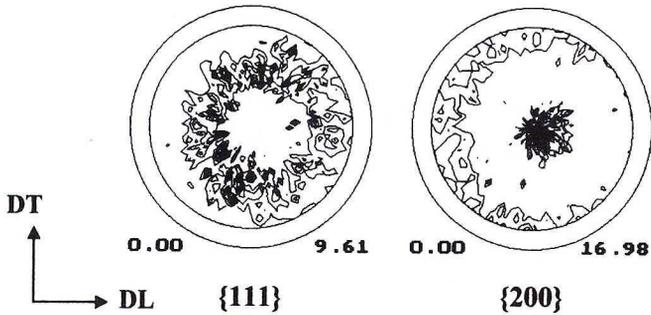


Fig. 3. Figures de pôles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  de l'échantillon (B) mesurées au  $1/4$  de l'épaisseur

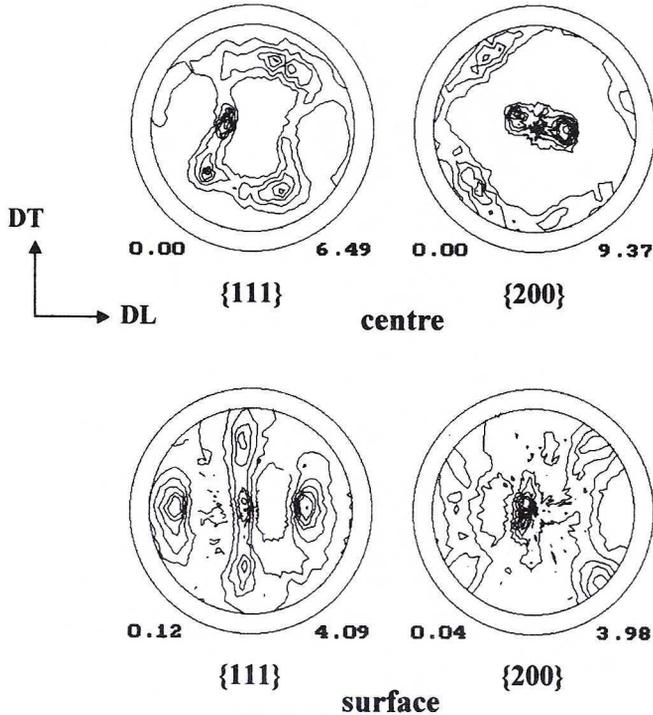


Fig. 4. Figures de pôles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  de l'échantillon (C) mesurées sur la surface et au centre de la tôle

### 3.2. Evolution de la texture avec le taux de laminage à froid et texture de recristallisation

Les figures 5 et 6 présentent l'évolution de la texture avec taux de laminage à froid. Pour un taux de réduction de 40%, les échantillons (A) et (C) montrent des textures décrites comme étant intermédiaires entre les textures de type cuivre et de type laiton  $\{011\} \langle 21\bar{1} \rangle$  («B») [6]. Ces dernières sont constituées de composantes proches des composantes idéales de type  $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$  («C»),  $\{123\} \langle 63\bar{4} \rangle$  («S») et  $\{011\} \langle 21\bar{1} \rangle$  («B»). La texture très diffuse de l'échantillon (B) est principalement composée d'orientations  $\{225\} \langle 55\bar{4} \rangle$  désorientées de  $5^\circ$  avec  $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$  et de composantes intermédiaires alors que les composantes proches de l'orientation idéale  $\{011\} \langle 21\bar{1} \rangle$  sont absentes de la texture.

Lorsque le taux de laminage augmente de 40% à 90% (figure 6), l'acuité devient de plus en plus importante. Pour les échantillons (A) et (C), la texture très marquée est de type cuivre tandis que l'échantillon (B) présente une texture de même type mais les composantes proches de la composante  $\{011\} \langle 21\bar{1} \rangle$  restent relativement faibles.

La figure 7 montre les textures de recristallisation pour des taux de réduction supérieurs à 90% [7]. Les matériaux (A), (B) et (C) développent une texture cubique avec sa composante de macle. Néanmoins, la texture est beaucoup plus accusée pour les échantillons (A) et (C).

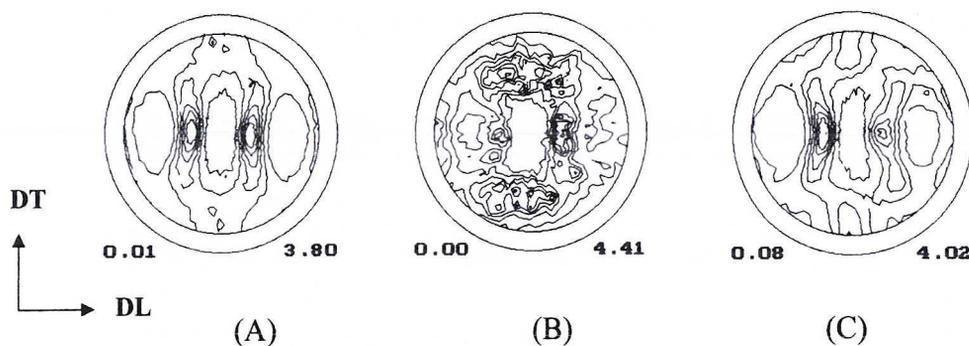


Fig. 5. Figures de pôles  $\{111\}$  des échantillons issus des voie lingot (A), CCBM (B), CCBM + laminage à chaud (C) pour un taux de déformation de 40%

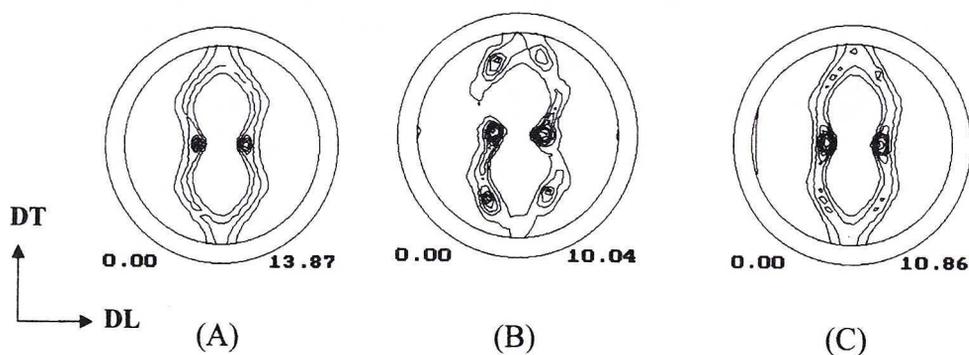


Fig. 6. Figures de pôles  $\{111\}$  des échantillons issus des voie lingot (A), CCBM (B), CCBM + laminage à chaud (C) pour un taux de déformation de 90%

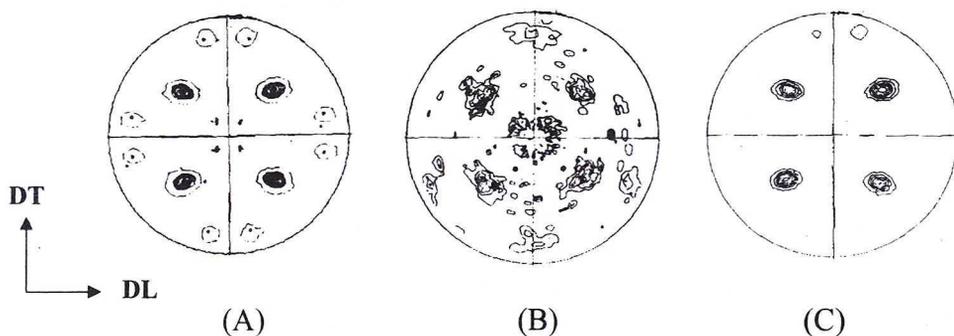
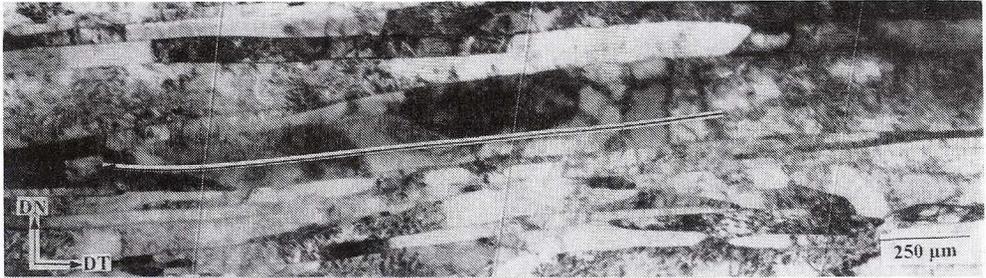


Fig. 7. Figures de pôles  $\{111\}$  des échantillons issus des voie lingot (A), CCBM (B), CCBM + laminage à chaud (C) après recristallisation complète

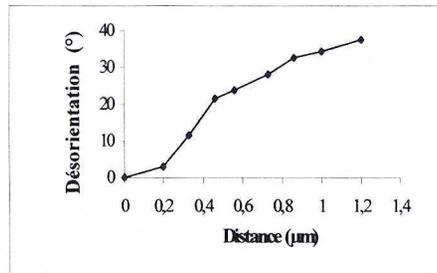
### 3.3. Microstructures et microtextures

#### 3.3.1. Microstructures et microtextures des états fortement déformés

Les textures globales d'un matériau élaboré par CCBM puis laminé à chaud sont similaires à celles du matériau issu de la voie lingot. Toutefois, il est nécessaire d'observer cette similitude de comportement à une échelle microscopique afin de déterminer si les mécanismes de recristallisation sont identiques pour les deux voies d'élaboration.



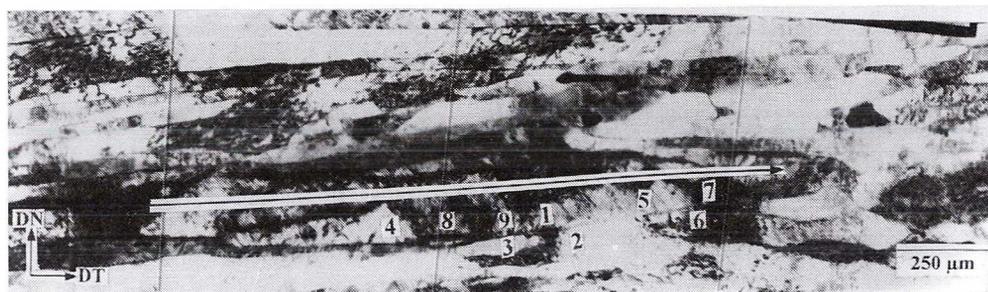
a)



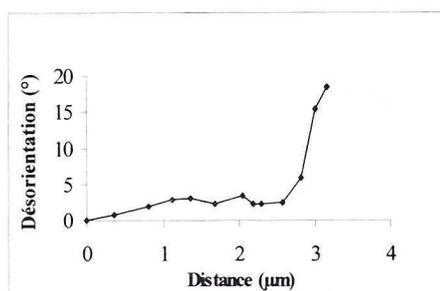
b)

Fig. 8. a) Micrographie MET dans le matériau (A) fortement déformé (la flèche noire indique le gradient d'orientation). b) Désorientation cumulée dans la bande

La figure 8 a montre une vue dans la plan perpendiculaire à la direction de laminage de la microstructure de l'échantillon (A) laminé avec un taux de réduction de 95%. Cette microstructure déjà observée par Zaefferer et al. [4] sur un matériau issu d'une autre coulée, est caractérisée principalement par des bandes lamellaires très fines (50 à 100nm), peu restaurées, dont les orientations constituent la texture de laminage de type cuivre. Au contraire, les grains d'orientation cubique se présentent sous forme de bandes d'environ 200 à 300 nm d'épaisseur dans lesquelles s'est développée une structure de cellules qui contiennent une faible densité de dislocations et qui sont légèrement désorientées les unes par rapport aux autres dans



a)



b)

Fig. 9. a) Micrographie MET dans le matériau (A) fortement déformé (la flèche noire indique le gradient d'orientation). b) Désorientation cumulée dans la bande

la direction transverse. La désorientation entre cellules forme un gradient d'orientations au sein de la bande cubique qui peut aller jusqu'à  $35^\circ$  (figure 8 b). Z a e f f e r e t al. [8] expliquent alors le développement de la texture cubique lors du recuit par la croissance rapide d'un sous-grain à l'intérieur de ce gradient, sachant qu'aucune relation d'orientations particulière n'a été trouvée entre les cellules de la bande d'orientation cubique et la matrice. La figure 9 a montre comme la figure 8 une bande cubique entourée de bandes lamellaires. Elle possède comme la bande précédente un gradient d'orientations allant jusqu'à  $18^\circ$  par rapport à l'orientation initiale (figure 9 b). Un sous-grain cubique peut donc se développer dans ce gradient et ainsi acquérir une taille critique qui lui permet de croître aux dépens de la matrice. Dans cet exemple, il a été montré qu'il existe une relation d'orientations proche de  $40^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$  entre les sous-grains cubiques et la matrice (tableau). Cette relation d'orientations peut favoriser le développement rapide d'un sous-grain hors de la bande.

Pour le matériau (C) laminé avec un taux de réduction de 90%, les bandes d'orientation cubique présentent également une structure de cellules (figure 10) avec un gradient d'orientations. Les orientations dans la bande varient de  $\{019\} \langle 100 \rangle$  à  $\{023\} \langle 100 \rangle$  qui est proche de l'orientation de G o s s  $\{011\} \langle 100 \rangle$ . Nous pouvons

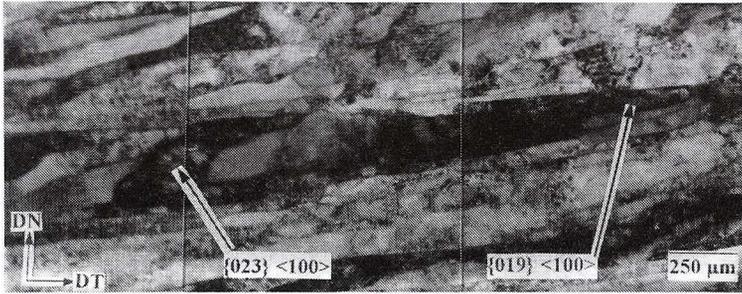


Fig. 10. Micrographie MET d'une bande cubique dans le matériau (C) fortement déformé

TABEAU

Désorientations entre les grains de la bande cubique et leurs voisins hors de la bande

Sous-grain n° 1	Sous-grain n°2	Axe de rotation $\langle uvw \rangle$			Angle de rotation $\omega$ (°)
1	2	0,519	0,585	0,623	45,0
1	3	0,534	0,584	0,61	47,1
4	3	0,567	0,575	0,589	45,1
5	2	0,505	0,585	0,633	43,8
5	6	0,566	0,581	0,584	43,7
7	6	0,487	0,597	0,639	40,8
8	3	0,550	0,580	0,600	44,2
9	3	0,534	0,584	0,610	45,2

alors supposer que les mécanismes de développement de la texture cubique ne seront pas fondamentalement différents dans le cas du matériau élaboré par CCBM laminé à chaud.

### 3.3.2. Microstructures et microtextures de l'état partiellement recristallisé

La figure 11 présente pour le matériau (A) un grain d'orientation proche cubique qui se développe dans la matrice écrouie. Ce grain de forme ellipsoïdale fait environ  $4\mu\text{m}$  selon la direction transverse et  $1,5\mu\text{m}$  selon la direction normale. Cette morphologie tend à confirmer l'hypothèse d'un mécanisme de croissance d'un sous-grain dans la bande selon la direction transverse (les bandes cubiques ont une longueur moyenne de  $4\mu\text{m}$  dans la direction transverse).

La figure 12 montre un autres sous-grain cubique qui grossit dans la direction normale. Il est intéressant de remarquer que sa croissance se fait par un gonflement

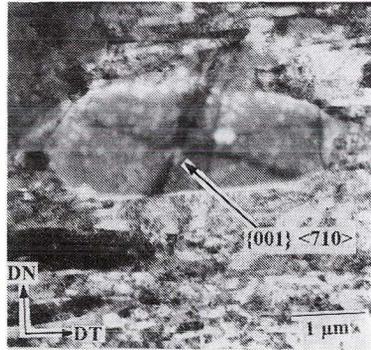


Fig. 11. Micrographie MET d'un grain d'orientation proche cubique en croissance dans le matériau (A) fortement déformé et recuit 5 min

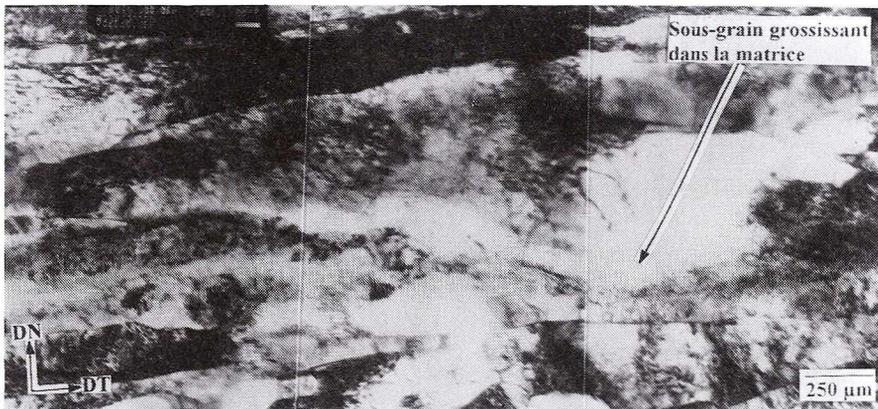


Fig. 12. Micrographie MET d'une bande cubique dans le matériau (A) fortement déformé et recuit 5 min

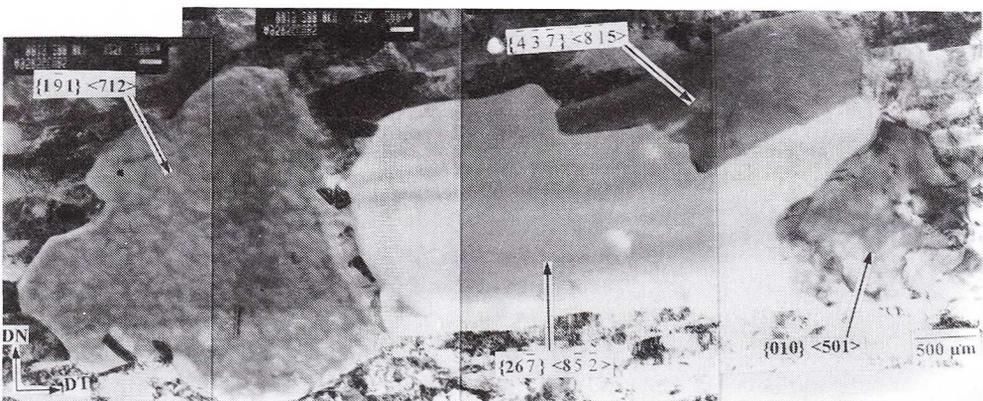


Fig. 13. Micrographie MET de grains de différentes orientations en croissance dans le matériau (A) fortement déformé et recuit 5 min

du joint de grains dans la matrice lamellaire. Ces observations permettent de supposer qu'un mécanisme de migration de joint induite par la déformation est mis en jeu [9]. Il a été proposé comme étant le mécanisme opérant dans la recristallisation des états faiblement déformés pour le Fe-36%Ni [4] mais le fait qu'il existe pour des taux de réduction élevés n'est pas en contradiction avec l'obtention d'une texture de recristallisation cubique. En effet, ce mécanisme peut être actif au même titre que le mécanisme de croissance de sous-grains dans la bande et être localisé dans des endroits où la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint de grains est importante c'est-à-dire précisément à l'interface entre la bande cubique et les bandes lamellaires qui l'entourent.

Par ailleurs, la croissance de grains d'orientations de type  $\{26\bar{7}\}$   $\langle 8\bar{5}\bar{2}\rangle$  et  $\{437\}$   $\langle 81\bar{5}\rangle$  a été observée simultanément à la croissance de grains d'orientation  $\{010\}$   $\langle 501\rangle$ , proche de l'orientation cubique (figure 13). L'orientation  $\{437\}$   $\langle 81\bar{5}\rangle$  est désorientée de  $59,6^\circ$  autour d'un axe  $\langle 111\rangle$  avec l'orientation  $\{26\bar{7}\}$   $\langle 8\bar{5}\bar{2}\rangle$  qui elle-même est désorientée de  $57,4^\circ$  autour d'un axe proche de  $\langle 111\rangle$  par rapport à l'orientation  $\{010\}$   $\langle 501\rangle$ . Ces désorientations correspondent à des relations de type  $\Sigma 3$ . Cependant, il est difficile de conclure à partir de ces observations qu'un mécanisme de maclage multiple existe dans les premiers stades de la recristallisation, même si il a déjà été observé dans le cuivre [10]. Cependant, des résultats obtenus par EBSD ont confirmé la formation de macles dès le début de la recristallisation.

De plus, il a été nettement observé sur les microstructures reconstruites en utilisant la microscopie à imager les orientations [11] que les grains cubiques germent en très grand nombre mais que des grains d'autre orientation grossissent aussi. Il n'est pas actuellement possible de décrire le mécanisme de germination de ces grains, ni d'expliquer comment les grains d'orientation cubique arrivent à les éliminer et former ainsi la texture de recristallisation.

#### 4. Conclusion

Dans un premier temps, une étude de textures a été menée sur trois matériaux, l'un issu de la coulée lingot et laminé à chaud, les deux autres issus de la coulée continue en bandes minces (CCBM), dont un a été laminé à chaud. Pendant la déformation à froid, tous les échantillons développent une texture de type cuivre qui s'accroît avec l'augmentation du taux de réduction. Cependant, la composante  $\{011\}$   $\langle 21\bar{1}\rangle$  reste relativement faible pour l'échantillon CCBM non laminé à chaud qui présente après recristallisation une texture cubique moins forte que celle des deux autres matériaux. De plus, les observations par microscopie électronique à transmission ont montré la présence de bandes cubiques dans le matériau issu de la coulée continue en bandes minces et laminé à chaud. Ces bandes possèdent comme pour le matériau élaboré par la voie lingot, un gradient d'orientations qui peut permettre à un sous-grain de se développer rapidement dans la bande.

Il est apparu en étudiant le matériau issu de la voie lingot que d'autres mécanismes tels que la migration de joint induite par la déformation ou la croissance d'un sous-grain lié par une relation d'orientations avec la matrice peuvent intervenir. Il est néanmoins difficile à partir des résultats obtenus par MET de privilégier un de ces mécanismes.

De plus, il est possible que certains sous-grains d'orientation cubique possèdent après déformation la taille critique leur permettant de se développer dès le début de la recristallisation.

Des grains d'orientations différentes de l'orientation cubique, sont présents dès le début de la recristallisation. Il reste cependant à expliquer pourquoi ces grains ne se développent pas et finissent par disparaître, les grains d'orientation cubique formant ainsi la texture de recristallisation.

#### BIBLIOGRAPHIE

- [1] A Hundred Years after the discovery of Invar..., The iron-nickel alloys, G. Béranger, F. Duffaut, J. Morlet, J. F. Tiers (eds), Tec & Doc-Lavoisier (1996).
- [2] S. Zaeferrer, R. Schwarzer, Materials Sciences Forum **157**, 241 (1994).
- [3] S. Zaeferrer, soumis au Journal of Applied Crystallography.
- [4] S. Zaeferrer, T. Baudin, R. Penelle, Proc 3<sup>rd</sup> Int. Conf. On Recrystallization and Related Phenomena, Rex'96, Monterey, Ed. T. R. McNelley, 347 (1996).
- [5] Y. B. Park, D. Raabe, T. H. Yim, Scripta Materialia **35**, 1277 (1996).
- [6] P. L. Reydet, communication privée, Imphy.
- [7] P. L. Reydet, rapport confidentiel, Imphy.
- [8] S. Zaeferrer, T. Baudin, R. Penelle, à paraître.
- [9] J. E. Bailey, P. B. Hirsch, Proc. R. Soc. Lond. **A267**, 11 (1962).
- [10] A. Berger, P. J. Wilbrandt, F. Ernst, U. Klement, P. Haasen, Prog. Mater. Sci. **32**, 1 (1988).
- [11] B. L. Adams, S. I. Wright, K. Kunze, Metall. Trans. A **24A**, 819 (1993).

REVIEWED BY: PROF. DR INŻ. ZDZISŁAW JASIEŃSKI

Received: 12 October 1999.