

Zeitschrift: Bulletin de la Société Vaudoise des Sciences Naturelles
Band: 72 (1974-1975)
Heft: 347

Artikel: Étude de la recristallisation du cuivre par l'analyse des diagrammes de canalisation électronique
Autor: Stadelmann, P. / Devillaz, G. / Benoit, W.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-276688>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 15.10.2024

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Etude de la recristallisation du cuivre par l'analyse des diagrammes de canalisation électronique

PAR

P. STADELMANN, G. DEVILLAZ, W. BENOIT *

Summary. — The connections of orientation between deformed matrix and recrystallized zones have been studied by the technique of the selected area channeling patterns. The samples were small bars of copper of 99,998% purity deformed by traction (25%) along their $\langle 111 \rangle$ axis. These connections have been compared with the predictions of the Rowland theory of germination.

INTRODUCTION

L'orientation des nouveaux grains observés lors de la recristallisation des métaux cubiques à faces centrées (cfc) peut être expliquée soit par une croissance orientée des germes de restauration, soit par une germination orientée. La croissance orientée explique que certains germes, qui ont une orientation préférentielle, croissent aux dépens des germes d'orientation quelconque. La germination orientée suppose que les germes ont, dès leur apparition, une orientation déterminée qu'ils conservent au cours de leur croissance.

L'orientation des grains cristallins avant la déformation plastique et après la recristallisation est effectuée par la technique des diagrammes de canalisation électronique en microscopie électronique à balayage (STADELMANN *et al.*, 1973). Cette technique d'orientation est appliquée à l'étude de la transformation de Rowland (ROWLAND, 1955). Cette transformation permet de prédire l'orientation des nouveaux grains à partir de celle de la matrice.

1. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE

Le microscope électronique à balayage se compose de quatre parties principales (fig. 1) : une optique électronique produisant un faisceau monochromatique focalisé sur l'échantillon, un système mécanique permettant d'orienter l'échantillon à volonté, une détection comprenant

* Laboratoire de Génie atomique de l'Ecole polytechnique fédérale de Lausanne.

une sonde et un photo-multiplicateur et, enfin, une électronique comprenant le système de visualisation. Le faisceau électronique est issu d'une cathode qui est un filament de tungstène chauffé par effet Joule. Les électrons émis par la cathode sont accélérés par une tension maximale de 50 kV. Le faisceau traverse ensuite deux lentilles magnétiques qui forment de l'image fournie par le canon une image réduite au maximum.

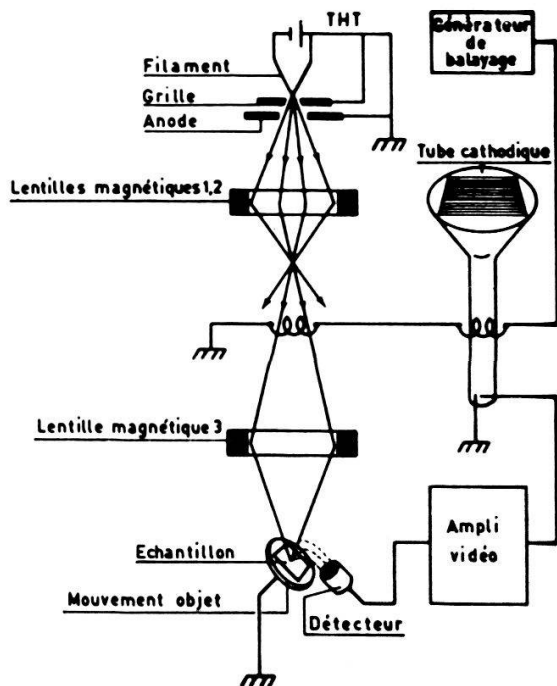


Fig. 1. — Microscope électronique à balayage (schéma de principe).

Un stigmatiseur donne au faisceau une symétrie cylindrique, et un générateur de balayage permet d'imposer au faisceau soit un mode de balayage angulaire, soit un mode de balayage de surface (fig. 2). Le point de focalisation sur l'échantillon du faisceau électronique a un diamètre minimum de 100 Å. L'image de l'échantillon sur l'écran de visualisation

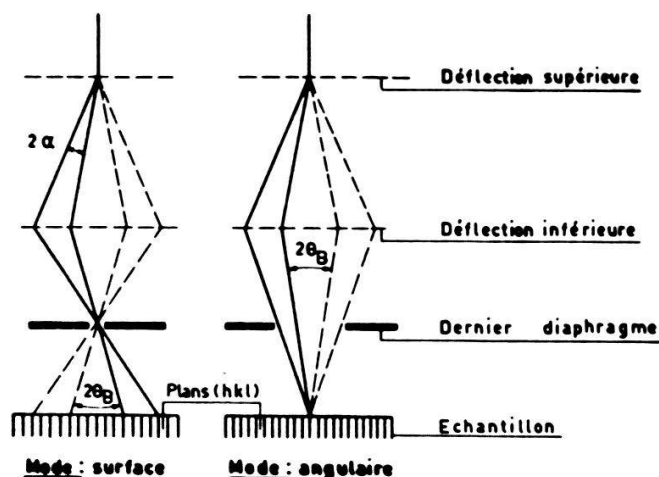


Fig. 2. — Les deux types de balayage de la surface des échantillons.

est obtenue en balayant simultanément l'échantillon et l'écran : chaque point de l'échantillon fournit un signal d'une intensité plus ou moins grande. Le nombre maximum des lignes de l'image est de 1600. L'image est une image électronique similaire à celles utilisées en télévision.

Le faisceau électronique produit dans l'échantillon des effets d'interaction, tels que la diffusion élastique (électrons rétrodiffusés), diffusion inélastique (électrons secondaires) ou « Brehmstrahlung », qui sont utilisés pour la formation de l'image de l'échantillon. Dans le présent travail, seuls les électrons rétrodiffusés ont été utilisés.

Le contraste qui est obtenu à l'aide des électrons rétrodiffusés peut provenir soit de la topographie ou de la nature chimique de la surface de l'échantillon, soit peut être dû à l'orientation des grains cristallins. Ce contraste d'orientation est engendré par une rétrodiffusion sélective des électrons sur des grains diversement orientés. Il permet l'orientation individuelle de très petits grains cristallins ($\Phi \geq 20 \mu\text{m}$) avec une grande précision ($\leq 1^\circ$ pour chaque angle). Cette technique est décrite dans le paragraphe suivant.

II. ORIENTATION DES GRAINS CRISTALLINS PAR LES DIAGRAMMES DE CANALISATION ÉLECTRONIQUE [1]

Les lames cristallines minces qui sont examinées dans les conditions particulières de la diffraction électronique, donnent naissance à un contraste qui a été interprété comme un effet d'absorption anormale des électrons, effet qui est associé avec les réflexions de Bragg (AMELINKS, 1970). Un effet similaire peut être observé à partir d'échantillons cristallins massifs avec le microscope électronique à balayage. Lorsque l'orientation du faisceau électronique correspond à une incidence de Bragg pour un système de plans $\{hkl\}$, les électrons qui le composent sont réfléchis par les plans $\{hkl\}$ et de ce fait sont canalisés par ces plans. Pour ces orientations particulières du faisceau électronique, l'intensité des électrons rétrodiffusés sera donc particulièrement faible et des lignes sombres apparaîtront sur l'écran. La géométrie de ces lignes est analogue à celle des lignes de Kikuchi qui apparaissent pendant la diffraction en microscopie électronique à transmission (fig. 3). Ces lignes forment des diagrammes dits de « pseudo-Kikuchi » ou diagrammes de canalisation électronique (fig. 4).

L'orientation d'un monocristal par rapport à un système d'axes de référence est donnée par les directions de deux de ses axes cristallographiques. Les cristaux cubiques ont des diagrammes de canalisation électronique présentant une symétrie d'ordre 4, 3 ou 2 lorsque la direction moyenne du faisceau électronique est parallèle à une direction cristallographique du type $\langle 001 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ (fig. 5). Dans notre microscope électronique à balayage, le mouvement objet permet d'obtenir

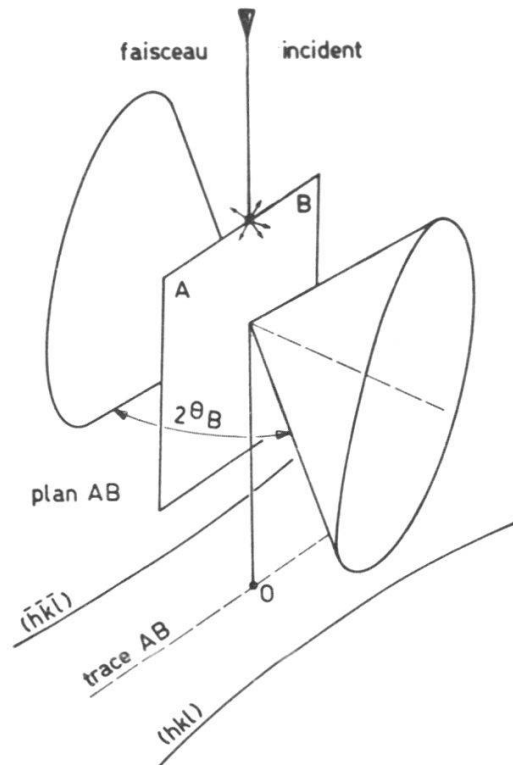
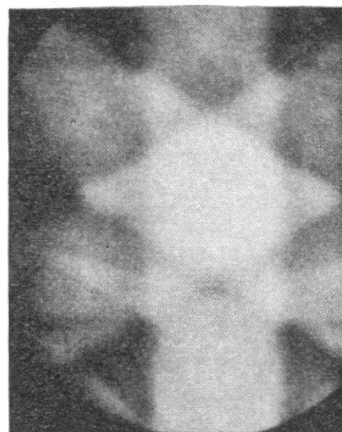


Fig. 3. — Formation des lignes de Kikuchi en microscopie électronique à transmission.

un diagramme présentant une de ces trois symétries quelle que soit l'orientation initiale du cristal. Lorsqu'un tel diagramme apparaît sur l'écran, la direction moyenne du faisceau électronique est parallèle à la direction cristallographique correspondante du cristal. La deuxième direction cristallographique est alors aisément déterminée. Cette technique est très précise et permet d'orienter un grain donné parmi beaucoup



Pôle $\langle 111 \rangle$

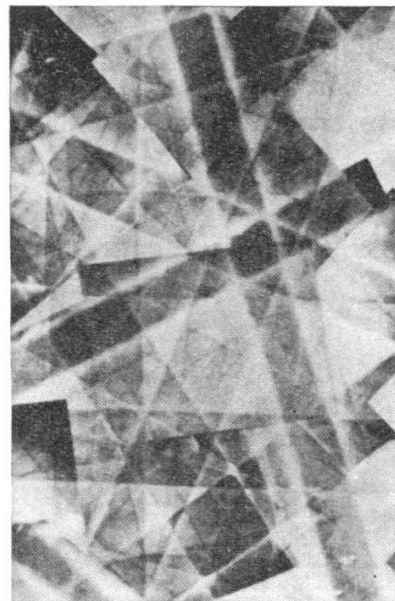


Fig. 4. — Figures des pôles en microscopie à balayage (à gauche) et en microscopie à transmission (à droite).

d'autres, ce que d'autres techniques (par exemple RX) ne permettent pas de faire. Elle présente cependant l'inconvénient d'être très délicate lorsque le diamètre des grains est de l'ordre de grandeur de 20 μm .

Le mode de balayage de la surface n'a d'influence que sur la grandeur de la zone cristalline qui donne naissance aux diagrammes de canalisation, puisque seul l'angle du faisceau électronique avec les plans cristallins est important. Dans le mode « balayage de surface » la zone cristalline qui donne naissance au contraste peut atteindre jusqu'à 1 mm de côté. Dans le mode « balayage angulaire » (point de pivotement du faisceau sur la surface de l'échantillon), la zone qui donne naissance à ces diagrammes peut avoir un diamètre de 20 μm .

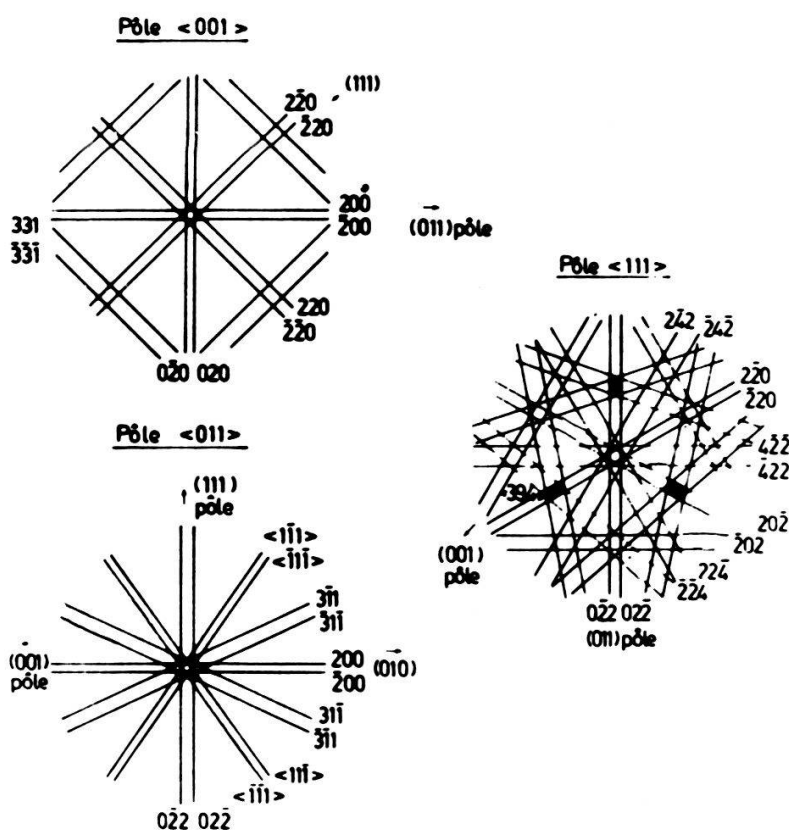
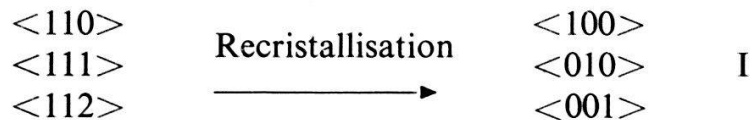


Fig. 5. — Pôles de symétrie 4 (<001>), 3 (<111>), 2 (<011>).

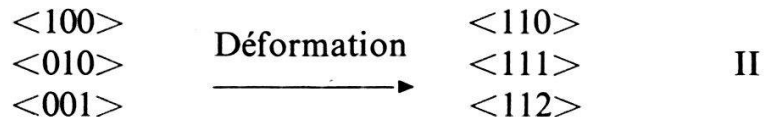
L'influence des défauts de structure tels que dislocations, lacunes, interstitiels est très grande puisqu'elle se manifeste par des distorsions importantes des plans cristallins et que ces distorsions empêchent la canalisation électronique. On ne peut donc orienter que des échantillons faiblement déformés ($\epsilon \leq 1\%$). D'autre part, le contraste des diagrammes de canalisation est beaucoup plus faible que le contraste topographique ou que le contraste chimique. Il est donc nécessaire d'avoir une surface aussi lisse et aussi chimiquement propre que possible.

III. APPLICATION A L'ÉTUDE DE LA TRANSFORMATION DE ROWLAND

En général, la texture principale de laminage d'échantillons métalliques cfc, initialement mono- ou polycristallins, est du type $\{110\} \langle 112 \rangle$ (plan de laminage (110) et direction de déformation $\langle 112 \rangle$). Pour une déformation importante, les échantillons polycristallins qui ont la texture $\{110\} \langle 112 \rangle$ présentent après recristallisation une texture principale $\{100\} \langle 001 \rangle$. Plus précisément la texture de laminage $\{110\} \langle 112 \rangle$ est le résultat de la superposition des deux textures $\{110\} \langle 1\bar{1}2 \rangle$ et $\{110\} \langle \bar{1}12 \rangle$. Ces deux textures ont des plans de séparation du type $\{111\}$; elles sont donc en relation de maclage par rapport à leur plan commun $\{111\}$. Pendant la recristallisation, deux grains cristallins déformés et séparés par un plan de maclage $\{111\}$ forment par coalescence un grain unique. La coalescence de ces deux grains est expliquée par une transformation qui porte le nom de « transformation inverse de Rowland » (ROWLAND, 1955). Elle est caractérisée par les relations cristallographiques suivantes :



La transformation directe de Rowland se produit pendant la déformation plastique, ses relations cristallographiques sont données par II :



Cette transformation est du type martensitique (un grain donne naissance à deux grains séparés par un plan $\{111\}$), elle doit être accompagnée d'un très gros apport d'énergie. La déformation minimum pour obtenir une texture $\{110\} \langle 112 \rangle$ dépend de l'énergie de faute d'empilement du métal et du mode de déformation, elle est de l'ordre de 20 % en laminage pour le Cu. La transformation inverse élimine une faute d'empilement de forte énergie interfaciale (macle) et est par conséquent énergétiquement favorable. Elle s'observe dans l'aluminium (LE LANN, 1972) et le cuivre (BURGERS *et al.*, 1957).

Dans l'expérience entreprise, nous avons déformé un monocristal de cuivre de pureté 99,998 % par traction le long de son axe $\langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle$. Son orientation est représentée sur la figure 5. Après une déformation de 27 %, l'axe $\langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle$ a tourné localement de $\pm 20^\circ$ par rotation autour de l'axe $\langle 110 \rangle$ (fig. 6).

Deux échantillons ont été obtenus à partir de ce monocristal déformé. L'un a été recuit pendant 45 minutes à 500°C et l'autre pendant 1 heure à 800°C. La recristallisation des échantillons est alors complète et les nouveaux grains sont orientés par la méthode des diagrammes de canalisation électronique. Sur l'échantillon recuit à 500°C, 45 grains ont été orientés et 65 sur celui recuit à 800°C. Les pôles du type $\langle 100 \rangle$ sont ensuite représentés pour chaque grain dans la projection stéréographique

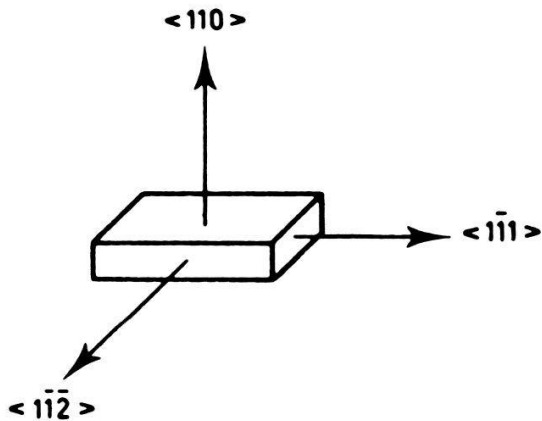


Fig. 6. — Orientation des faces des monocristaux

liée au plan de l'échantillon (fig. 7). Des coïncidences entre les directions $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ de la matrice écrouie et les directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ des grains recristallisés sont détectées par superposition des projections de la matrice et des nouveaux grains (fig. 6 bis et fig. 7).

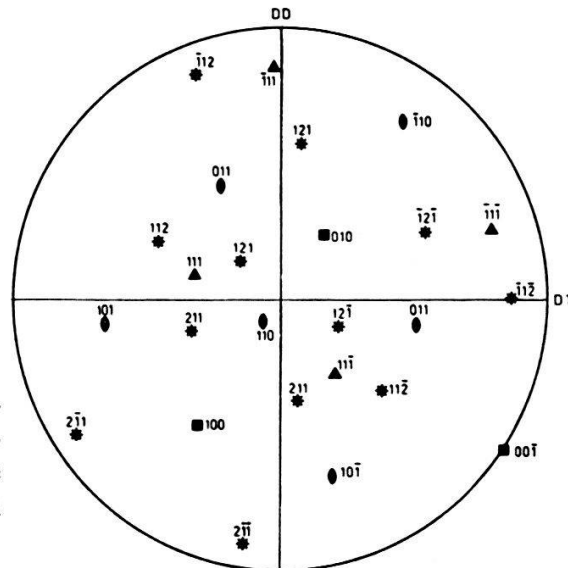


Fig. 6 bis. — Projection stéréographique de l'orientation des monocristaux par rapport à la direction de déformation DD et à la direction transverse DT

Il est apparu que 3 % des nouveaux grains ont une orientation qui vérifie (à 5° près) la transformation inverse de Rowland. 47 % des grains vérifient, à une rotation près d'axe $\langle 110 \rangle$, les relations de la transformation inverse de Rowland.

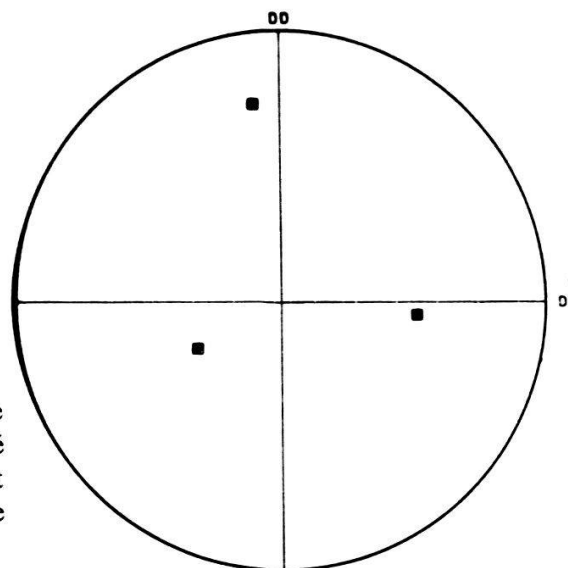


Fig. 7. — Projection stéréographique de l'orientation d'un grain recristallisé (pôles du type $\langle 001 \rangle$) par rapport aux directions DD et DT de la matrice écrouie.

IV. INTERPRÉTATION

Incontestablement les résultats obtenus mettent en évidence une orientation préférentielle d'une partie des grains recristallisés ($\sim 50\%$). En outre, la relation d'orientation correspond à la transformation inverse de Rowland. Ainsi il apparaîtrait que la déformation induit un maillage qui disparaît au cours de la recristallisation par transformation inverse de Rowland. Dans nos expériences, les monocristaux ont été relativement peu déformés ($\sim 25\%$) et ils conservaient en moyenne leur orientation d'avant la traction ; nous n'avons donc pas pu observer de « maillage », mais cela ne signifie pas qu'un micromaillage ne soit pas présent (transformation directe de Rowland ou autre) qui constituerait le lieu de la germination précédant la recristallisation proprement dite.

D'autre part, dans le cuivre, on observe une forte évolution du réseau de dislocations quelques centaines de degrés au-dessous de la température de recristallisation. Il n'est pas impossible que cette restauration induise une transformation qui conduise à la formation de domaines maclés.

CONCLUSION

La méthode des diagrammes de canalisation électronique (pseudo-lignes de Kikuchi) décrite dans cet article permet la mesure précise de l'orientation de chaque cristal d'une structure polycristalline à grains fins. La microscopie électronique à balayage offre ainsi l'avantage sur la technique des RX de pouvoir observer, puis orienter successivement chaque grain. En outre, les échantillons observés sont des échantillons

massifs ce qui, dans l'étude de la recristallisation par exemple, est un apport capital par rapport à la microscopie électronique à transmission. La seule limitation essentielle de la méthode est liée à l'obtention des lignes de canalisation dont le contraste n'apparaît que si la densité des dislocations est relativement faible.

RÉFÉRENCES

- AMELINCKS, S., 1970. — Dans « Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science ». North-Holland, Amsterdam.
- BURGERS, W. G. et VERBRAAK, C. A., 1957. — *Acta Met.*, 5, 765.
- Le LANN, A., 1972. — *C. R. Acad. Sci. Paris*, 274 (sér. C), 1267.
- ROWLAND, P. E., 1955. — *J. Inst. Met.* London, 83, 455.
- STADELMANN, P., ISORÉ, A., BENOIT, W., 1973. — *Helv. Phys. Acta*, 46, 396.

Manuscrit reçu le 4 février 1975.