

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université Mohamed Khider. Biskra.
Faculté des sciences et science de l'ingénieur
Département de génie mécanique

Mémoire

Présenté pour l'obtention du diplôme de Magistère
en génie mécanique

Option: *Construction Mécanique*

Par :

HELAL Yazid

Thème

*Etude du mouvement des joints de grains lors de la réaction
de recristallisation dans les alliages légers*

Soutenu le : 01 Juillet 2006.

Devant le jury composé de :

- | | | | |
|-------------------|---------|------------|-----------------------|
| - N.MOUMMI | M.C | Président | Université de Biskra. |
| - Z.BOUMERZOUG | Prof | Rapporteur | Université de Biskra. |
| - A.BOUTEFNOUCHET | M.C | Examineur | Université de Annaba. |
| - A.CHALA | M.C | Examineur | Université de Biskra. |
| - S.MESSAOUDI | Dr. M.A | Examineur | Université de Biskra. |

Année universitaire 2005/2006

**Je remercie Dieu le tout
Puissant pour tout.....**

Remerciements

Ce travail représente pour moi une riche expérience d'initiation à la recherche où j'ai pu renforcer mes connaissances et acquérir de nouvelles sur les matériaux. Je tiens donc à remercier tous ceux qui ont contribué à ce bon déroulement.

Je voudrais remercier profondément mon directeur de thèse Mr BOUMERZOUG Zakaria, Professeur et chef de département de métallurgie à l'université de Biskra, d'avoir bien voulu, malgré ses énormes charges pédagogiques et administratives, m'y accueillir, m'encourager dans cette voie parfois difficile qu'est la recherche, me proposer ce thème et me diriger pour sa bonne réalisation.

Mes remerciements aussi à Monsieur Mabrouk HECINI, Maître de conférence à l'université de Biskra, me fait l'honneur d'assurer la présidence du jury de cette thèse.

J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur A.BOUTEFNOUCHET, Maître de conférence à l'université de Annaba, Monsieur A.CHALA, Maître de conférence de département de physique de l'université de Biskra, Monsieur S.MESSAOUDI Docteur à l'université de Biskra qui ont bien voulu accepter de faire partie de jury et examiner mon travail.

J'exprime ma gratitude à l'équipe de recherche de laboratoire métallurgie de l'université de Biskra dirigé par Monsieur le Professeur Z.BOUMERZOUG. Toutes les personnes de laboratoire d'étude des matériaux par diffraction des rayons X à l'université de Jijel, tout les personelles des Hall technologie de département de génie mécanique de l'université de Biskra et principalement Belhi GUERIRA.

Mes sincères remerciements à Hichem BOUKERCHE pour son soutien moral et son aide dans la mise en forme finale de la thèse.

Je remercie aussi toutes mes amis d'études et collègues de travail, Mounir, Tahar, Fayçal, Rachid, Hamma pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Enfin, j'exprime ma grande gratitude auprès de ma mère, mon père, mes frères et mes sœurs et toutes ma famille.

Y.HELAL

SOMMAIRE

Introduction	03
<u>Chapitre I: Les Joints de grains</u>	
I-1.Introduction.....	06
I.2.Les défauts ponctuels.....	06
I.3.Les défauts unidimensionnels.....	07
I.3.1.dislocation coin.....	08
I.3.2.dislocation vis.....	08
I-4.Défauts plans.....	08
I.5.Défauts à trois dimensions.....	08
I-6.joint de grains.....	09
I-6-1.Introduction.....	09
I-6-2.Définition des joints de grains.....	10
I-6-2-1.Définition macroscopique.....	10
I-6-2-2.Définition microscopique	11
I-6-3.Types du joint de grains.....	11
I-6-4.Structure des joints de grains.....	11
I-6-5.Modèle atomistiques des joints de grains.	13
I-6-6.Modèles géométriques.....	17
I-6-7.Propriétés des joints de grains.....	19
<u>Chapitre II: Théorie de la recristallisation</u>	
II-1.Introduction.....	20
II-2.Restauration.....	21
II-2-1.Restauration de la résistivité électrique	22
II-2-2.Restauration des propriétés mécaniques.....	22
II-2-3.Restauration de la microstructure.....	24
II-3.Recristallisation	25
II-3-1.Cinétiques de la recristallisation	26
II-3-2.Facteur affectant la vitesse de recristallisation	27
II.-3-3.Mécanismes de la recristallisation	31
II-3-3-1.Germination.....	31
II-3-3-2.Croissance.....	33
	33

II-3-3-2-1.Croissance des grains.....	36
II-3-3-2-2.Croissance anormale des grains.....	38
II-3-4.Calcul de la taille des grains.....	
Chapitre III: Mouvement des joints de grains.	40
III-1.Introduction.....	40
III-2.Mouvement du joint de grains	40
III-3.Forces motrices et retardatrices du mouvement du joint	44
III-4.Cinétiques de déplacement d'un joint de grains.....	45
III-5.Vitesse de déplacement d'un joint de grains.....	46
III-6.Effet de la présence de particules étrangères.....	50
III-7.Aspect macroscopique de déplacement de joint de grains.....	
Chapitre IV : Matériaux et Méthodes Expérimentales.	52
IV-1.Choix et préparation des échantillons.....	53
IV-2.Traitements thermiques et thermomécaniques.....	54
IV-3.Méthodes d'études	
Chapitre V: Résultats expérimentaux et interprétations	56
V-1.Introduction.....	56
V-2.Mécanisme de la recristallisation du Nickel.....	67
V-3.Mesure de la microdureté du Nickel.....	69
V-4.Mécanisme de recristallisation dans les alliages Al-4.5%Cu.....	77
V-5.Mécanisme de mouvement des joints de grains dans Al-4.5%.Cu.....	84
V-5.Mesure de la microdureté dans l'alliage Al - 4.5%Cu	86
V-6.Evolution de la taille de grain durant la recristallisation.....	91
V-7.Etudes par diffraction des rayons X	91
V-7-1.Cas du Nickel	94
V-7-2.Cas de l'alliage Al-4.5%.Cu.....	96
Conclusion	98
Références Bibliographiques.....	

INTRODUCTION

Introduction:

Les matériaux évoluent de nos jours beaucoup plus vite qu'à tout autre moment de leur histoire. Les pays industrialisés considèrent le développement de matériaux nouveaux ou meilleurs comme une technologie stratégique porteuse, de ce fait, elle est susceptible de stimuler l'innovation dans tous les secteurs techniques, en permettant de concevoir de nouvelles structures.

De tout temps les métaux jouent un rôle significatif dans l'évolution de notre environnement et notre civilisation.

Aujourd'hui les métaux jouent un rôle déterminant dans toutes les mutations technologiques.

L'amélioration des propriétés et des caractéristiques des métaux constituent l'un des grands défis actuels du progrès au point de vue technologique. À cet effet de nombreux programmes de recherche sont en route pour le développement d'un autre matériau plus résistant et plus économique.

Les propriétés de certains matériaux sont directement liées à leur (structure cristalline) microstructure. L'art de la métallurgie consiste donc à maîtriser ces microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété, ce qui est possible par des traitements thermiques ou thermo-mécaniques appropriés qui sont fondés sur les possibilités des transformations structurales. Les métallurgistes sont intéressés de mettre en évidence les changements de structures qui apparaissent dans les alliages métalliques et de mesurer les modifications des propriétés qui en résultent. Parmi les transformations des structures qui se produisent à l'état solide, on distingue la recristallisation qui concerne ce mémoire.

La recristallisation est caractérisée par la formation d'une structure d'un nouveau grain dans un matériau déformé, par formation puis déplacement d'un joint de grains, et dont la force motrice est l'énergie stockée au cours de la déformation.

Dans l'ensemble des étapes du processus de recristallisation et notamment, au cours de la recristallisation primaire, de la croissance normale ou de la croissance anormale, le phénomène de croissance est contrôlé par le mouvement des joints de grains. (Un

joint de grains est un interface qui joint deux grains adjacents ayant une orientation cristallographique différente).

Le mouvement de joint de grain implique un réarrangement local mais progressif, de certains atomes. Il y a une réorganisation atomique au niveau du joint, dans le sens de son déplacement. Le mouvement de joint de grains est équivalent au transfert d'atomes d'un grain à un autre, en transitant par le réseau intergranulaire.

Il est désormais reconnu l'influence de la taille des grains au niveau des propriétés physiques des matériaux. Un grossissement des grains peut affecter de manière non négligeable certaines caractéristiques.

Parmi les objectifs de ce travail de est tyranniser de la taille des grains avec le phénomène de recristallisation. Pour atteindre ce but, nous avons étudié l'effet des déformations et de la température sur le phénomène de recristallisation dans le Nickel et dans l'alliage Al-4.5% mass.Cu.

Etudier et bien expliqué le mouvement de joint de grains dans le cadre de ce mémoire. Notamment le mécanisme de mouvement de joint de grains qui a été observé pour la première fois dans notre laboratoire à laide de la microscopie optique, en utilisant l'attaque thermique qui permet de conserver les traces du joint au cours de son déplacement après chaque recuit.

En plus d'une introduction et d'une conclusion, le mémoire est organisé de la manière suivante :

Une partie bibliographique qui est composée de trois chapitres :

- le premier chapitre, traite des généralités sur les défauts cristallins, et donne un aperçu général sur le joint de grains et résume les différents modèles du joint de grains, ainsi les propriété de joints de grains.
- Le deuxième chapitre, traite la théorie de recristallisation, germination, la croissance des grains et l'effet de particules étrangères sur la croissance des grains.
- Le troisième chapitre sera consacré au mécanisme de mouvement de joint de grains.

Les matériaux et les méthodes d'études, seront présentés dans le quatrième chapitre.

Les résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations font l'objet du chapitre cinq.

Chapitre I :

Les Joints de grains

Chapitre I: Les Joints de grains

I-1.Introduction :

Les propriétés de certains matériaux peuvent être considérablement modifiées par des défauts de structure. Il est donc important de connaître les divers types de défauts qui existent.

Les cristaux réels comportent un grand nombre de défauts. En fait, de nombreuses propriétés des matériaux dépendent largement de la présence de défauts dans les cristaux dont ils sont constitués. Est ces défauts ne sont pas nécessairement désavantageux.

Un défaut est une imperfection ou une irrégularité, de l'ordre du diamètre des atomes, dans la structure cristalline. On classe habituellement les défauts cristallins selon leur géométrie et leur nombre de dimension.

On distingue trois classes de défauts cristallins :

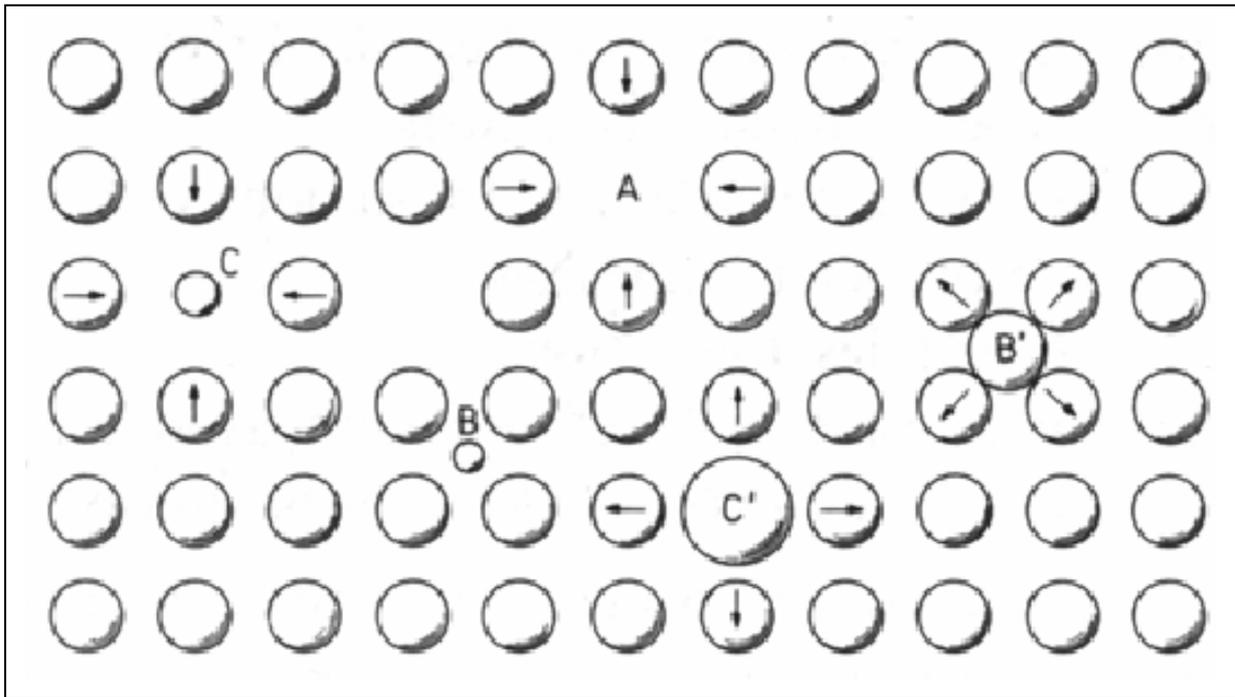
- Les défauts ponctuels (extension spatiale dimension 0 ou 0-d) lacunes, interstitiels, atomes étrangers,
- Les défauts linéaires (1-d) : dislocation, jonction triples entre grains,
- Les défauts bidimensionnels (2-d) : défauts d'empilement, parois de domaines, joint de grains et joint de macles, interfaces et surfaces.

Les défauts à trois dimensions peuvent être considérés comme des agrégats de défauts élémentaires : par exemple une cavité comme un agrégat de lacunes. [1]

I-2.Les défauts ponctuels:

Ces défauts existent au niveau des dimensions atomiques. Ils peuvent résulter de (Fig.I.1)

- d'un atome de la matrice en position interstitielle (auto-interstitielle);
- d'un atome étranger en position interstitielle;
- d'un atome étrange en position substitutionnelle;
- d'un site atomique vacant (lacune)[2].



FigI.1: Défauts ponctuels du réseau cristallin: (A) lacune, (B) atome interstitiel (élément d'alliage), (B') atome auto-interstitiel, (C) atome étranger en substitution. Les flèches indiquent l'interaction du défaut avec son voisinage.

1-3. Les défauts unidimensionnels:

Ces défauts, appelés dislocations, sont l'origine de tous les processus liés à la déformation plastique. Toute ligne de dislocation peut se ramener à deux types : la dislocation coin et la dislocation vis. (Fig.I.2)

1-3-1.Dislocation coin :

Cette dislocation correspond à l'introduction d'un demi plan supplémentaire dans le réseau cristallin, qui donne l'image d'un coin.

Pour définir une dislocation, on utilise la méthode suivante: on choisi un sens positif sur la ligne de dislocation (vecteur unitaire L) et on trace un circuit dans le cristal autour de la dislocation. Ce circuit présente un défaut de fermeture b appelé vecteur de Burgers. Dans le cas de la dislocation -coin, \vec{b} est perpendiculaire à \vec{L}

1-3-2. Dislocation vis

Cette dislocation ne présente pas un demi-plan supplémentaire. Elle doit son nom au fait que le cristal est constitué par une rampe hélicoïdale autour de la ligne de dislocation. Dans le cas de la dislocation vis, \vec{b} est parallèle à \vec{L} .

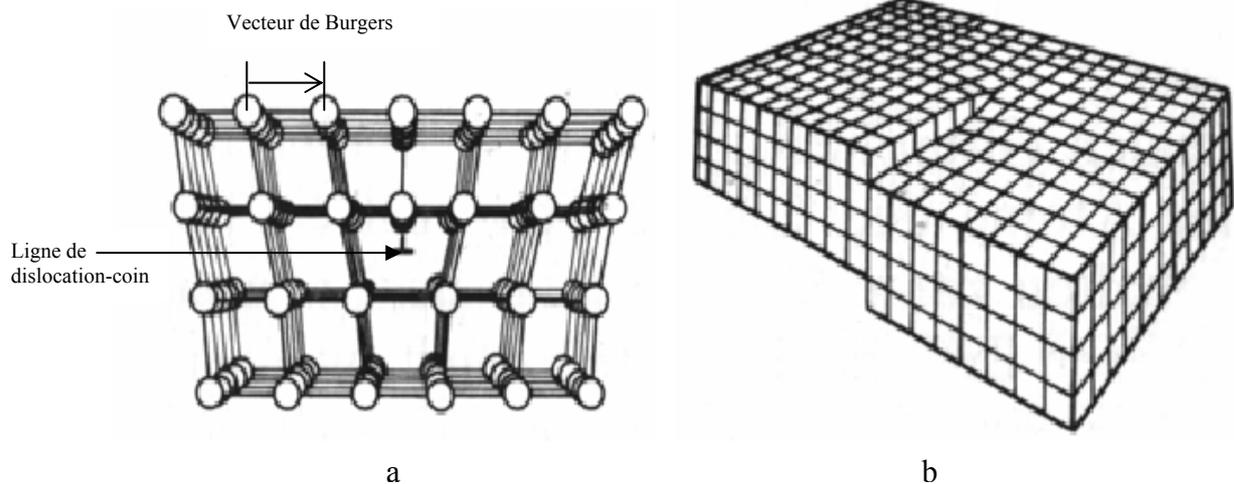


Fig.I.2 : Dislocation –coin (a) et dislocation- vis (b).

1-4. Défauts plans:

En général, les défauts de surfaces sont des frontières à deux dimensions séparant les régions des matériaux qui diffèrent par leur structure ou leur orientation cristallographique. Ces défauts comprennent les surfaces extérieures, les joints de grains, les plans de maillage, les fautes d'empilement, les interfaces de phases et les parois des domaines ferromagnétiques. [2]

1-5 Défauts à trois dimensions :

Il existe, dans tous les matériaux solides, d'autres défauts dont la taille dépasse considérablement celle des défauts mentionnés jusqu'ici. Ces défauts comprennent les pores, les fissures, les inclusions et les précipités. En général, ils sont introduits dans les matériaux au cours des différentes étapes de traitement et fabrication [2].

1-6. Joint de grains:

Notre étude est basée sur le mouvement des joints de grains, c'est pourquoi une théorie bien détaillée était donnée.

1-6-1. Introduction:

En général, les métaux ne sont pas constitués d'un seul cristal de taille macroscopique, mais plutôt d'un grand nombre de cristaux intimement liés les uns aux autres. On appelle ces cristaux des grains et leurs couches de séparation des joints grains. (Fig. 1.3)

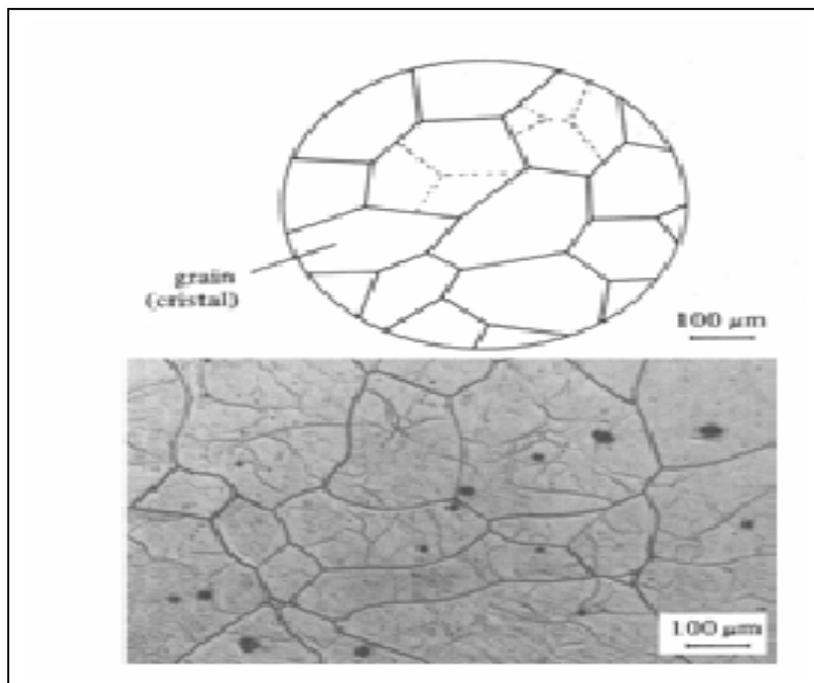


Fig. 1.3: Les joints de grains schématisés (en haut) et leur manifestation réelle (en bas) à l'exemple de fer pur.

Les premières descriptions du joint de grains le considèrent comme une couche relativement fine de matériaux amorphes [3].

Mais à partir de 1930, il fut considéré comme des zones de translations raccordant des cristaux d'orientation différente [4]. Un joint de grains est une surface d'accolement entre deux petits cristaux (ou grains) ayant des orientations cristallographiques différentes. Le solide constitué de deux cristaux séparés par un joint de grains s'appelle un bicristal [5].

Selon la valeur de l'angle de rotation θ entre les grains, on distingue les sous joints de grains ($\text{Si } \theta < 10^\circ$). Ces sous-joints de grains peuvent être décrits en termes de réseaux de dislocation: Réseau de dislocation coin dans le cas de sous-joints de flexion et réseau de dislocation vis dans le cas des sous-joints de torsion [6].

I-6-2- Définition des joints de grains:

I-6-2-1 Définition macroscopique:

A l'échelle macroscopique, pour définir un bicristal il suffit de connaître:

- ❖ Une rotation permettant de passer de l'un des cristaux à l'autre:
 - soit un axe de rotation R [uvw] et un angle de rotation α .
 - soit par triplet d'Euler $((\psi, \theta, \Phi))$ entre les référentiels liés aux deux grains.

Cette rotation est définie par trois paramètres, deux pour les cosinus directeurs de l'axe de rotations et un pour l'angle de rotation.

- ❖ La position de la surface du joint dans l'un des deux cristaux. "le plan du joint" est défini par la normale du plan [hkl] dans l'un des repères. Cette position est définie par deux paramètres indépendants deux cosinus directeurs pour la normale.

La connaissance d'un joint de grains plan demande 5 paramètres (Fig. I.4)

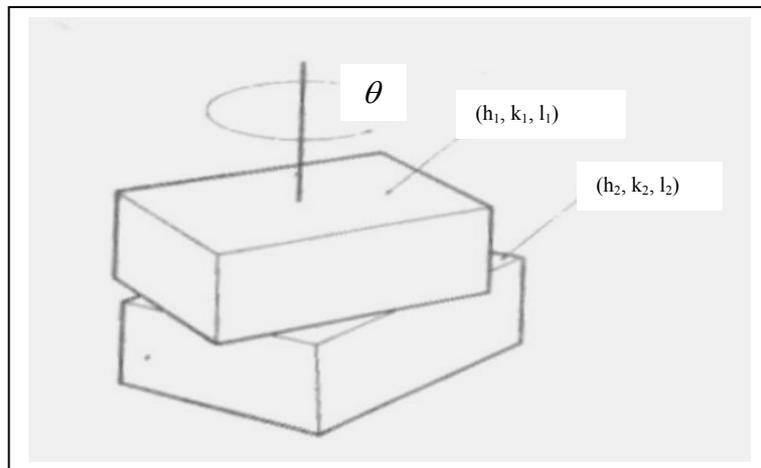


Fig. I.4 : Création d'un joint de grains par désorientation de deux grains autour d'un axe.

I- 6-2-2. Définition microscopique:

A l'échelle microscopique pour définir un bicristal, il faut donner la position de la surface du joint et le mode de raccordement des motifs des cristaux.

La recherche de l'ensemble des transformations qui font correspondre à l'échelle atomique deux cristaux est complexe[5].

I-6-3 Types du joint de grains:

On distingue plusieurs types de joint de grains selon la position de l'axe de relation R par rapport au plan du joint. [7].

.Si le plan de joint contient l'axe de rotation R, il s'agit d'un joint de flexion (Fig.I.5.b).

Dans le cas où le plan est perpendiculaire à l'axe de rotation c'est un joint de torsion (Fig. I.5.a).

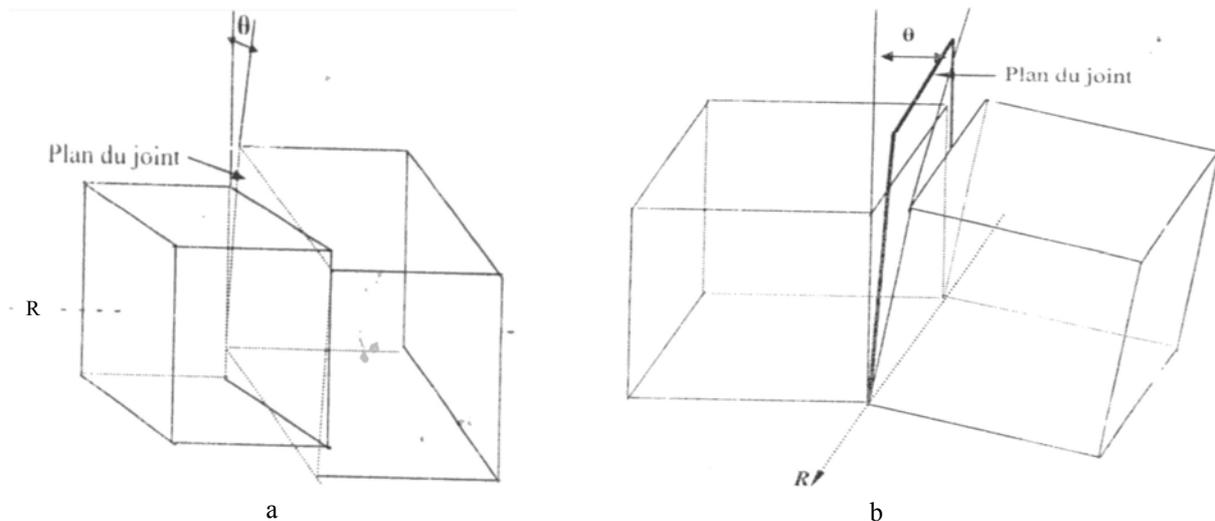


Fig.I.5: a) joint de torsion, b) joint de flexion.

1-6-4-Structure des joints de grains:

Différents modèles analytiques ont été proposés pour décrire les joints de grains de puis celui de Read Shockley (1950) pour les joints de faible angle fondé sur les réseaux de dislocation jusqu'à celui des simulations atomistiques de Wolf et Merklè (1992).

1-6-4-1 Modèles à base de dislocation:

1-6-4-1-1 Joints de grains de flexion symétrique :

L'un des plus simples est le joint de flexion symétrique (Fig.I.6). Le joint est dit de flexion du fait que les deux cristaux adjacents sont reliés par une rotation. Autour d'un axe qui appartient au plan du joint de grains. Le joint est symétrique parce que le plan du joint est un plan de mêmes indices cristallographiques dans les deux cristaux. La figure (I.6) correspond à un tel joint dans un bicristal de matériaux cubiques. Le joint est construit en accolant deux cristaux de mêmes surfaces cristallographiques et tournés de $+$ ou $-\frac{\theta}{2}$ autour d'un axe $\langle 001 \rangle$. Quand les deux surfaces sont accolées les marches deviennent des dislocations coin de vecteur de Burgers b dans la longueur est égale à la hauteur de la marche h . L'accolement des deux cristaux ne nécessite qu'une déformation élastique exception faite à l'aplomb des plans atomiques qui se terminent dans le plan du joint en dislocation coin. Autour de ces dislocations les atomes possèdent moins de voisins que dans la matrice.

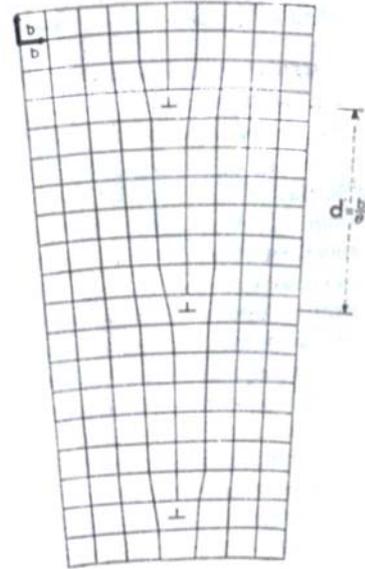


Fig. I.6: Joints de grains de Flexion symétrique

1-6-4-1-2 Joints de grains de torsion:

La structure des joints est fortement modifiée par rapport au joint de flexion quand le plan du joint (Fig. I.6), est tourné de 90° autour d'un axe du plan du joint est perpendiculaire à l'axe de flexion. Le plan du joint est alors normale à l'axe $\langle 100 \rangle$ et le joint est appelé de torsion (Fig. I.7).

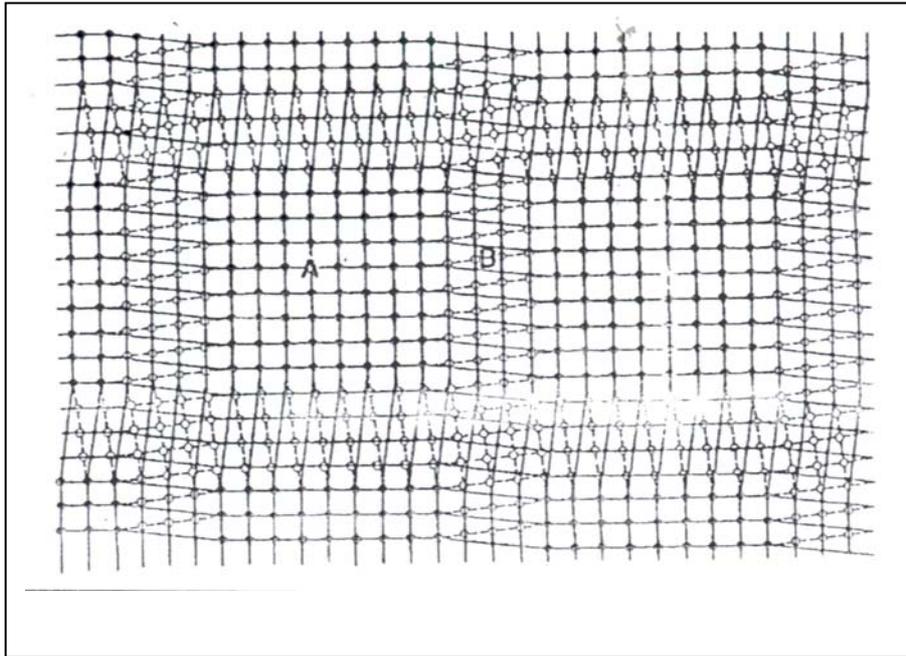


Fig. I.7 : Joint de grain de torsion dans un matériau cubique simple.

1-6-5 Modèle atomistique des joints de grains.

Les modèles atomistiques, quant à eux, tentent de donner la description de la position des atomes au voisinage immédiat de la surface d'accolement entre cristaux.

Un premier modèle très simple a été proposé par Bragg et Nye en 1947, en formant deux réseaux de bulles à la surface d'une solution savonneuse, ces auteurs ont observé la ligne d'accolement de deux réseaux planes. Plus tard, Friedel et al[35] ont calculé l'énergie de bicristaux en considérant que les réseaux sont rigides et en ajustant le nombre d'atomes dans la surface d'accolement pour minimiser l'énergie. Des structures de joint ont été calculées par Goux et al, d'une manière plus élaborée [7].

Donc le principal objectif de la modélisation atomistique est de relier la structure et l'énergie à la désorientation et au plan du joint

I-6-5-1 Aspects énergétiques des joints de grains:

Puisqu'un joint de grain a une structure moins dense que celle du réseau, on s'attend à ce que les atomes qui constituent le plan du joint soient collectivement dans un état d'énergie supérieure à celle d'un plan réticulaire. C'est effectivement ce que montrent les résultats des calculs qui sont effectués par les techniques de simulation diverses qui toutes visent à

minimiser l'enthalpie libre du bicristal dans lequel se trouve le joint. On la suppose bien évident que la structure atomistique du joint puisse être décrite [8].

En admettant que l'on peut décomposer l'énergie d'un bicristal en somme d'interactions de paires, le problème revient à chercher le nombre et la position des atomes près du joint qui minimise l'énergie du système, l'orientation respectivement des réseaux étant fixée.

Dans le calcul de Goux, la méthode consiste à partir d'une configuration géométrique dans laquelle les deux réseaux cristallins sont superposés sans déformation. L'énergie de chaque atome est alors calculée, avec l'hypothèse des forces centrales et en ne tenant compte que de l'interaction entre premiers voisins. L'atome dont l'énergie est la plus élevée est alors éliminé, le bi-cristal est relaxé et son énergie globale est calculée. On élimine ainsi un à un les atomes dont l'énergie est la plus élevée jusqu'à ce que l'énergie globale passe par minimum. La structure obtenue à la dernière opération constitue le modèle du joint en question qui fournit aussi déplacement, contraintes et énergie.

Ces minima correspondent à des positions angulaires de désorientation remarquable, c'est-à-dire à des positions de coïncidence pour les quelles l'ordre atomique dans le joint est élevé. L'énergie de joint est de l'ordre du joule par m^2 .

1-6-5-2 Calcul d'Énergie des joints de grains:

L'énergie moyen des joints peut être déterminée par le recuit de fils de métal ou d'alliage à haute température et la mesure de l'angle dièdre formé à intersection du joint de grains et de la surface (Fig. I.8). Cette étude est appelée technique du gravage thermique. L'angle peut être mesuré par interférométrie optique ou par microscopie électronique à balayage.

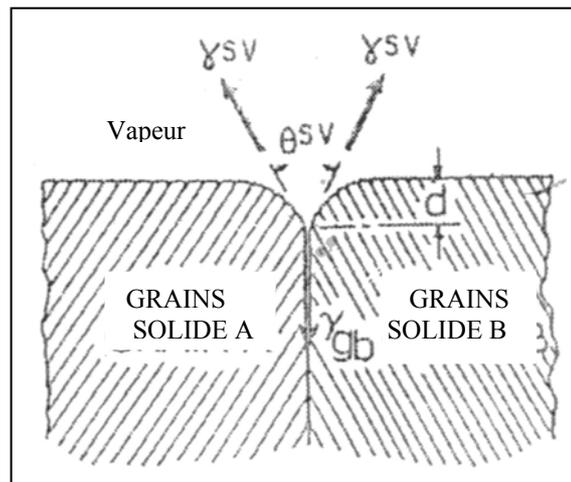


Fig. I.8 : profil de gravage thermique joint surface libres, la profondeur du solide de gravage est d.

Le bilan énergétique au pont triple sur la figure I.8 est :

$$\gamma_{ig} = 2\gamma_{sv} \cos(\theta_{sv} / 2) \quad (I-1)$$

D'où : γ_{ig} : est l'énergie du joint de grains

γ_{sv} : est l'énergie du surfaces solide – vapeur

$(\theta_{sv} / 2)$: est l'angle dièdre du sillon de gravage thermique.

Donc l'énergie de joint de grains est proportionnelle à l'angle de désorientation
($\gamma \approx \theta$)

1-6-5-3 modèles des unités structurales:

Les modèles atomistiques décrivent la zone intergranulaire en termes de configurations physiques d'atomes ou " unités structurales" qui sont distribuées périodiquement ou quasi- périodiquement. Les joints dont les énergies sont les plus basses sont qualifiés de joints favorisés et sont constitués d'une seule catégorie d'unité structurale.

Tout joint peut alors être décrit par une combinaison d'unités structurales associées aux structures des joints favorisés les plus proches [9,10].

La description d'un joint en unités structurales n'est pas unique; pour un joint favorisé deux unités différentes, conduisant à des énergies très voisines, peuvent exister, pour un joint non favorisé. Les descriptions sont nombreuses correspondant aux différentes combinaisons de diverses unités structurales.

Si la structure inter granulaire calculée peut être interprétée en termes de sept unités : polyédriques: tétraèdre, octaèdre, prisme trigonal, prisme trigonal tronqué, antiprisme carré tronqué, antiprisme carré, pyramide pentagonale (Fig. I.9)

Si la structure cristalline est parfaite, seuls le tétraèdre et l'octaèdre peuvent exister dans sa description en unité structurale [11].

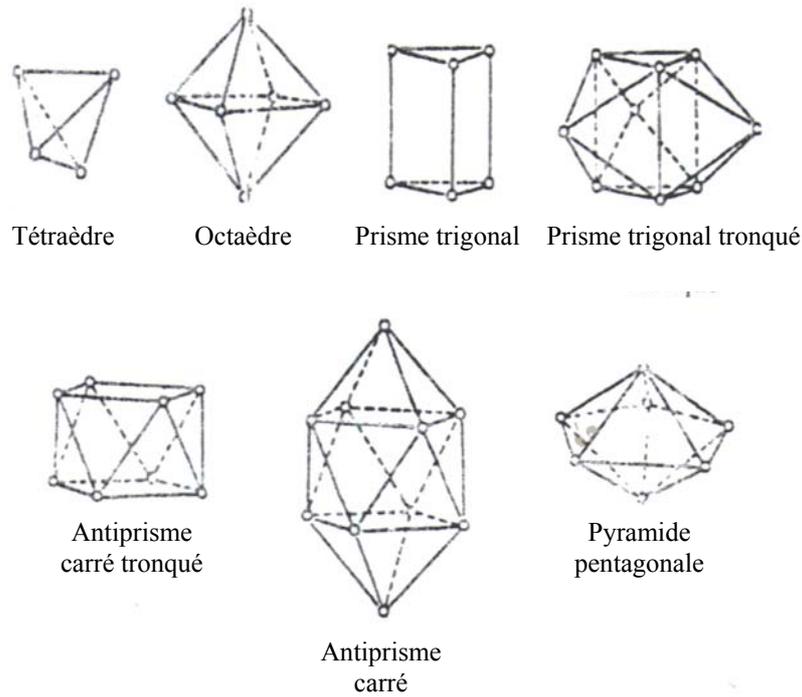


Fig. I.9 : Configuration polyédrique d'atomes ou "unités structurales" trouvées dans les joints de grains.

La figure (I.10) montre une description atomistique des joints qui font apparaître une répétition périodique dans le plan du joint, d'un motif polyédrique plus ou moins simple qui constitue des unités structurales, dont la translation permet de construire le joint lorsqu'il correspond à une position de coïncidence.

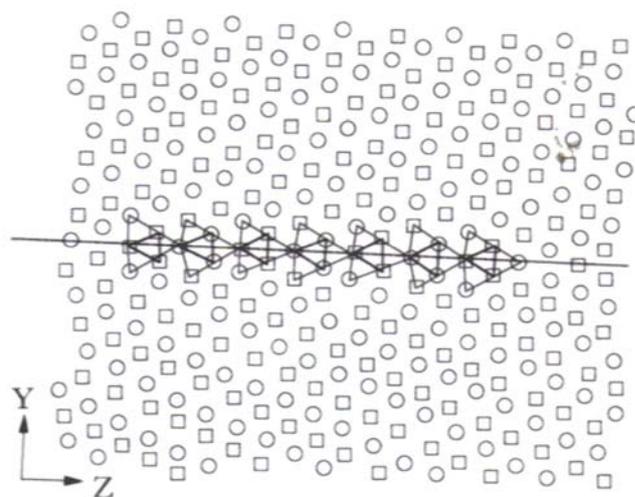


Fig. I.10: Structure atomique d'un joint de flexion $\Sigma 11$, les carrés et les cercles représentent les atomes de deux plans atomiques successifs. [12].

Pour les désorientations intermédiaires entre 2 positions de coïncidence, la description du joint peut se faire par la combinaison des motifs des 2 positions extrêmes selon des séquences du type TTTOTTOTTT si T et O désignent des motifs tétraèdre et octaèdre par exemple décrivant les joints des 2 positions de coïncidence (Fig. I.11) [17].

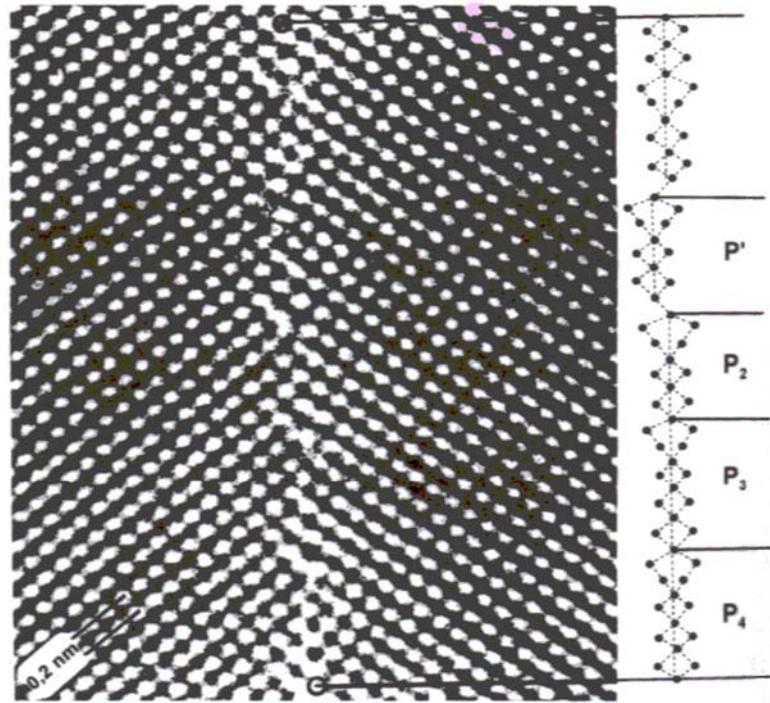


Fig. I.11: Image MET d'un joint de flexion de 14° autour de l'axe [001], à droite trouve le relèvement des positions atomiques au cœur du joint [12].

I-6-6 Modèles géométriques:

Plusieurs types d'approches ont été proposés pour obtenir la structure et l'énergie de ces joints. Aucune n'a été trouvée totalement satisfaisante pour la prédiction et la précision des résultats. Il a fallu attendre le développement des simulations numériques pour obtenir suffisamment de résultats qui expliquent les propriétés des joints à grand angle de manière physique simple.

Il n'empêche qu'il reste nécessaire d'exposer le modèle géométrique des joints de grains fondé sur trois réseaux, O, CSL et DSC.

I-6-6-1 Réseau "O"

Soient deux réseaux cristallins 1 et 2 désorientés et interpénétrés, il existe un ensemble de points de l'espace tel que : les coordonnées internes d'un point de l'ensemble dans une maille du réseau 1 sont identiques à celles dans une maille du réseau 2. Cet ensemble de points constitue le réseau Ode Bollmann.

I-6-6-2 Réseau de coïncidence

Pour certaines valeurs bien définies de l'angle de rotation θ des superpositions atomiques apparaissent entre les deux cristaux. Sur les sites aux 2 cristaux on peut construire un réseau appelé "réseau de coïncidence" (en anglais CSL: coincidence site lattice), on observe que la densité de coïncidence varie avec la valeur de l'angle de rotation.

Le réseau CSL est caractérisé par Σ qui est un nombre entier impair. Il est égal à l'inverse de la densité des sites en coïncidence où le rapport du volume de la maille du réseau de référence à celui de la maille du réseau de coïncidence [8].

I-6-6-3 Réseaux (D.S.C) (Displacement Sift complete).

Sa maille est d'autant plus petite que la fraction de sites de coïncidence est faible (Σ est élevée). Dans ce nouveau réseau, tout vecteur joignant un site d'un réseau, à un site de l'autre en position de coïncidence avec le premier, est un vecteur du réseau DSC. [8].

Ce réseau définit donc tous les vecteurs de déplacement pour passer du cristal A au cristal B en conservant la structure du motif. Ses vecteurs deviennent extrêmement petits lorsque Σ augmente et inversement [13]. (figure I.12)

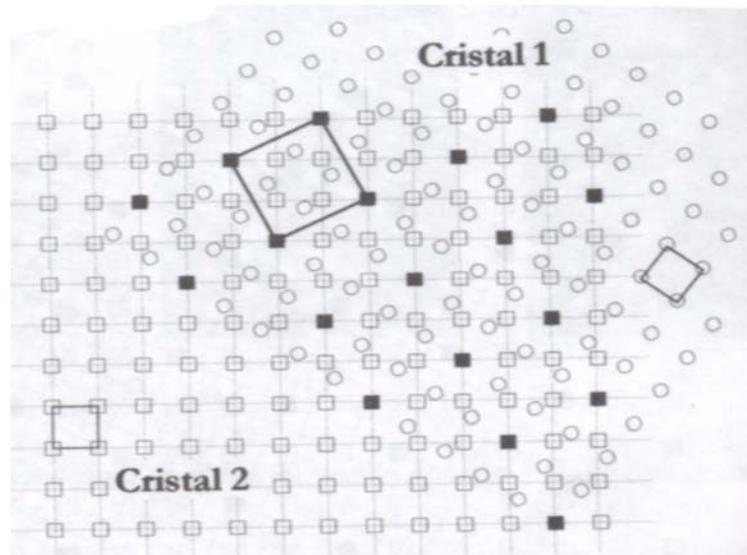


Fig. I.12: Joint de flexion $\Sigma 5$, les carrés noirs représente les atomes en position de coïncidence après la rotation θ , la maille de réseaux CSL "traits forts" contient 5 atomes alors que celle du réseau initiale (très fin) en contient 1.

I-6-7 Propriétés des joints de grains:

- ▶ Les joints de grains peuvent jouer le rôle de sources et de puits de défauts ponctuels. (Lacunes, dislocation,...).
- ▶ Au cours d'une trempe ; les lacunes s'éliminent beaucoup plus vite au voisinage des joints qu'à l'intérieur des grains.
- ▶ Au cours de la déformation plastique les joints de grains constitueront des obstacles à la propagation des glissements.
- ▶ Les joints de grains peuvent migrer, de façon à épouser une configuration plus voisine de l'équilibre. Cette migration s'effectue par la diffusion, qui permet le réarrangement des atomes de part et d'autre du joint.
- ▶ Les atomes d'impureté peuvent se ségréger aux joints de grains, tout comme aux surfaces, ce qui a pour effet d'abaisser l'énergie inter faciale. Cette ségrégation est la cause de phénomène de fragilité inter granulaire et de corrosion intergranulaire.
- ▶ Les joints de grains constituent des sites de germination au cours des processus de précipitation:
 - Soit que les atomes étrangers sont ségrévés.
 - Soit que la région du joint accomode plus facilement l'énergie de surface et de distorsion élastique du germe de la nouvelle phase [4].

Chapitre II :

Théorie de la recristallisation

Chapitre II: Théorie de la recristallisation

II-1- Introduction :

Après déformation plastique le métal est écroui. Sa microstructure a été modifiée ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques ont été altérées une certaine quantité a été emmagasinée. Le métal peut être utilisé dans cet état en fonction des propriétés désirées: par exemple très grande dureté [14].

L'élévation de température provoque un retour aux propriétés à la structure d'un état plus stable [1].

Donc une restauration de ses propriétés au sens strict. Cependant le vocabulaire des métallurgistes distingua:

- la restauration proprement dite (recovery) par opposition.
- La recristallisation (recrystallization).

Comme son nom l'indique la recristallisation induite par la formation de nouveaux grains alors qu'au court de la restauration les joints de grains de forte désorientation sont pratiquement immobiles. On distingue encore.

- La recristallisation stricto –sensu, ou recristallisation primaire : de nouveaux grains croissent aux dépens de la structures écrouie ;
- La croissance normale des grains, continuation du processus de recristallisation primaire lors que tout métal écroui a été consommée;
- La croissance anormale (on exagérés) ou recristallisation secondaire au cours de laquelle un petit nombre de grains croissent au dépens des autres (déjà recristallisés).

On observe parfois une autre forme de recristallisation : les joint de grains de la microstructure originale migrent en laissant dans leur sillage de grains sans changement d'orientation.

Dans ces deux derniers stades, l'énergie motrice est l'énergie interrassiale des joints de grains elle est faible par rapport à l'énergie motrice de recristallisation primaire qui est l'énergie emmagasiné par l'écrouissage (énergie totale des dislocations).

Une partie de celle-ci, l'énergie élastique d'interaction entre dislocation, qui est la source des contraintes internes fournit l'énergie motrice par la restauration qui se traduit par un réarrangement des dislocations [1].

Dans cette étude on va analyser successivement chaque un de ces phénomènes.

II-2 Restauration :

Au cours de la restauration, il n'y a pas la création de nouveaux grains, mais seulement réduction du nombre de défauts atomiques lacunes et dislocation essentiellement et réarrangement de ceux-ci suivant une nouvelle figuration [16] (Fig. II.1)

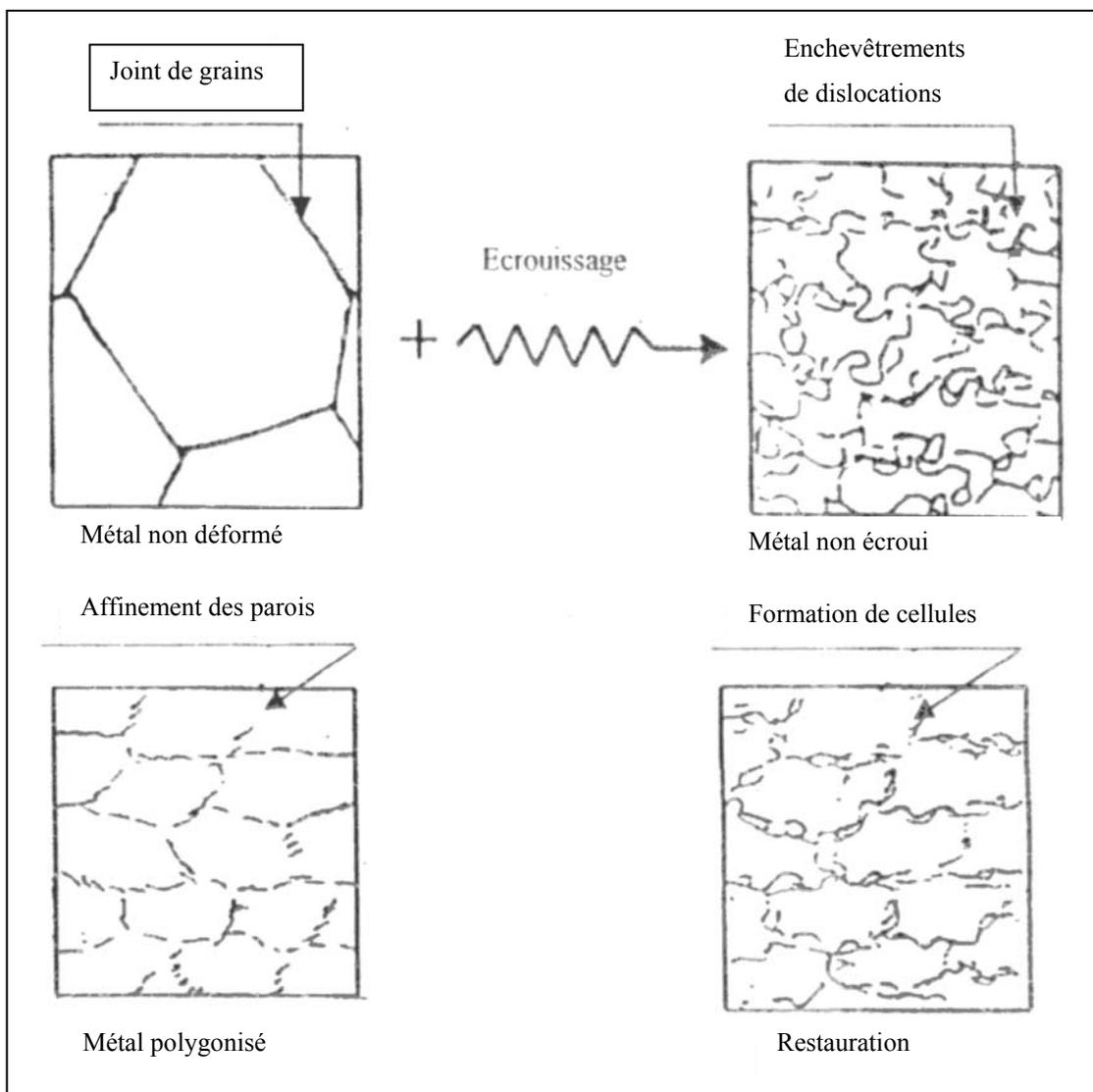


Fig II.1: évolution de la microstructure après déformation et restauration.

Après écrouissages les enchevêtrements des dislocations forment des parois relativement planes

II-2-1 Restauration de la résistivité électrique :

Au cours d'un chauffage à partir d'une température assez basse (température inférieure ou égale à la température ordinaire), il est possible d'observer la migration des défauts ponctuels. Elle donne lieu à un ou plusieurs stades de diminution de la résistivité électrique (Fig. II.2) .

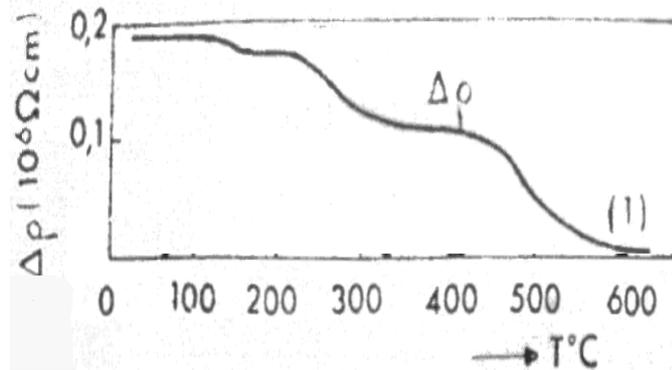


Fig. II.2: restauration du nickel (pureté 99.95 %) au cours d'un chauffage à 6K/mn après une déformation par compression de 70% (mesures de M.Clarebrough).

II-2-2 Restauration des propriétés mécaniques :

La manière la plus simple pour suivre cette évolution est la mesure de la dureté. Elle permet de délimiter l'intervalle de température où se produit la restauration. La restauration des propriétés mécaniques ne commence donc à se manifester qu'à partir d'une température relativement élevée (Fig. II.3) .

Comme précédemment, il faut distinguer :

- Les métaux à forte énergie de défaut d'empilement: un réarrangement des dislocations par glissement et la montée des dislocations est facile. Un stade de restauration s'observe bien avant la recristallisation. C'est le cas du fer α ou de l'aluminium (Fig. II.3).
- Les métaux à faible ou moyenne énergie de défaut d'empilement: du fait de leur dissociation, la montée des dislocations est difficile. C'est la recristallisation qui va conditionner l'évolution des propriétés mécaniques, cas de nombreux alliages de métaux tels que le cuivre.

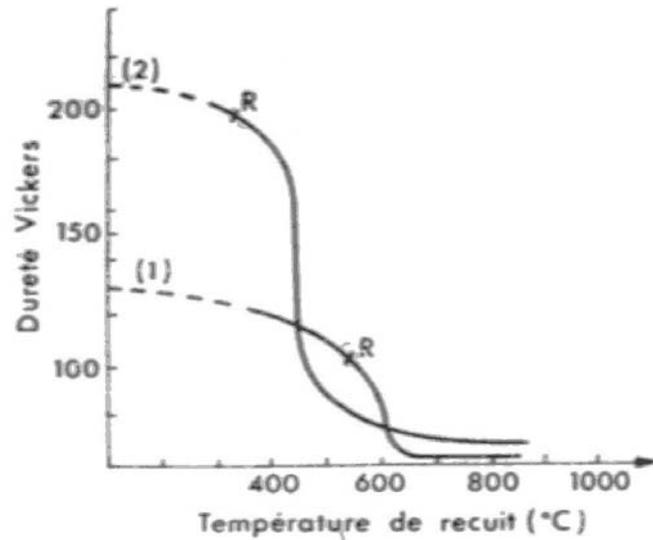


Fig. II.3: Restauration et recristallisation du fer après une compression avec une réduction d'épaisseur de 20% (1) et de (90 %) (2). R= indique le début de recristallisation.

Il faut noter que la cinétique de la restauration est tout à fait caractéristique et différente de celle de la recristallisation. La vitesse de la restauration croît avec la température de recuit (Fig. II.4).

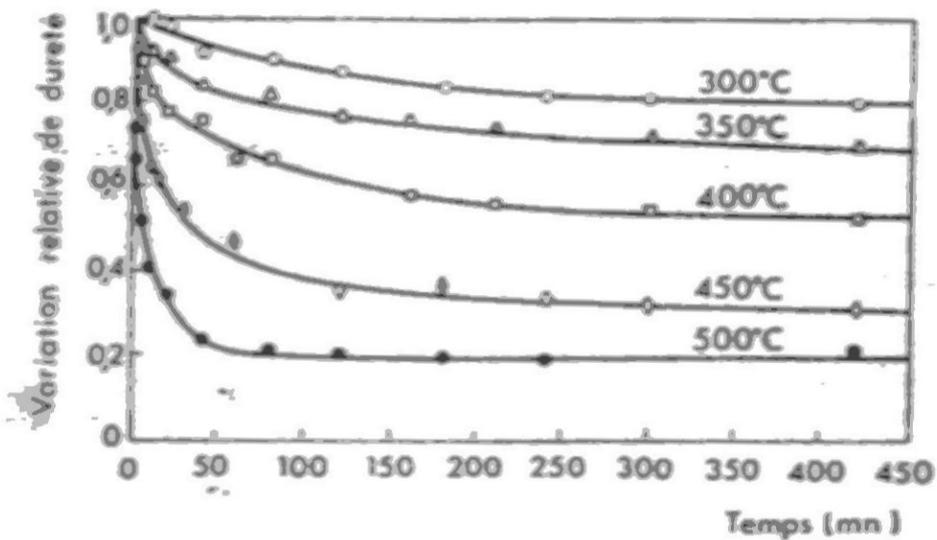


Fig. II.4: Cinétique de restauration du Fer d'après Leslie et al (1963) [14].

II-2-3 Restauration de la micro structure :

Lorsqu'on chauffe un métal après l'avoir déformé les défauts ponctuels (lacunes et atome interstitiel) engendrés par l'écroutissage disparaissent rapidement, la seule conséquence importante de cette diminution des défauts ponctuels est une baisse de la résistivité, car c'est une propriété sensible à la présence de tel défaut. Ensuite, il se produit une nouvelle répartition des dislocations en réseau dont l'énergie est plus faible sans toutefois que leur densité diminue de façon notable. Ce réarrangement des dislocations est dû à une diminution de l'énergie totale du système sous l'effet de la température, les dislocations s'éloignent, les configurations plus stables, dont l'énergie totale est moindre. Ces nouveaux réseaux de dislocations forment les parois de cellules polygonales; de là vient le nom de ce processus polygonisation. La figure (II.5) illustre schématiquement la polygonisation d'un cristal déformé par flexion.

Au cours de la restauration les dislocations s'alignent pour former des joints de flexion, ce qui fait que les zones du cristal bordées par ces joints sont libres de dislocation. Un tel traitement de restauration, appliqué en vue d'éliminer les contraintes résiduelles introduites dans une pièce par des opérations intérieures (mise en forme...etc.), s'appelle un recuit de détente.

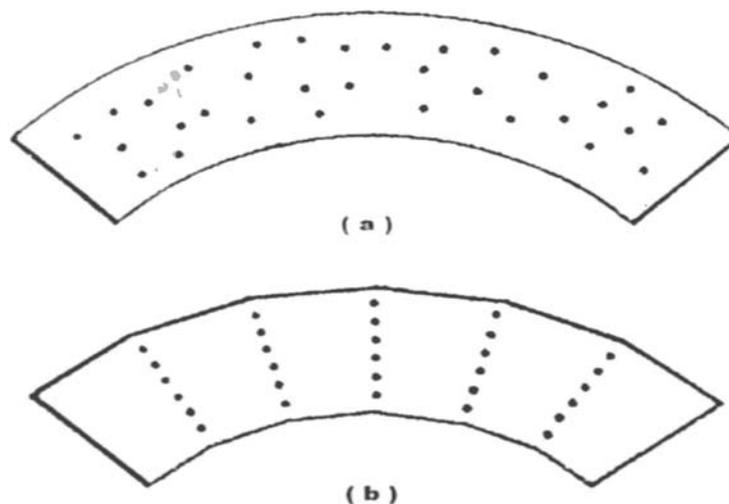


Fig. II.5 : polygonisation d'un cristal déformé par flexion (les dislocations sont représentées par des points). Après flexion, les dislocations sont réparties au hasard, (a) : après la polygonisation, elles forment des sous joints [1].

II-3- Recristallisation :

Même après la restauration, l'énergie de déformation des grains demeure relativement élevée. La recristallisation désigne la constitution d'un nouvel ensemble des grains non déformés et équiaxes (dont les dimensions sont approximativement égales dans toutes les directions), qui possèdent une faible densité de dislocation et caractérisent l'état intérieur à l'écroutissage.

Les nouveaux grains prennent la forme de très petits germes et croissent jusqu'à ce qu'ils remplacent complètement le matériau parent, selon des processus de diffusion à courte distance. Les figures (II.6) illustrent quelques étapes de la recristallisation [20].

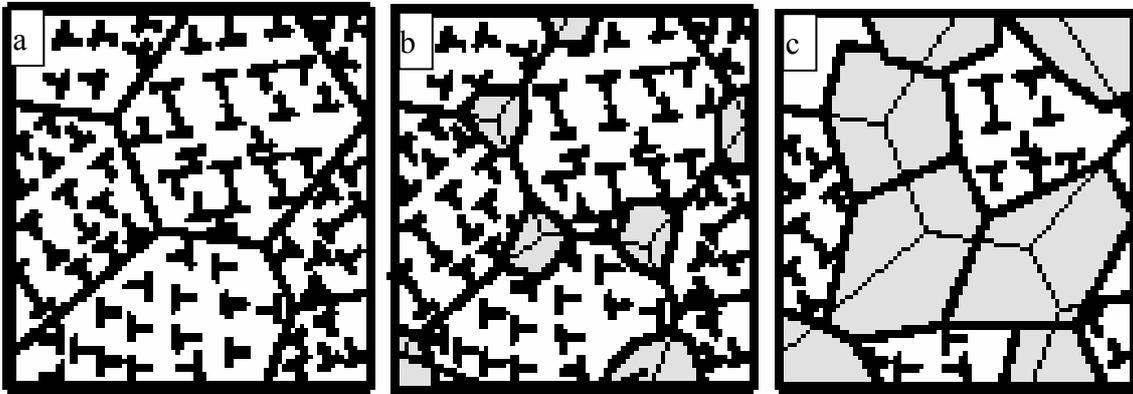


Fig. II.6: Représentation schématique de recristallisation: Métal écroui (a), Formation de nouveaux grains (b), après recristallisation, germination et croissance de nouveaux grains (c).[15].

Après la recristallisation, les nouveaux grains sont équiaxes et en général orientés au hasard, ce qui donne une structure plus isotrope que celle obtenue après une déformation: donc la recristallisation procède par germination et croissance.

De plus, les propriétés mécaniques modifiées reprennent, en cours de recristallisation leur valeur intérieure à l'écroutissage, ce qui signifie que le métal devient plus doux, moins résistant et plus ductile [16]. La Fig. (II.7) qui contient un graphique représente la résistance à la traction et la ductilité (la température ambiante) d'une structure écrouie en fonction de la température de recuit et le temps, on montre bien le rôle que joue la température [16], elle donne également un aperçu de la structure des grains à différentes étapes du processus.

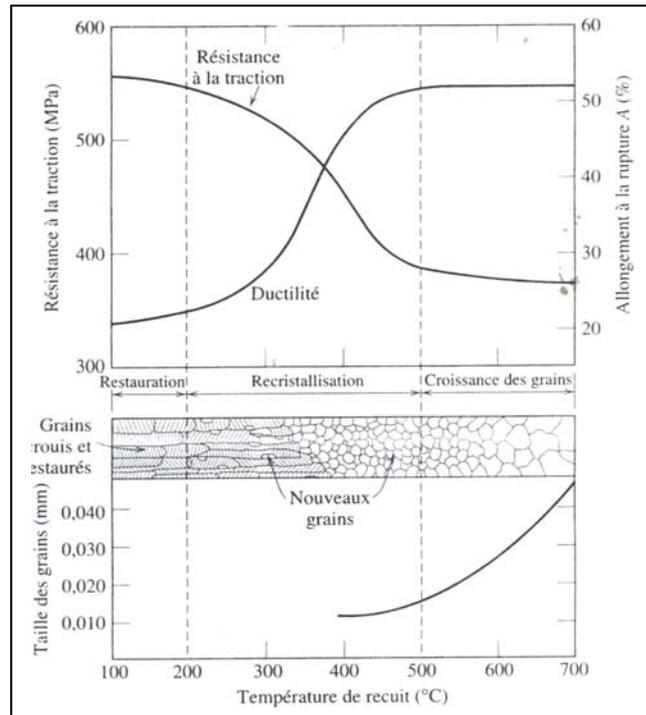


Fig.11.7: incidence de la température du recuit sur la résistance à la traction et la ductilité d'un laiton.

II-3-1 Cinétiques de la recristallisation :

En 1952, BURKE et TURNBULL ont résumé toutes les informations qui concernent la recristallisation dans huit lois[17] :

- Première loi : une déformation (déformation critique) est nécessaire pour initier une recristallisation (Fig. II.8).
- Seconde loi : pour une faible déformation, il faut une température élevée de recuit pour initier la recristallisation.
- Troisième loi: le prolongement de temps de recuit diminue la température pour l'initiation de la recristallisation.
- Quatrième loi: la dimension des grains dépend du degré de déformation.
- Cinquième loi: plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température de temps donné est élevée (Fig. II.8).
- Sixième loi: les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- Septième loi: à une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croît et passe au maximum (Fig. II.9).

- Huitième loi: la continuité de recuit, après la première recristallisation provoque la croissance de la taille des grains.

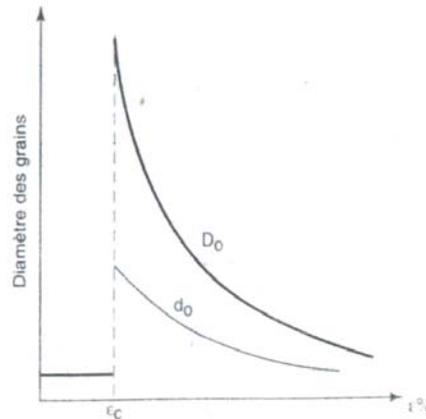


Fig. II.8: écouissage critique, diamètre des grains en fonction du taux de déformation pour deux tailles de grains initiales $d_0 < D_0$ [14] .

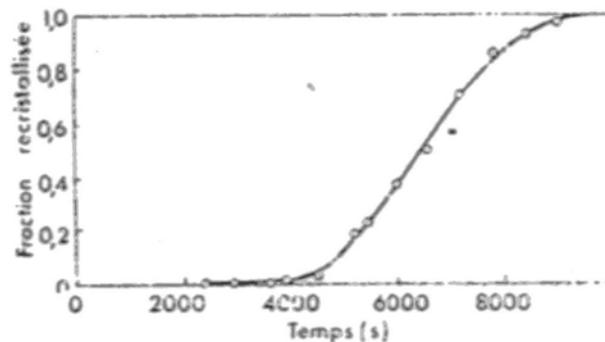


Fig. II-9 : cinétique de recristallisation de l'Aluminium à 350 °C, après une déformation par traction 50%[18] .

II-3-2 Facteur affectant la vitesse de recristallisation:

a- Le taux de déformation

Le taux, et dans certaine mesure le mode de déformation, affectent la vitesse de recristallisation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre de germes effectifs. Par ailleurs Humphreys et Hatherly[19] ont montré que les sites de germination pouvaient être en fonction du taux de déformation. Au dessous d'une déformation minimale 1-5 %, la recristallisation n'aura pas lieu. Au dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale, atteinte pour des déformation rationnelles de 2-4. L'effet du déformation par

traction sur la cinétique de recristallisation d'aluminium est représenté sur la (Fig. II.10) [20].

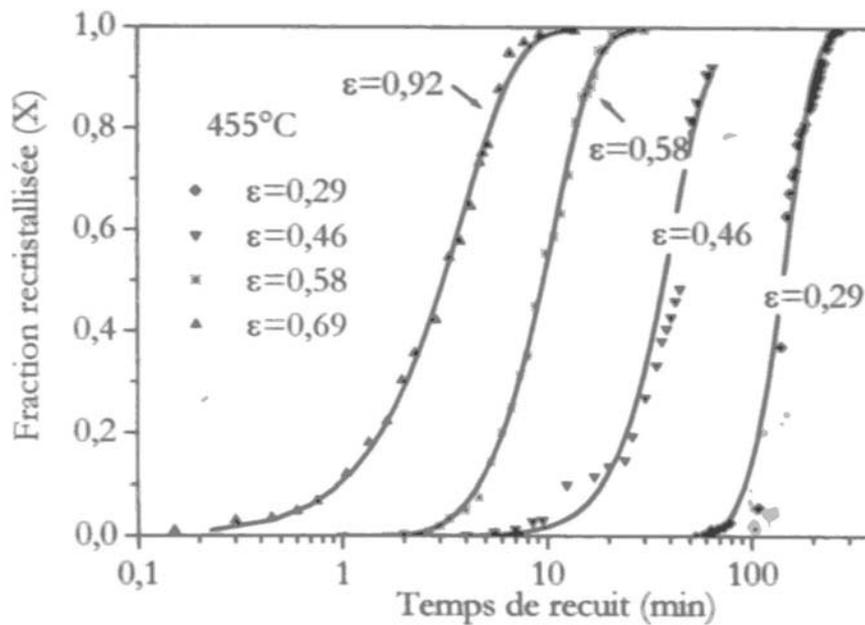


Fig. II.10: Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation sur la cinétique de recristallisation de l'aluminium recuit 350^o c.

b) Impuretés:

L'effet habituel des solutés est de retarder la recristallisation. Le tableau 1 montre l'effet de la pureté sur la température de recristallisation de divers métaux après un laminage important [20].

Métal	Température de recristallisation (°C)	
	Pureté commerciale	Purifié par zone fondue
Aluminium	200	-50
Cuivre	180	80
Fer	480	300
Nickel	600	300
Zirconium	450	170

Tableau II-1 : Effet de la pureté sur la température de recristallisation 44.

L'effet quantitatif d'un soluté sur la recristallisation dépend de la nature du couple solvant /soluté. Le fer dans l'aluminium constitue un bon exemple de soluté très actif sur la recristallisation. La figure (II-11)[20] montre comment de très petites concentrations de fer

en solution solide dans l'aluminium de haute pureté peuvent augmenter la température de recristallisation de plus 100°C[20].

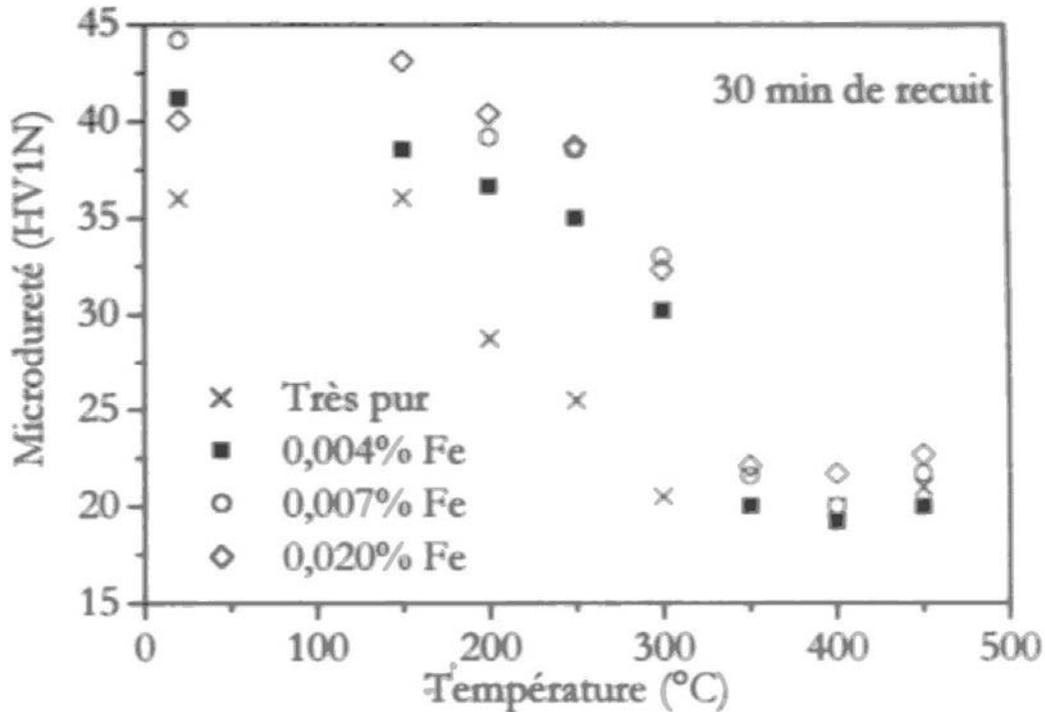


Fig. II-11: effet de traces de fer en solution solide sur de l'aluminium déformé à 80% par laminage.

c) Orientation des grains :

L'orientation cristalline des grains a une influence sur la vitesse de déplacement du joint. Les résultats expérimentaux obtenus notamment par Aust et Rutter [22] montrent que les joints de coïncidence élevée ont une plus forte mobilité que les joints fortement désorientés dans les métaux de pureté ordinaire. Toutefois, cet effet ne s'observe pas dans les métaux purs. Les auteurs interprètent ce phénomène par la ségrégation qui s'opère au joint dans les métaux de pureté ordinaire et qui conduit à un effet de traînage; or, les joints de coïncidence sont beaucoup moins affectés par la ségrégation et se comportent comme les joints dans un métal pur. La migration d'un joint de grain est donc au moins aussi sensible à son aptitude à "accueillir" des impuretés qu'à son degré de désorientation.

d) Paramètre du recuit:

❖ *Température du recuit.*

Comme on peut le voir sur la figure (II.12), [20] la température de recuit a un effet fort sur la cinétique de recristallisation.

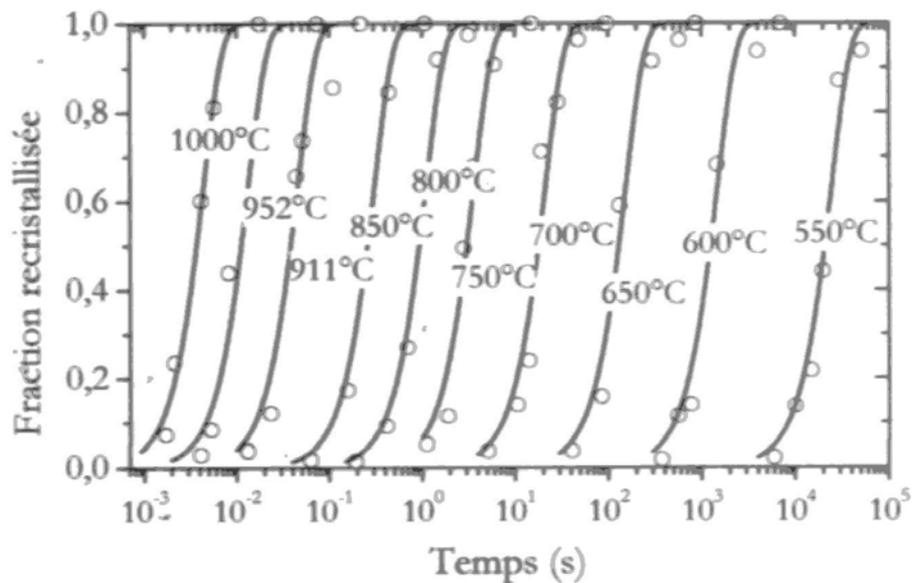


Fig. II.12 : Effet de la température sur la cinétique de recuit de fer 3.5%Si déformé à 60%.

❖ *Vitesse de chauffage:*

La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration qui se produit avant la recristallisation et donc la part non restaurée de défauts peut contribuer à promouvoir le recuit de la recristallisation en augmentant sa force motrice.

Un tel effet est prévisible si l'énergie d'activation de la recristallisation est supérieure à celle de la restauration, cependant, il y a peu de raison pour qu'il en soit ainsi dans les alliages monophasés, pourtant, de nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et donc aboutit à une taille de grain plus petite dans les alliages Al-Li et dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu-Si[20]. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et aux particules de phase secondaire dans le retard à la restauration.

II-3-3 Mécanismes de la recristallisation :

Pour analyser la cinétique de la recristallisation, on a l'habitude de distinguer un stade de germination suivi d'un stade de croissance, ce qui conduit à écrire la vitesse de recristallisation (fraction volumique recristallisée par unité de temps) sous la forme [14].

$$\frac{dv}{dt} = \dot{N} \times G \quad (\text{II-1})$$

\dot{N} : nombre de nouveaux germes par unité de temps.

G : vitesse de croissance volumique.

Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation ne suit pas une fonction simple. Cependant on exprime souvent la fraction volumique recristallisée sous la forme suivante: [23]

$$X_v = 1 - \exp. (Bt^k) \quad (\text{II-2})$$

Où : X_v : la fraction volumique recristallisée.

t : temps.

B et k des constantes.

Les valeurs de k ont entre 1 et 2, B un facteur qui dépend de la température. Mais par expérimentation on cherche à étudier et mesurer séparément les deux termes de germination et croissance [14].

II-3-3-1 Germination :

Chaque théorie de la germination doit tenir compte des généralités expérimentales suivantes :

- les germes se forment préférentiellement dans les régions où il y a un degré de déformation élevé, comme, les joints de grains, les bandes de déformation, inclusion, les joints de macles et les surfaces libres.

- la vitesse de germination croît avec la croissance de la déformation, au dessus de la déformation critique.

- L'orientation des germes est une connexion statique avec les orientations des régions déformées où ils se forment [21]

a) Les mécanismes possibles de formation des germes :

1- Les germes peuvent se former par une germination classique (c'est à dire fluctuation dans la position d'un groupe d'atomes d'une façon basée sur le hasard). Cette région d'après Burke et Turnbull est de quelques unités d'Angstrom de diamètre.

2- Les germes peuvent se former par le processus de croissance cellulaire. Ce mécanisme est basé sur le concept suivant:

Un sou – grains (cellule) croît dans une structure cellulaire restaurée.

3 – les germes peuvent se former par le processus de migration du joint induite par déformation, ce concept est introduit par Beck et Sperry en 1954, comme le montre les modes suivants : [22]

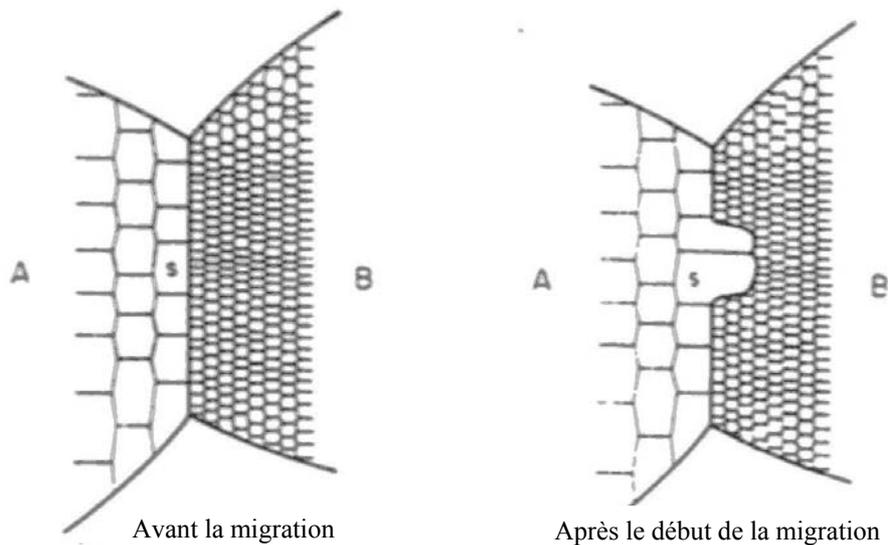


Fig. II.13 : Modèle de Beck1954, Germe B : de haut concentration en dislocation.

II-3-3-2 Croissances :

La taille critique étant les atteinte germes croissent dans la matrice, sous l'action de la force motrice créée par l'énergie de distorsion élastique emmagasinée (sou la forme de dislocation).

La vitesse de migration des parois est mesurable par microscopie optique, il est même possible de produire des germes dans une région déterminée afin de suivre plus commodément leur croissance .La vitesse de migration dépend :

- de la température
- de la désorientation du grain recristallisé par rapport à la matrice.
- de la pureté du métal [4]

II-3-3-2 -1 Croissance des grains :

Cette croissance se produit spontanément lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale. La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal n'est pas dans son état le plus stable [fig.II.13].

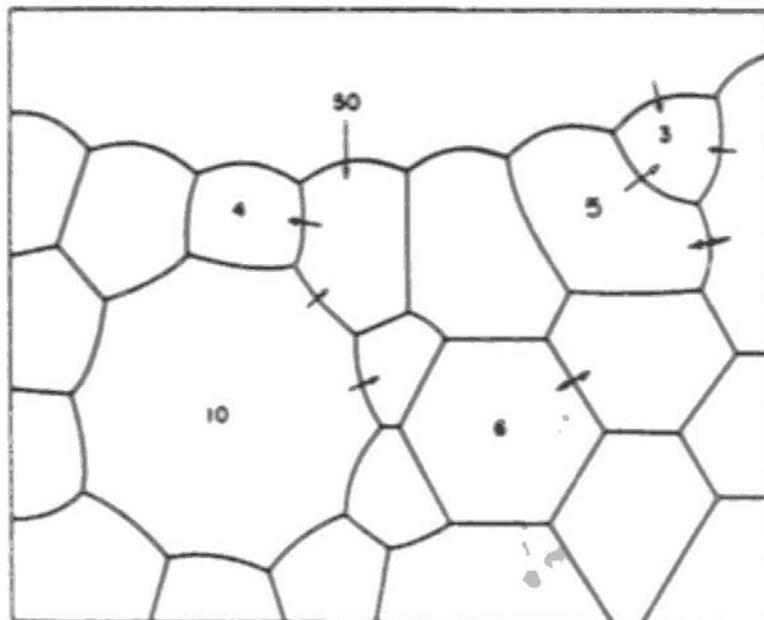


Fig. II.13 : Modèle sert à expliquer l'instabilité des structures de grains.

Le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joint de grains. La force motrice est alors l'énergie interfaciale des joints. Elle est environ 100 fois plus faible que dans le cas de la recristallisation primaire tout se passe comme dans une assemblée de bulles de savon où les grosses mangent les petites, la force motrice étant due à la pression interne de gaz [4]

Au cours de la croissance du grain, la force motrice pour la migration du joint de grains est dans la réduction de l'aire totale du joint de grains. Cette force dépend des conditions expérimentales et elle est de l'ordre de 10^2 à 10^5 [23].

Pour comprendre le mécanisme de croissance des grains considérons, le mode géométrique souvent: supposons un model simplifié de grains en deux dimensions et que l'énergie interfaciale ne soit pas sensible à la désorientation. L'équilibre statique (l'équilibre des tensions inter-facial) est réalisé pour des cristaux de forme hexagonale. Tel qu'aux points triples les joints font eux des angles de 120° , de façon à équilibrer les trois forces inter-faciales (Fig. II.14).

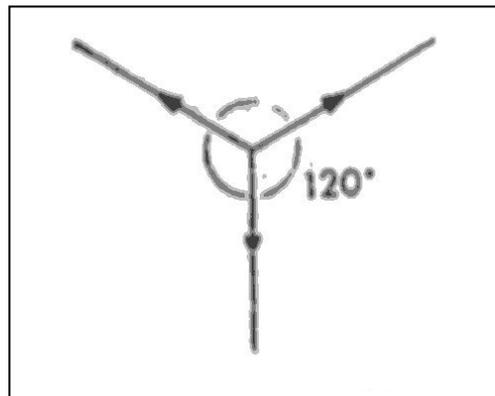


Fig. II.14 : Equilibre des tension inter faciales des trios grains [4].

Après recristallisation primaire, le métal est constitué de grains polyédriques (polygonaux par observation sur une section métallurgique) de taille et de forme variées. Aux points triples la tendance à former des angles de 120° entraîne une courbure locale des joints (Fig. II.15.b) par rapport à l'état initial (Fig. II.15.a), ce qui accroît leur longueur pour réduire l'énergie interface, les joints doivent migrer de façon à réduire leur longueur comme l'indiquent les flèches sur la (Fig. II.15.b).

Restauration et recristallisation

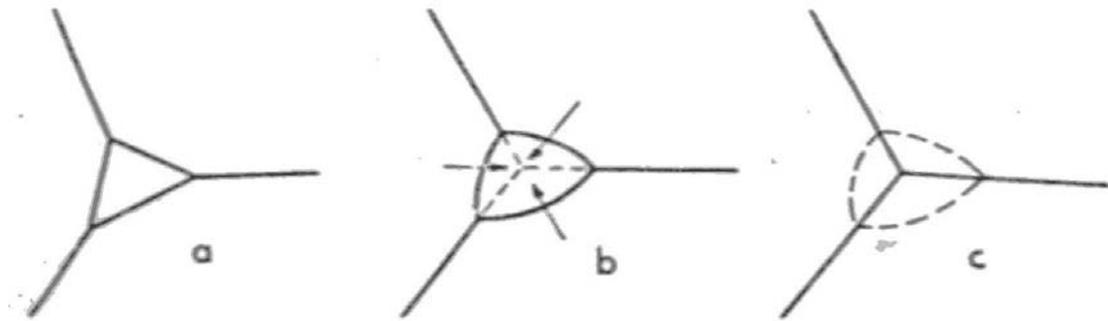


Fig. II.15 : Mécanisme de la croissance des grains. [4].

Soit N le nombre de sommets d'un polygone, égal au nombre de grains de même taille. D'après la règle dite 6-N, due à Mullins [24], La vitesse d'évolution de l'aire A de ce grain polygonal est donnée par :

$$\frac{dA}{dt} = K_N(N - 6) \quad (\text{II-3})$$

Quelques soient la taille et la forme de grains voisins. Ce mécanisme mène à la disparition des grains ayant moins de six cotés et au développement de ceux qui ont plus de six cotés. Notons que le mouvement des joints se produit dans la direction de leur centre de courbure. Les petits grains disparaissent et les plus gros grains se forment [15]. Le défaut de ce modèle réside bien évidemment dans le fait d'être plan et purement géométrique. Le polycristal est en fait un assemblage de grains tridimensionnel par des polyèdres. En réalité, l'assemblage est fait de polyèdres irréguliers, le nombre de faces 14 n'expriment qu'une valeur moyenne.

Restons-en au modèle bidimensionnel. Il prévoit une loi de croissance du diamètre du moyen D en racine du temps de recuit t [25].

$$D - D_0 = A \sqrt{t} \quad (\text{II-4})$$

Avec D_0 : Diamètre initial du grains (à $t=0$).

A : constante

L'équation (II-4) est confirmée expérimentalement, pour un nombre important de métaux purs et alliages, généralement, la relation de Hillert [26] s'écrit:

$$D^n - D_0^n = B.t \quad (\text{II-5})$$

Avec B: une constante du temps qui dépend de l'énergie du joint de grains et de son mobilité, qui sont indépendantes du temps t.

Dans les métaux CFC de faible énergie de défaut d'empilement (cuivre et ses alliages, aciers inoxydables austénitiques). Il apparaît de nombreuses macles dites macles de recuit. Sur une coupe métallurgique elles apparaissent sous la forme de lamelles qui peuvent traverser tout le grain (Fig. II.16). Elles sont limitées par des joints cohérents qui coïncident avec le plan de macle. Cependant les décrochements sur ces faces incohérentes. Leur origine s'explique par la faible mobilité relative des joints de macle [15].

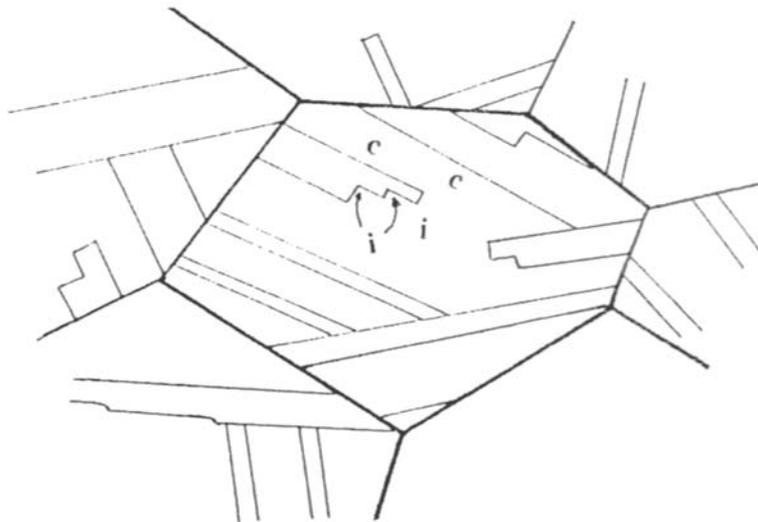


Fig. II.16 : Macles des recuit. Interface cohérentes (c) et incohérentes (i)[4].

II-3-3-2 -2 Croissances anormales des grains (croissance exagérée):

Au cours de recuit à des températures nettement supérieures à la température de recristallisation on observe parfois, au lieu de la croissance régulière décrite au paragraphe précédent, la croissance soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée (Fig. II.17), ce phénomène n'exige pas une nouvelle germination mais simplement certains grains, de petite taille,

issus de la recristallisation primaire sont caractérisés par une certaine orientation cristallographique, se mettent soudainement à croître.

D'où le nom souvent utilisé de "recristallisation secondaire". Les joints de ces grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure. On la qualifie aussi de croissance anormale ou exagérée par opposition à la croissance normale décrite au paragraphe précédent : ici la courbe des tailles de grains est profondément altérée. Cette croissance anormale des grains peut être mise à profit pour la préparation de monocristaux. Elle est à la base de certaines textures cristallographiques, notamment dans les alliages Fe -Si qui ont des applications électriques [15].

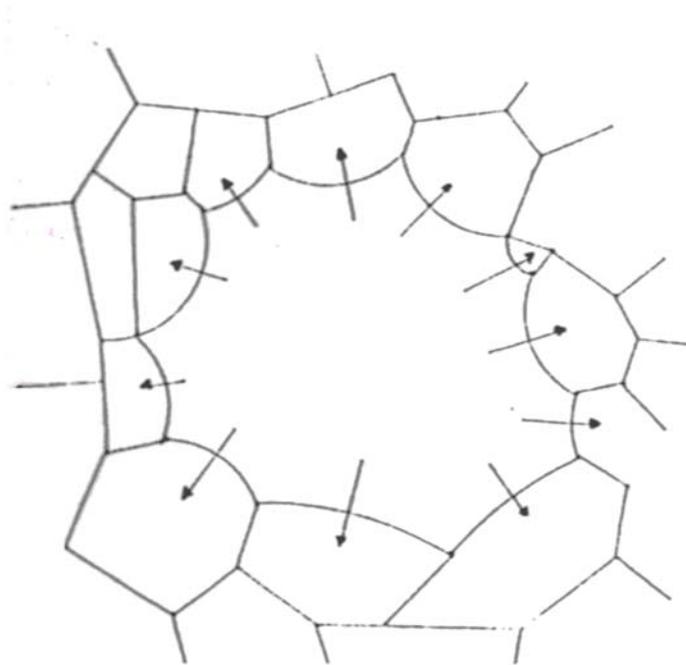


Fig. II.17 : Croissance anormale (exagérée)[4].

Suivant le type d'inhibition de la croissance normale de la matrice primaire, on distingue trois mécanismes de croissance anormale:

1- Inhibition de la croissance normale par la texture

L'inhibition de la croissance normale peut être due à la présence d'une texture très accusée. Les joints de grains de la matrice sont alors en majorité des joints à faible angle, donc très stables, s'il existe une minorité de grains d'orientation différente, ils seront les seuls à être entourés de joints à grand angle, plus mobiles. Ce sont ces grains qui sont susceptibles de croître de façon anormale.

2- Inhibition de la croissance normale par une seconde phase:

La croissance anormale peut démarrer grâce à une inhibition de la croissance continue par la présence de fins précipités. Ces derniers bloquent les joints généraux de la matrice primaire. Seuls certains joints spéciaux peuvent échapper à cette inhibition et permettre à une minorité de grains de croître aux dépens de la matrice.

3- Inhibition de la croissance normale par l'énergie de surface:

Il s'agit d'une recristallisation secondaire particulière, où l'inhibition de la croissance normale est contrôlée par l'énergie superficielle. Les grains de la matrice primaire qui auront tendance à se développer sont ceux qui présentent, parallèlement à la surface de l'échantillon, les plans de plus basses énergies, relativement au reste de la matrice. C'est ce type de croissance anormale qui est observée quand les grains du matériau arrivent en contact avec l'atmosphère de recuit: dans le cas des tôles de très faible épaisseur ou, dans le cas général, les grains secondaires atteignent la surface [27].

II-3-4. Calcul de la taille des grains par la méthode planimétrique de Jefferie [45].

Cette méthode consiste à tracer un cercle sur la figure d'une microstructure qui contient un certain nombre de grains (Figure). Puis, on compte le nombre des grains traversés par la circonférence du cercle. Ce nombre est appelé : n_c

Après, on compte seulement le nombre des grains à l'intérieur du cercle. Ce nombre est appelé : n_i

La somme de la moitié du nombre des grains traversé par la circonférence du cercle ($n_c / 2$) et du nombre des grains à l'intérieure du cercle (n_i), donne le nombre total des grains que peut contenir ce cercle et qui est désigné par n_{eq} (n'équivalent).

D'où
$$n_{eq} = n_c / 2 + n_i$$

Mais, le nombre des grains par unité d'aire est N_A , qui s'écrit sous la forme suivante : $N_A = n_{eq} / A$. avec A est la surface du cercle tracé.

Si la micrographie est prise par un grossissement de m fois, alors:

$$A = \text{l'aire du cercle observé sur la micrographie} / m^2.$$

$$\text{Enfin : } N_A = (n_{eq} / \text{aire du cercle observée}) \cdot m^2$$

$$\text{Ou : } N_A = n_c / 2 + n_i / A.$$

$$\text{Ou : aire moyenne des grains : } G_m = (A / (0.67 n_c + n_i)) \cdot m^2$$

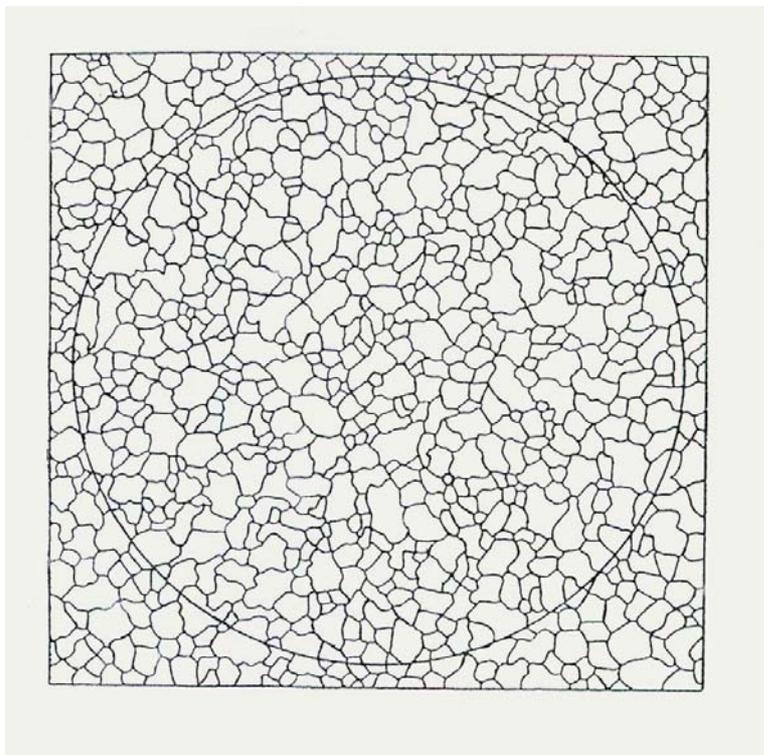


Figure.II.18.Micrographie d'une structure d'un polycristal

(Grossissement mX).[13]

Chapitre III :

Mouvement des joints de grains

Chapitre III: Mouvement des joints de grains.

III-1 Introduction :

Dans l'ensemble des étapes de la recristallisation, au cours de la recristallisation primaire, de la croissance normale ou de la croissance anormale, le phénomène de croissance est contrôlé par le mouvement de joint de grains. Voilà pourquoi une étude de mouvement de joint de grains est nécessaire.

III-2 Mouvement du joint de grains:

Il faut remarquer que l'importance du phénomène de déplacement des joints est généralement importante sur le plan des applications, ses conséquences concernent la structure et donc les propriétés du matériau. Ainsi, le joint de grains joue un rôle de catalyseur permettant la disparition des défauts réticulaires en excès dans le métal qu'il balaye : il laisse derrière lui un métal plus parfait et ce processus, qui se produit lors de la recristallisation, est l'un des plus importants intervenant dans le traitement thermique des métaux [28].

Un joint de grains peut se déplacer par rapport à l'ensemble formé par les deux grains qu'il sépare. Ce déplacement implique à l'échelle atomique, que certains atomes appartenant à l'édifice cristallin de l'un des grains vont se trouver disposés selon le réseau cristallin du grain adjacent.

Généralement il n'y a pas de transport de matière à grande distance, mais seulement une réorganisation des atomes. Il y a donc une réorganisation atomique au niveau du joint, dans le sens de son déplacement[].

III-3 Forces motrices et retardatrices du mouvement du joint:

Le phénomène de mouvement de joint de grains à courte distance et de réarrangement d'atomes est thermiquement activé. Ce phénomène doit également conduire à une diminution de l'énergie libre totale du système. D'où l'existence d'une force motrice F issue de la présence d'un déséquilibre local entre plusieurs facteurs. Ce ne sont pas tous favorables au

déplacement du joint. Donc la force motrice elle-même est la résultante de plusieurs forces parfois motrices et parfois retardatrices du mouvement du joint (Fig.III.I).

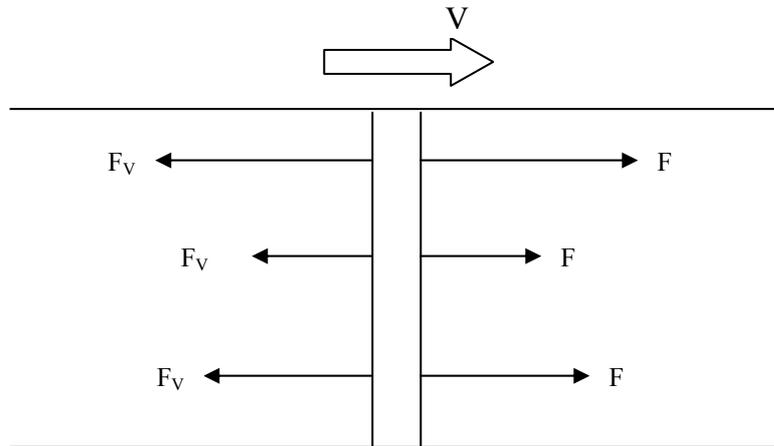


Fig. III.1 : Equilibre des forces motrices et des forces retardatrices au mouvement d'un joint de grain.

Parmi les forces favorables au mouvement du joint on peut citer:

- L'élimination des défauts réticulaires tels que les dislocations créés par déformation, les joints de grains, les sous structures de solidification et les défauts créés par irradiation.
- L'énergie de surface dont l'importance des surfaces totales d'interface.
- La présence d'autres formes d'énergie telles potentiel chimique, le courant électrique, l'énergie magnétique ou les contraintes mécaniques.

Parmi les facteurs défavorables au mouvement des joints de grains on cite:

- ▶ Les impuretés en solution solide.
- ▶ Les inclusions et les micropores.
- ▶ Le phénomène d'ancrage superficiel.

Les forces qui s'exercent sur le joint de grains et qui peuvent provoquer sa migration ont pour origine des phénomènes qui provoquent une diminution d'énergie libre lorsque le joint se déplace [29].

Si on considère un système formé de deux grains 1 et 2 , séparés par un joint de grains (Fig. III.2) , l'enthalpie du système constitué par deux grains et l'interface qui les sépare est donnée par :

$$G_{SYS} = V_1(x)G_1 + V_2(x)G_2 + S_{JG}G_{JG} \quad (III-1)$$

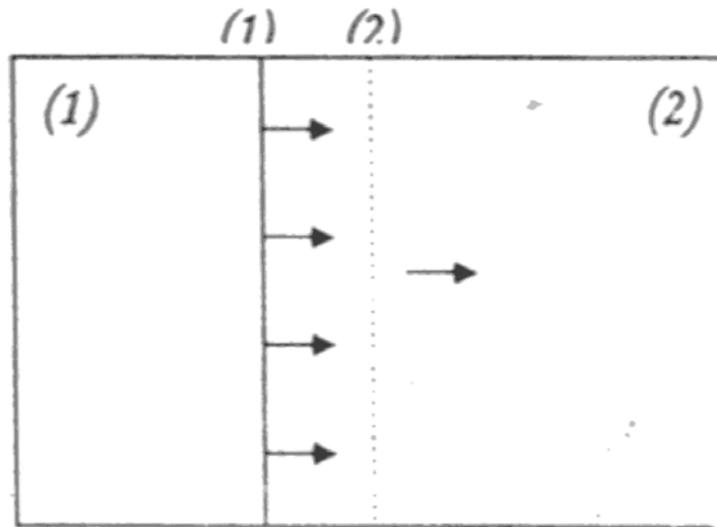


Fig. III.2 : Joint de deux grains : pour qu'il y ait déplacement il faut que la position (2) soit plus stable que la position(1) [14]).

Où: S_{JG}, G_{JG} et x sont respectivement l'aire, l'enthalpie et la position du joint de grains.

G et V sont respectivement l'enthalpie et le volume des grains.

Si le joint de grains se déplace de dx à T et P constantes, l'enthalpie libre du système varie de:

$$dG_{SYS} = \left[G_1 dv_1(x)/dx + G_2 dv_2(x)/dx + g_j ds_j / dx \right] dx \quad (III-2)$$

Comme il y a conservation de volume: $\frac{dv_2}{dx} = -\frac{dv_1}{dx}$

Alors :

$$dG_{sys} / dx = \left[(G_1 - G_2) \frac{dv_1}{dx} + G_{JG} \frac{ds_{JG}}{dx} \right] \quad (III-3)$$

La force motrice F peut être évaluée à partir de l'enthalpie libre du système par :

$$F_m = \frac{-dG_{SYS}}{dx} \quad (III-4)$$

Alors :

$$F_m = [G_2 - G_1] * dv_1 / dx - G_{JG} * (ds_{JG} / dx) \quad (III-$$

5)

La force motrice positive correspond au déplacement spontané du joint à T et P donnés, qui diminue l'enthalpie libre du système.

La force motrice peut se décomposer en deux parties ayant des significations physiques différentes.

La force motrice volumique:
$$F_V = [G_2 - G_1] \frac{dv_1}{dx} \quad (III-6)$$

La force inter faciale :
$$F_S = -G_{JG} \frac{ds_{JG}}{dx} \quad (III-7)$$

Il est évident qu'en général les deux forces motrices F_V et F_S agissent simultanément, dans des sens qui ne sont pas forcément identiques. Cependant, si l'une des forces est nettement supérieure à l'autre, on peut lui attribuer la quasi-totalité de l'effet observé, c'est ainsi qu'au cours de la recristallisation d'un métal écroui on peut observer séparément chacune des forces motrices à l'œuvre dans les stades successifs du processus .

D'après le chapitre précédant la recristallisation débute par la germination de grains à très faible densité de dislocation dans une zone très écrouie:

a) En recristallisation primaire, cette principale force F_V est considérablement supérieure à F_S , le polycristal trouve énergétiquement favorable de consommer les grains écrouis même au prix d'une augmentation éventuelle de l'aire du joint comme dans un agrégat polycristallin, le déplacement des joints est limité par leur ancrage aux points triples, les joints se déplacent généralement vers leur convexité (Fig. III.3.a).

b) À la fin de la recristallisation primaire, la force volumique devient négligeable .En croissance normale et en recristallisation secondaire, seule la force inter faciale intervient. Les joint de grains recristallisés vont alors se déplacer en général vers leur concavité (Fig. III.3.b), pour diminuer leur aire totale et donc minimiser leur énergie.

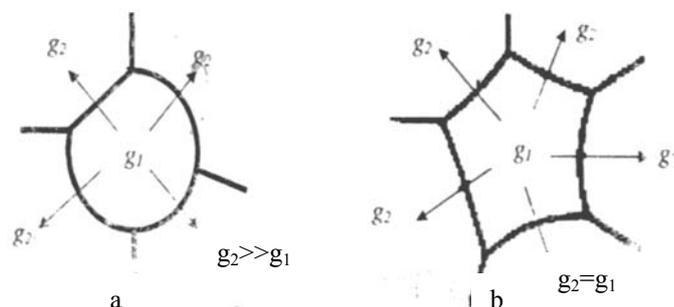


Fig. III.3 : a- Recristallisation primaire .b- Grossissement des grains

III-4 Cinétiques de déplacement d'un joint de grains:

Le déplacement du joint de grains dans le réseau est un problème très complexe du fait des interactions du joint avec, d'une part les défauts cristallins, et d'autre part les atomes d'impuretés et les précipités.

Un atome ayant acquis sous l'effet thermique une énergie d'activation ΔG^* , peut traverser le joint pour se positionner dans le réseau du grain voisin (Fig. III.4). Il est évident que les atomes au voisinage du joint, privés de certains de leurs voisins, se trouvent dans un état d'énergie supérieur. Cette énergie leur communique une fréquence de vibration supérieure à celle des atomes d'où la possibilité d'un déplacement vers un site vacant dans le réseau du cristal voisin.

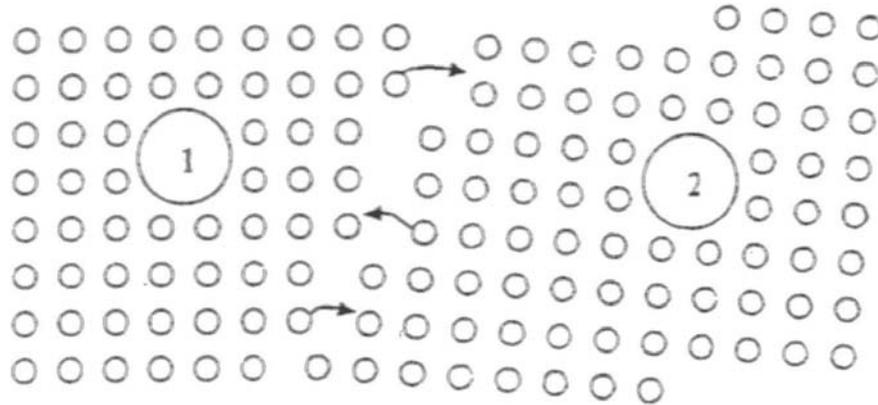


Fig. III.4: Vue schématique du déplacement d'un atome à travers un joint de grains.

L'énergie d'activation (ΔG^*) reste en général dépendante de la pureté du matériau et des paramètres structuraux tels que la désorientation du joint, sa structure ou son orientation par rapport aux grains qu'il sépare.

La relation entre l'énergie d'activation de la recristallisation et la désorientation θ autour d'un axe $\langle 100 \rangle$ dans des échantillons d'aluminium de puretés différentes (Fig. III.5)

révèle des minima pour des joints de coïncidence (23°,28°,et 37°) dans l'aluminium de pureté 99.992 % alors que pour l'aluminium de pureté supérieure (99.9999)il n'existe plu de dépendance entre l'énergie d'activation et l'orientation dès qu'elle doit supérieure à 20°.Ces différences peuvent être attribuées à la présence d'atomes étrangers de nature différente. Il est connu que des éléments, pour même concentration, n'ont pas la même interaction avec le joint de grains. [30].

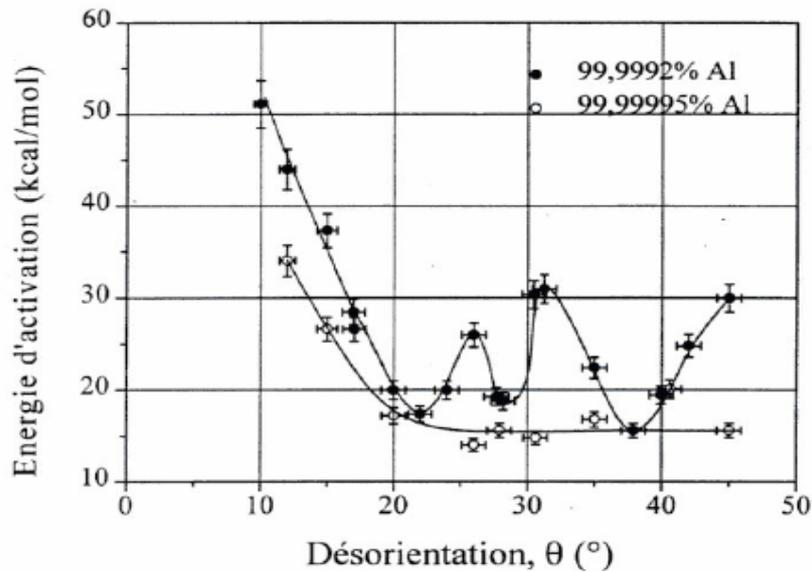


Fig. III.5 : Relation entre l'énergie d'activation de la recristallisation et la désorientation pour la migration de joint de flexion dans des échantillons de pureté différentes [46].

III-5 Vitesse de déplacement d'un joint de grains:

L'expression de la vitesse de déplacement d'un tel joint peut s'écrire sous la forme :

$$v = \frac{pnvV^2}{KT} \frac{\Delta G}{V} \exp\left(\frac{-\Delta G^*}{KT}\right) \quad (\text{III-8})$$

Où: ΔG^* : Énergie d'activation

V: étant le volume atomique

n : le nombre d'atomes par unité de temps.

ΔG : Énergie de joint

T: Température

K: constante

P: probabilité pour qu'un atome rencontre un site favorable dans le réseau du grain.

V : Fréquence de vibration des atomes.

Dans l'expression de la vitesse de déplacement du joint (III-8) on distingue deux facteurs :

- Un facteur qui dépend essentiellement de la température, appelé mobilité atomique.

$$M = \frac{p n v V^2}{K T} \exp\left(\frac{-\Delta G^*}{K T}\right) \quad (\text{III-9})$$

- Et un facteur qui dépend de l'énergie d'interface, donc du type d'interface: $\frac{\Delta G}{V}$.

On peut remarquer que le processus de déplacement d'un joint de grains est thermiquement activé comme le processus de diffusion.

Tandis que le mouvement d'un joint résulte d'un mouvement d'atomes à travers le joint.

III-6 Effet de la présence de particules étrangères :

La présence de particules étrangères dans une matrice monophasée, entraîne d'importantes modifications dans le mouvement d'un joint de grains. En effet le mouvement du joint doit surmonter les obstacles créés par ces particules. Donc les forces défavorables au mouvement du joint proviennent de la présence de ces obstacles.

Si les forces qui retiennent le joint sont moins importantes que les forces motrices dues à la loi du courbure du joint (Fig.III-6) le joint peut franchir ces obstacles en dépensant une partie de son énergie motrice.

Cependant, la vitesse de déplacement du joint se trouve réduite. En conséquence, le phénomène de grossissement du grain associé à la présence de fines particules étrangères dans la matrice est considérablement ralenti.

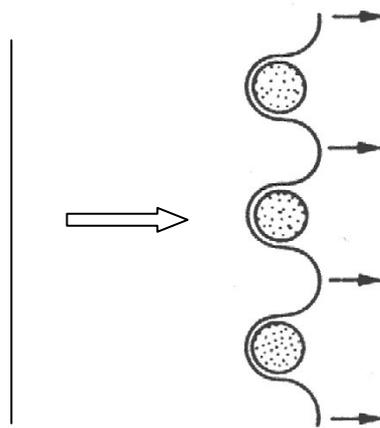


Fig. III.6 : effet de la présence de particules étrangères (précipités) sur la mobilité d'un joint de grains courbé.

Le premier modèle quantitatif décrivant le traînage du soluté par les joints de grains en mouvement a été proposé par Lucke et Detert [32] puis modifié par Cahn[33]. Le mouvement entraîne dans son sillage un nuage de solutés qui exerce une force de freinage. Ils prédisent que la force de freinage dépend d'une part de l'énergie d'interaction entre le joint de grain et le soluté et d'autre part la vitesse de diffusion du soluté au voisinage du joint de grains. Les modèles analytiques de Cahn et de Lucke et Stuwe peuvent s'appliquer à des solutions diluées pour une gamme de vitesses très étendue. L'équation proposée par Cahn pour relier la vitesse de déplacement à la force motrice s'écrit:

$$F = V_j / M_j + \alpha x_s / (1 + B^2 v_j^2) \quad (\text{III-10})$$

Où: F est la force motrice (exprimée en J.m^{-3} ou Pa), V_j la vitesse de migration, M_j la mobilité des joints de grains dans un matériau idéalement pur, x_s est la concentration atomique de soluté, α et B sont des paramètres du modèle qui dépendent de l'énergie

d'interaction joint de grain soluté et du coefficient de diffusion du soluté au voisinage du joint de grain.

Les courbes de la vitesse de migration en fonction de la force motrice, pour deux concentrations en solutés et pour deux températures, calculées à l'aide du modèle de Cahn [33] sont reportées sur la figure (III.7.a). On constate qu'aux basses températures, pour des concentrations élevées, la pente de la courbe $v_j = f(F)$, c'est-à-dire la mobilité, est très faible, si la force motrice (ou la température) augmente, l'augmentation de la mobilité est très importante et tend vers celle du matériau pur, sur la figure (III.7.b). Voir que la courbe de freinage peut être approximativement décrite par deux droites de pentes M_I et M_{II} , représentant respectivement la mobilité dans un matériau pur et la mobilité dans le cas où les joints de grains sont saturés.

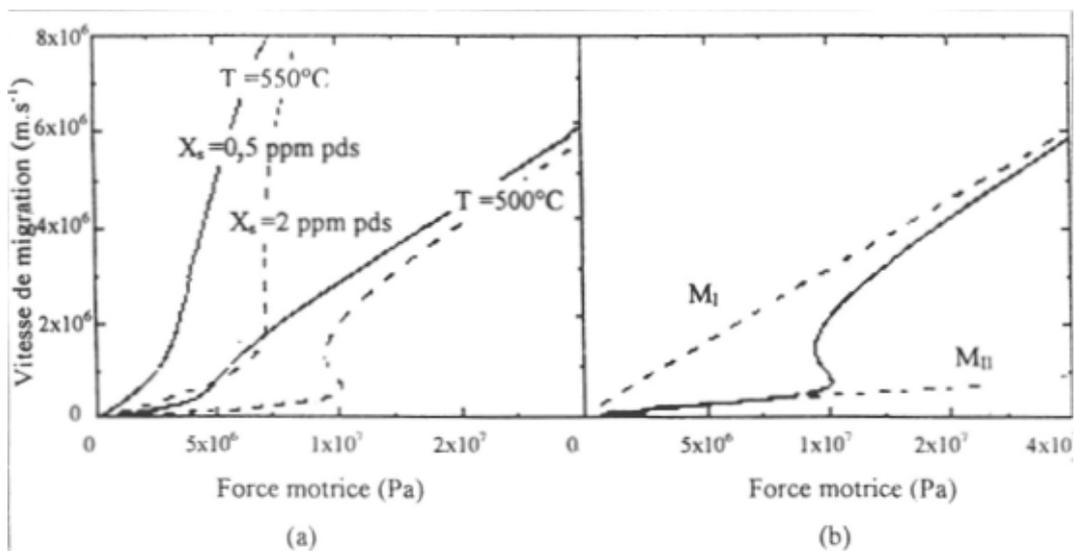


Fig. III.7 : Illustration du modèle de Chan : (a) influence de la température et de la concentration en soufre sur la migration des joints de nickel, (b) mise en évidence des mobilités M_I et M_{II} . [31]

Hillert et Soudman [34] ont plus récemment proposé une nouvelle approche thermodynamique du phénomène selon laquelle la force de freinage est déduite de la dissipation d'enthalpie libre résultant du processus diffusionnel au voisinage du joint de grain en mouvement. Par la suite, Agren [35] en a développé une version simplifiée et l'a utilisé pour le calcul de la vitesse de croissance des germes de ferrite des grains d'austénite.

Suehiro et al [36] ont adapté le modèle simplifié d'Agren à l'étude du traînage de solutés au cours de la recristallisation. Ils l'ont notamment appliqué avec succès à la

recristallisation d'alliages Al-Mg et au cas de l'effet du niobium dans les aciers à base de carbone [37]. Dans ce cas, la recristallisation est décrite comme une transformation de phase pour laquelle la force motrice résulte de l'énergie stockée sous formes de défauts. L'enthalpie libre du cristal déformé est donc prise égale à celle du cristal recristallisé, augmentée de l'énergie stockée au cours de l'écroutissage. Lors de la transformation, la force motrice est dissipée en raison de la modification de l'énergie inter faciale, de la mobilité non infinie du joint de grain, du traînage des solutés dans le joint de grains et de leur diffusion en avant du joint de grain.

Les prédictions du modèle "thermodynamique" utilisé par Agren sont en accord qualitatif avec celui de Cahn, toute fois une différence essentielle doit être soulignée, le modèle de Cahn prédit que pour les faibles forces motrices, la vitesse de déplacement du joint est contrôlée par la vitesse de diffusion du soluté traîné ; au de la d'une vitesse de transition, le nuage de soluté se décroche du joint de grain et la vitesse du joint augmente rapidement. La valeur de cette vitesse de transition dépend de l'énergie d'interaction joint de grain- soluté et du coefficient de diffusion du soluté au voisinage du joint de grain, mais pas de la concentration en soluté. Par contre le modèle d'Argen prédit que la vitesse de transition augmente lorsque la concentration augmente. Ce dernier modèle est toute fois relativement complexe et nécessite une bonne connaissance des paramètres thermodynamiques du système étudié.

L'équation proposé par Cahn peut se simplifier pour les faibles forces motrices [38]. En écrivant que la mobilité effective résulte de la contribution d'une mobilité intrinsèque, M_1 c'est-à-dire celle d'un matériau idéalement pur, et d'une mobilité intrinsèque, M_{11} correspondant à l'effet de traînage: $1/M_j + \dots 1/M_1 + 1/M_{11}$ dans ces conditions l'équation (III-10) se simplifie:

$$V_j = M_j F \quad (\text{III-11})$$

Ce modèle prévoit une transition progressive entre les domaines de vitesses lentes et rapides, mais ne s'applique que pour des faibles forces motrices; il permet de décrire par exemple des résultats obtenus pour des expériences de croissance de grain.

Le modèle de Cahn a été modifié [39] pour intégrer une largeur de joint de grain variable avec la vitesse de migration:

$$\delta = \delta_0 + \Delta P_{Vj} \xi ds \quad (\text{III-12})$$

Où δ et δ_0 sont respectivement les largeurs du joint de grain à l'arrêt et en cours de migration, ξ est le temps de relaxation d'une dislocation lors de la migration et $d\xi$ l'accroissement d'épaisseur du joint lié à l'absorption d'une dislocation.

III-7 Aspect macroscopique de déplacement de joint de grains :

Sous l'effet d'une force convenable, les joints de grains se déplacent. Un des moteurs de cette migration est la réduction de l'énergie interfaciale qui entraîne une modification de la forme des grains et la croissance de certains aux dépens de leur voisines. On exprime la vitesse de migration sous la forme simple du produit de la force F par la mobilité, la mobilité est une propriété du joint, elle dépend de ses caractéristiques cristallographiques et chimiques. Sa mesure exige des expériences où la force motrice F est parfaitement connue. [15]

Pour cela on peut faire une étude macroscopique comme les méthodes suivantes:

III-7-1 Géométrie d'une force motrice constante :

Le développement de cette géométrie est fait par Shvindlerman [40] par l'étude de la migration du joint de grains dans l'aluminium où le joint migre avec une force motrice constante du grain I vers le grain II (Fig. III.8.a). Pour maintenir une certaine courbure, le joint doit migrer avec une force constante. On doit noter que généralement la pression motrice est de 10^4 Pa [41].

III-7-2 Géométrie du coin:

Rath et Hsun Hu les premiers qui ont adapté la technique du coin pour étudier la migration du joint de grains dans un bicristal (Fig. III.8.b). Pour l'initiation du mouvement de joint du grains I au grain II, ce dernier se transforme de la forme plane à la forme cylindrique de rayon x [42]. Si γ est l'énergie de surface du joint, dans ce cas l'expression de la pression

du joint (la force motrice) est la suivante : $P = \frac{\gamma}{x}$

On remarque que la force P augmente avec l'approche du joint au point du bicristal ce qui donnera à la fin un monocristal

III-7-3 Géométrie capillaire inverse (Expérience de sun et bauer):

On a constaté que parmi les méthodes utilisés, la géométrie du bicristal, mais celle qui offre une flexibilité qui est développée par Sun et Bauer [43] La forme du bicristal est illustrée comme ceci :

Le bicristal est taillé de façon à être traversé par le joint en position oblique Fig (III.8.c). Celui ci se déplace pour se mettre perpendiculaire à la tranche de l'éprouvette et pour cela il prend la forme d'une portion de cylindre hyperbolique. La force motrice $F=(y/a)$. $F(\alpha)$ décroît au cours du temps.

Cette expérience est basée sur deux hypothèses simplifiées:

- Que la vitesse du joint de grains est proportionnelle à la force motrice (M :mobilité du joint, est définie comme une constante de proportionnalité).
- La force motrice sur le joint de grain dans chaque point est directement proportionnelle à la courbure locale.

Le résultat de l'analyse est que un joint de grain plane qui est en contact avec une surface libre en un angle aigu, au cours d'un recuit, prend une forme hyperbolique et migrera en continuant à réduire le rayon de courbure Dons une pression motrice donnée par:

$$P = \delta f(\alpha) / a \quad (III-13)$$

Sun and Bauer [42] trouvèrent que, le déplacement a ; après un temps t est donné par l'équation :

$$a^2 = 2.M.\delta f(\alpha).t \quad (III-14)$$

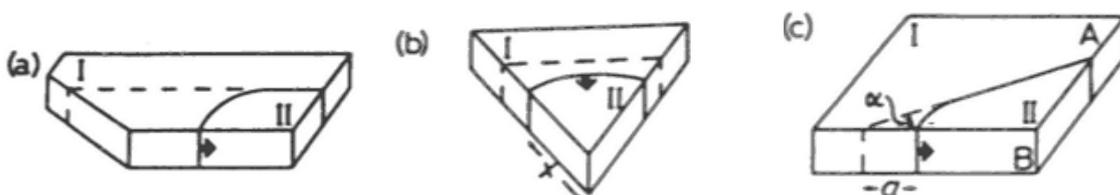


Fig. III.8 : Mesure de la mobilité d'un joint de grains.

Chapitre IV :

Matériaux et Méthodes Expérimentales.

Chapitre IV: Matériaux et Méthodes Expérimentales.

Ce chapitre est consacré à la description des méthodes expérimentales et des moyens de caractérisation mis en place pour la détermination des différents mécanismes de recristallisation et de mouvement de joint de grains dans nos matériaux.

IV-1.Choix et préparation des échantillons :

Notre choix s'est porté sur deux matériaux :

- Al -4.5 % mass. Cu
- Nickel très pur.

Dans ces alliages la recristallisation a été déjà observée, mais le degré donné à chaque système d'alliage est différent d'un matériau à un autre, où le nombre de travaux dans le système d'alliage AL-Cu est très important par rapport au Ni.

Pour Al-4.5%Cu.,le choix des températures pour obtenir le mécanisme de recristallisation est basé sur le diagramme d'équilibre de système Al-Cu.

Chaque échantillon des alliages est découpé en deux morceaux, une partie est réservée pour être est déformé par laminage et l'autre sert comme référence. La taille des échantillons est environ: 8 x 5 mm² par 1 mm d'épaisseur.

L'étude de la microstructure dans les alliages choisis nécessite des surfaces bien polies, de façon à ce qu'elles ne présentent aucune rayure susceptible de gêner l'examen micrographique. Pour cela, les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers abrasifs (du numéro 120 au numéro 2000), puis à la pâte diamantée de granulométrie 0.5 μ m.

Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés, les surfaces ont ensuite été attaquées chimiquement par des réactifs d'attaques adéquats :

Pour l'alliage Al-4.5% mass Cu.:

- Eau distillée : 76 ml
- Acide Fluorhydrique : 5ml

- Acide nitrique : 17 ml

La durée d'attaque varie entre 2 et 15 secondes.

Pour les échantillons de Nickel (Ni)

- L'éthanol 90 ml
- FeCl_3 10 ml

La durée d'attaque a été de 4 minutes à 12 minutes suivant l'état structural de l'échantillon.

IV-2.Traitements thermiques et thermomécaniques:

La structure d'un alliage peut être modifiée soit par des traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques, indépendamment des transformations physico-chimiques qui peuvent en résulter. D'autre part, les modifications de structures sont irréversibles c'est-à-dire qu'elles ne sont pas annulées lorsque le facteur d'action (température ou déformation) revient à son point de départ; la structure peut garder la trace des états antérieurs par lesquels elle est passée ; On dit qu'il y a hérédité structurale.

a) Traitement Thermiques : Le traitement thermique consiste à faire un recuit d'homogénéisation pendant une durée variant de 30 secondes à 24 heures à 450°C et à 560°C pour AL – Cu et de 48 heure à 850°C pour Ni suivi d'une trempe rapide. Ces échantillons sont portés à une température de 450 °C à 600°C d'une durée de 2 minutes à une centaine d'heures, afin de suivre les mécanismes de recristallisation et mettre en évidence le mouvement de joint des grains.

Le traitement thermique est effectué dans un dispositif où règne un vide primaire 10^{-1} torr (Fig. IV.1).



Fig. IV.1 : Dispositif de traitement thermiques

b) Traitement thermo-mécanique :

Le métal ainsi homogénéisé est ensuite laminé a froid (Fig. IV.2.) (de $\varepsilon = 7$ jusqu'à 82% de réduction) par passes multiples unidirectionnelles, c'est-à-dire que la direction de laminage reste la même pour toutes les passes.

IV-3 Méthodes d'études :

a) Microscopie optique (M.o) :

L'évolution de la microstructure des alliages lors des traitements thermiques et thermomécaniques a été suivie à l'aide d'un microscope métallographique de type Olympus TH3, équipé d'un appareil photos. (Fig. IV.2).



Fig. IV.2: Microscope optique

b) Microdureté :

La dureté d'un métal ou d'un alliage est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal est d'autant plus grande que la pénétration du corps est plus faible.

Nous avons utilisé un microduremètre avec une charge de 100g. Chacune des valeurs de micro dureté représente la moyenne de cinq empreintes réparties dans différents grains (Fig. IV.3).



Fig. IV.3: Microduremètre

c) Diffraction des rayons X(DRX):

Le spectre de diffraction des rayons X est un moyen pour suivre la variation avec précision (aux grands angles) et mettre en évidence l'effet de la déformation plastique sur nos échantillons traités ou non traités. On a utilisé un diffractomètre à poudre (Siemens D8 Advance) (Fig. IV.4) automatisé, lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffractogrammes avec les conditions de travail suivantes :

- La haute tension du générateur de rayon X à 35 kv.
- L'intensité du courant à 15 mA.
- L'anticathode de cuivre en filtre de Nickel..



Fig. IV.4 : Diffractomètre

Chapitre V :

Résultats expérimentaux et interprétations

Chapitre V: Résultats expérimentaux et interprétations.

V-1 Introduction :

Ce chapitre présente les résultats de l'étude de la cinétique de recristallisation lors de recuit des alliages déformés par laminage.

La recristallisation consiste généralement à une formation de nouveaux grains suivie d'une croissance de ces grains.

Avant de passer à l'objectif de ce travail qui consiste à étudier le mouvement de joint de grains lors de la recristallisation des alliages Al-Cu et le Nickel. On s'intéresse d'abord au processus de recristallisation après un traitement thermique isotherme.

Le but de la déformation plastique est d'introduire un nombre élevé de défauts (dislocation lacunes) qui modifient les propriétés physiques et mécaniques du matériau, on parle donc d'une nouvelle cristallisation (développement de germes aux dépens de la matrice écrouie et leur croissance en nouveaux grains).

V-2 Mécanisme de recristallisation dans le Nickel:

Dans le but de provoquer le processus de recristallisation et suivre l'évolution de la taille des grains sur le Nickel, on a pris cinq échantillons du même alliage et qui sont déformés différemment par laminage à froid, qui représente sur le tableaux suivant:

Echantillon	Taux de déformation ($\varepsilon = \%$)	Figure
Premier	$\varepsilon_1 = 7\%$	Fig.V.1.a
Deuxième	$\varepsilon_2 = 20\%$	Fig.V.1.a'
troisième	$\varepsilon_3 = 45\%$	Fig.V.2.a
quatrième	$\varepsilon_4 = 70\%$	Fig.V.3.a
cinquième	$\varepsilon_5 = 82\%$	Fig.V.4.a

Cette déformation conduit à une formation de plusieurs défauts de structure. En particulier, la formation d'un nombre important de dislocations. Au microscope optique on peut observer que les bandes de déformation.

Si on recuit l'échantillon à la température de 600°C on constate pour l'échantillon déformé à 7% et 20 % aucune apparition du phénomène de recristallisation après un maintien de (2 minutes et à 17 heures) (Fig.V.1.b-c) et (Fig.V.1.b'-c'). On peut dire donc, que pour ces faibles taux de déformation ($\varepsilon = 7$ et 20%), ($\varepsilon < \varepsilon_c$) ne provoquent pas une réaction de recristallisation à cette température de recuit.

La figure V.2 illustre l'évolution microstructurale de troisième échantillon qui a été déformé de $\varepsilon = 45\%$ puis maintenu à 600°C. Nous constatons que juste après 2 minutes de maintien, on assiste à la naissance de nouveaux petits grains de même taille (Fig.V.2.b), c'est-à-dire la recristallisation primaire.

Le prolongement du temps de traitement isotherme à cette même température (600°C), conduit au phénomène de croissance progressive des grains. Car après 60 minutes de maintien, la taille des grains (Fig.V.2.c) est presque deux fois plus grande par rapport au stade précédent.

On doit noter que la force motrice de mouvement du joint de grains se traduit principalement par la réduction de l'aire totale de ce joint.

La croissance des grains se poursuivra avec le prolongement du temps de recuit. Par exemple après un maintien de 17 heures et 48 heures à 600°C la taille moyenne des grains est plus grande (Fig.V.2.(d-e)).

Pour l'échantillon déformé 70 % puis recuit 600°C. Nous constatons que juste après 2 minutes de maintien on assiste à la naissance de nouveaux grains plus fins par rapport à l'échantillon déformé de 45% (Fig.V.2.b), dans des zones bien particulières (Fig.V.3.b). Ceci est dû généralement à la différence d'énergie de déformation dans le volume total de l'échantillon. D'autre part, on peut dire que plus le taux de déformation est élevé et plus la taille des grains est petite.

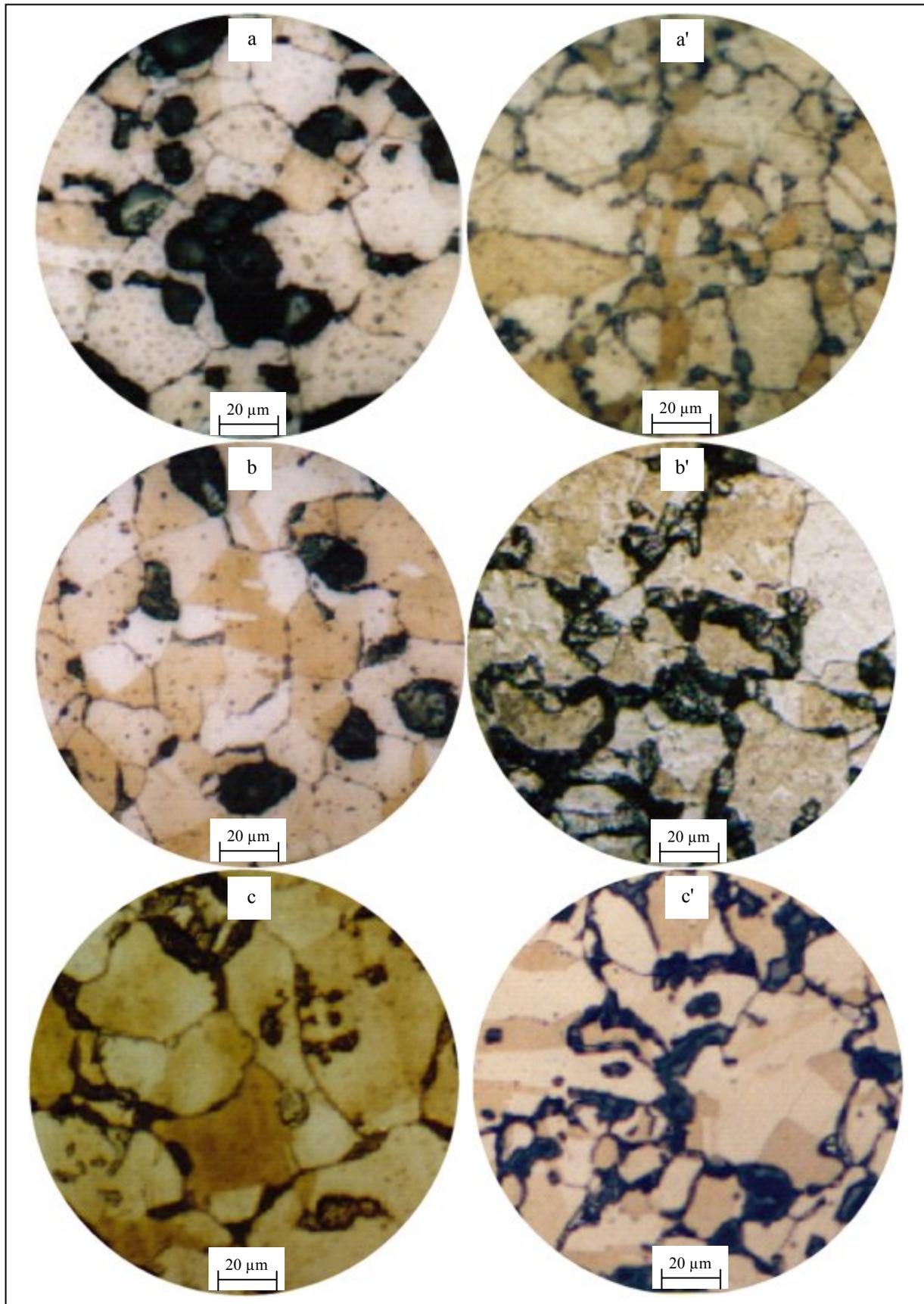


Fig.V.I : Evolution microstructurale de Nickel, après une homogénéisation de 48 heures à 850°C puis trempé à l'air. Suivi d'une déformation plastique par laminage à froid (7%) (a) et 20% (a'), puis recuit à 600°C pendant 2 minutes (b, b') et 45 heures (c, c').

De même, après 60 minutes de maintien à la même température on observe sur la même plage, une autre nouvelle structure qui apparaît sur l'ancienne (Fig.V.3.c). C'est-à-dire une légère croissance des grains.

La croissance réelle des grains est observée après prolongement du temps de recuit (Fig.V.3.(d-e)), cette croissance est caractérisée par un déplacement remarquable des joints de grains. La vitesse de croissance des grains est plus rapide par rapport à la vitesse de croissance dans l'échantillon déformé de 45%.

On a remarqué aussi l'existence encore de quelques petits grains (Fig.V.3.e). (Voir flèche)

Pour l'échantillon fortement déformé (82%) puis recuit à la température de 600°C, nous constatons qu'après un maintien de 2 minutes l'apparition d'une nouvelle structure à grains très fins (Fig.V.4.b), par rapport à la structure de l'échantillon déformé de 70% (Fig.V.3.b), ce qui vient du fait que plus le taux de déformation est grand et plus les grains sont petits.

Le maintien de 60 minutes à cette même température conduit à la croissance des grains (Fig.V.4.c)

De même la croissance des grains se poursuivra avec le prolongement du temps de recuit (Fig.3.d).

Pour cette partie d'étude, nous avons montré l'effet du taux de réduction par laminage à froid sur la réaction de recristallisation à 600°C dans le Nickel, c'est-à-dire, que cette réaction se développera qu'après un certain taux de réduction.

D'autre part, et pour mettre en évidence l'effet d'une déformation préférentielle ou une déformation hétérogène dans un échantillon sur le processus de la recristallisation, nous avons provoqué une déformation localisée sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une empreinte de dureté Brinell et qui a une forme circulaire (Fig.V.5.a). On a remarqué qu'après un recuit à 600°C pendant 2 minutes, la formation de nouveaux grains très très fins (germination), (Fig.V.5.b) juste sur la périphérie circulaire de l'empreinte où le taux de déformations est plus important.

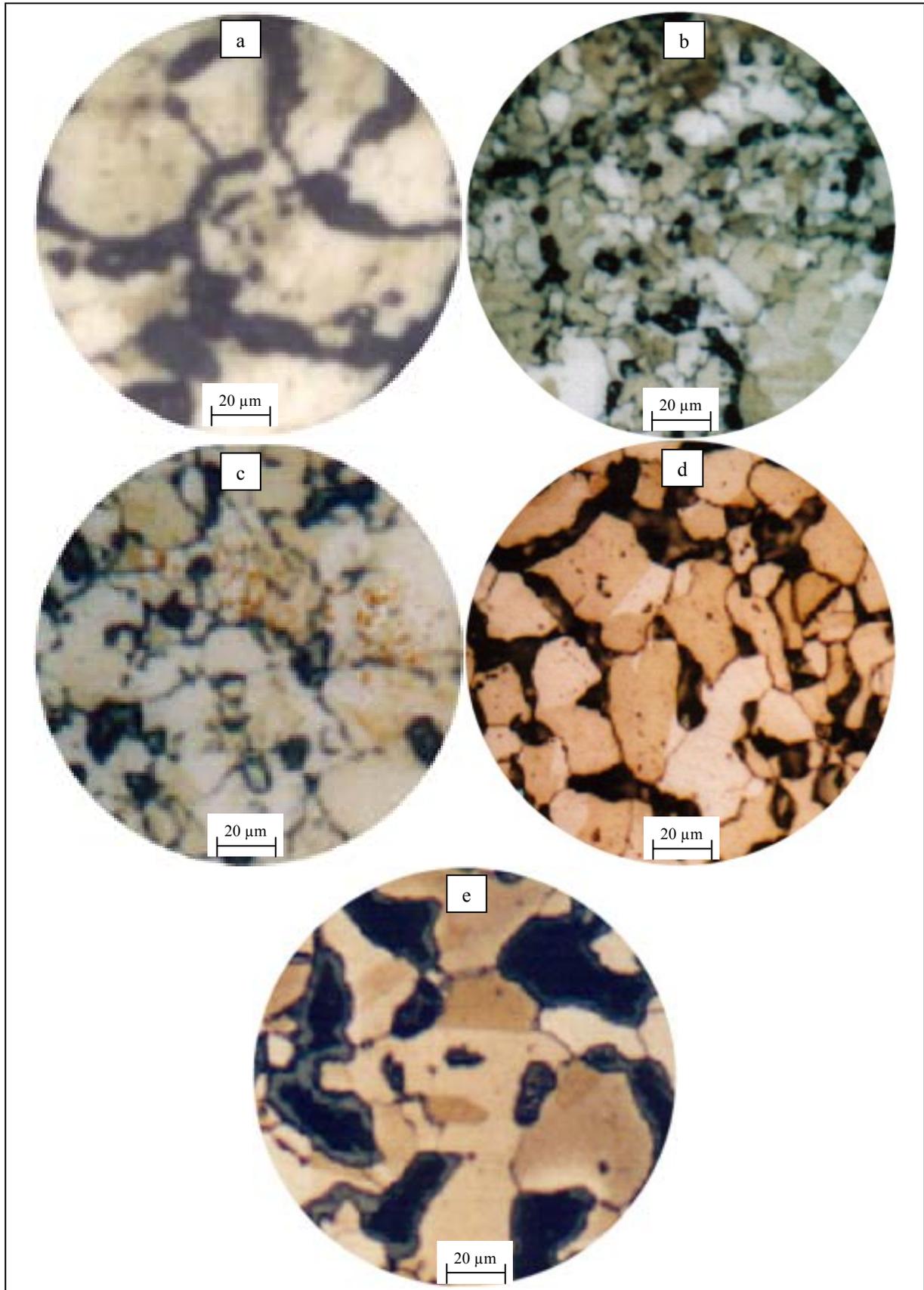


Fig.V.2 : Microstructures de Nickel, homogénéisé 48 heures a 850°C. Puis trempé a l'aires et déformé par laminage a froid ($\epsilon = 45\%$)(a), puis recuit a 600°C pendant 2 minutes (b), 60 minutes (c), 17 heures (d) et 45 heures (e).

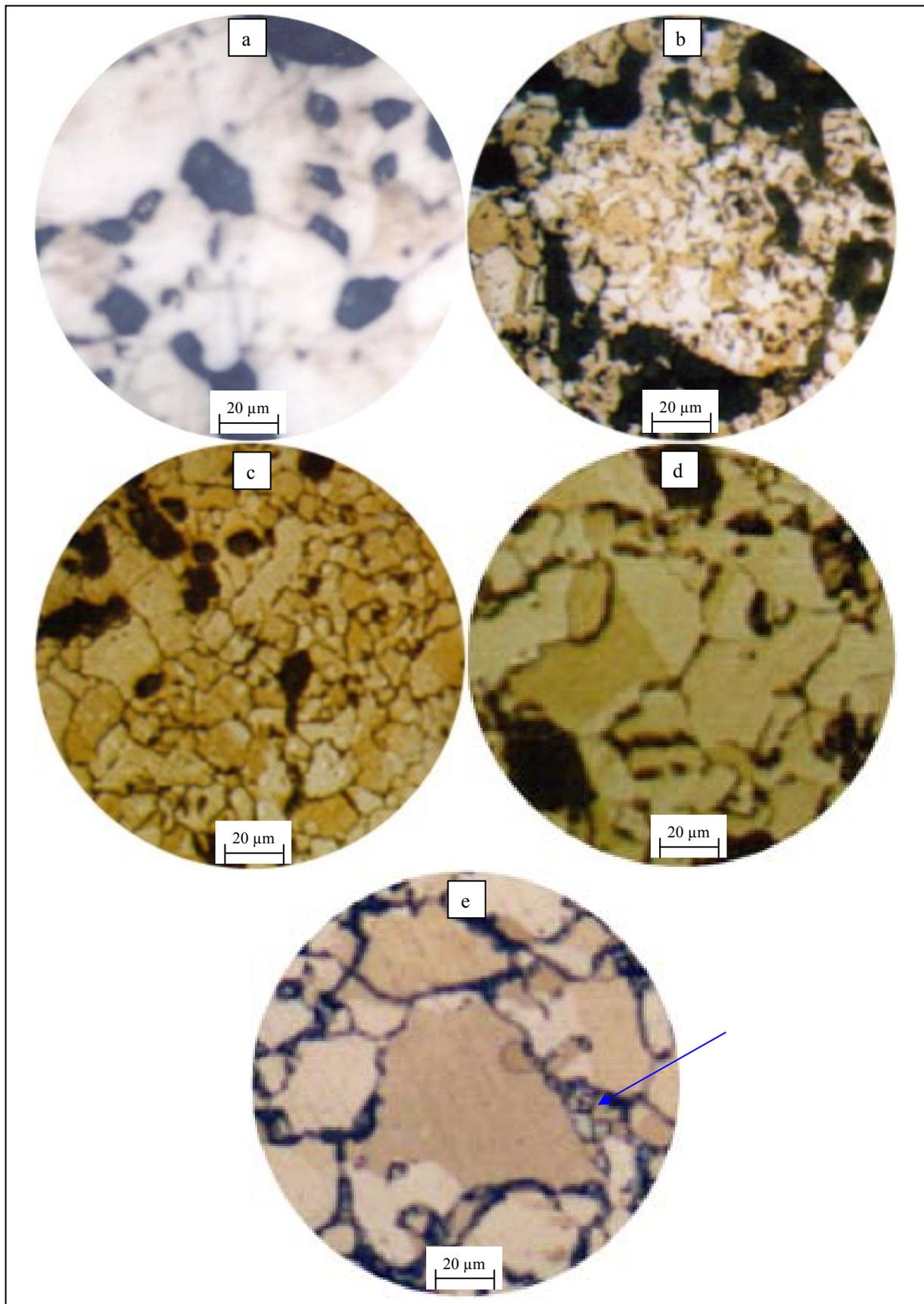


Fig. V.3 : Microstructures de Nickel. homogénéisé 48 heures a 850°C, trempé a l'air et déformé par laminage a froid ($\epsilon = 70\%$)(a), puis recuit a 600°C pendant 2 minutes (b), 60 minutes (c), 17 heures (d) et 45 heures (e).

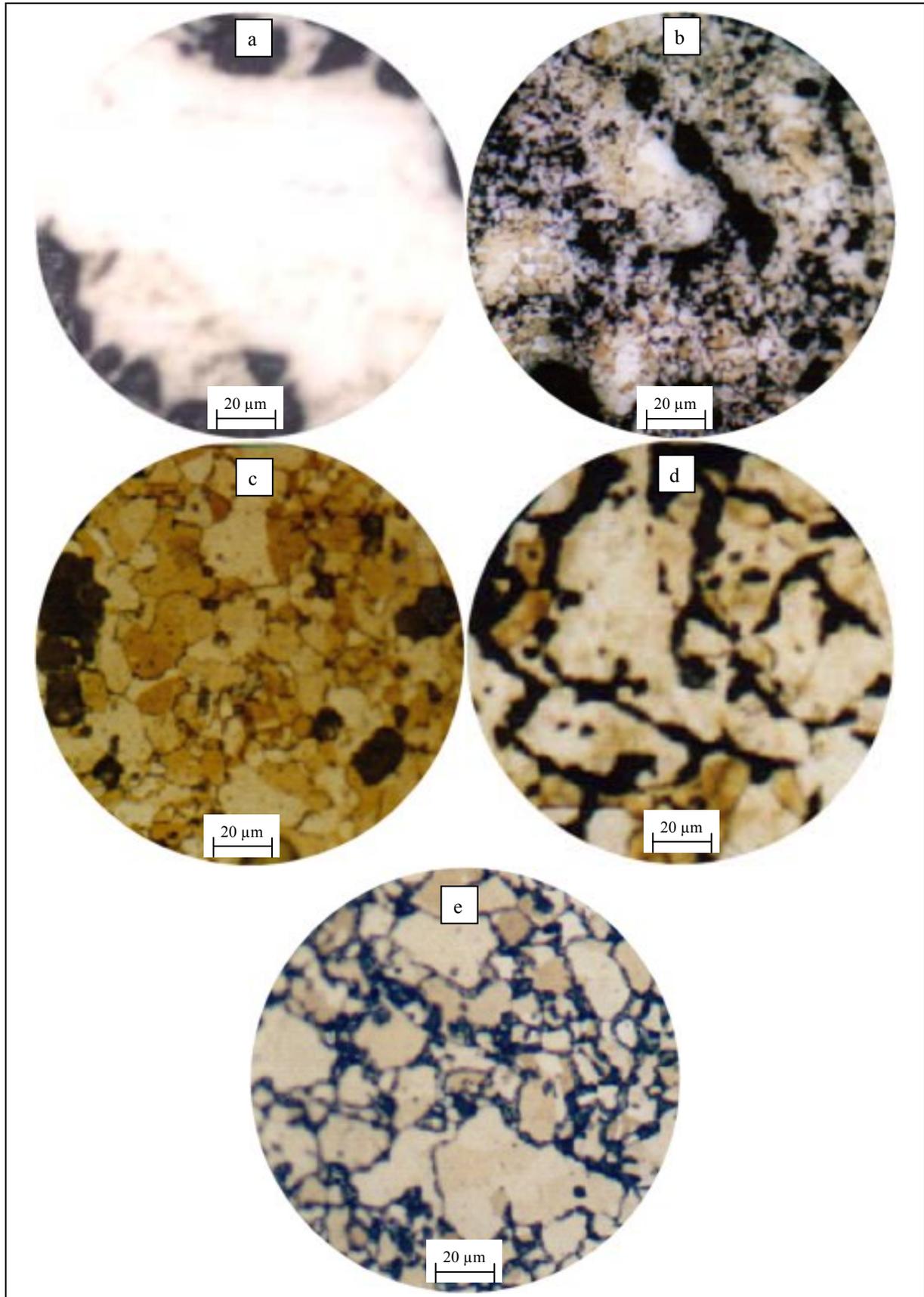


Fig.V.4 : Microstructures de Nickel, homogénéisé 48 heures a 850°C, trempé a l'air et déformé par laminage a froid ($\epsilon = 82\%$) (a), puis recuit a 600°C pendant 2 minutes (b), 60 minutes (c), 17 heures (d) et 45 heures (e).

Par contre, dans la zone un peu plus loin de l'empreinte aucun changement n'est observé. De même avec le prolongement de temps de recuit, la taille des grains augmente de plus en plus au voisinage de la périphérie circulaire (Fig.V.5.(c-d)).

Cette expérience confirme bien l'effet de distribution de la déformation plastique sur le mode de début de la recristallisation ou plus particulièrement sur l'hétérogénéité d'initiation de ce processus.

Dans le but de connaître le mécanisme de déroulement de la croissance des grains, nous avons suivi une même zone d'un échantillon déformé par laminage à froid d'un taux de réduction $\varepsilon = 70\%$ Fig.(V.6.a), puis recuit à 600 °C. Nous avons constaté une recristallisation après 2 minutes de maintien (Fig.V.6.b), puis le déclenchement progressif du processus de la croissance des grains (Fig.V.6.c).

A travers les différentes microstructures observées au cours de ce processus, nous avons remarqué la croissance anormal [recristallisation secondaire] des grains (en blanc) (Fig.V.6.c) est très remarquable par rapport aux autres grains. Et qui croît progressivement (Fig.V.6.(d-e)) avec le prolongement du temps de recuit, jusqu'à un certain stade de stabilité (Fig.V.6.f).

On note que la croissance du grain est basée sur les points suivants :

- 1- La réduction de l'aire totale du joint
- 2- L'aptitude du grain à la croissance qui est fonction de nombre de cotés formant ce grain. Car le grain qui à le plus de cotés que les autres grains adjacents croient rapidement.

En utilisant le logiciel ArchiCAD pour le calcul de surface de grain en croissance anormale (Fig. V-6-a) dans le but de voir l'évaluation de la taille de grain, Après avoir tracé la courbe de surface en fonction du temps de recuit (Fig. V-6-b).

Nous constatons que la croissance du grains est rapide dans les premier minutes de maintien puis devient de plus en plus lente avec le prolongement du temps de recuit (Fig.V.6.b).

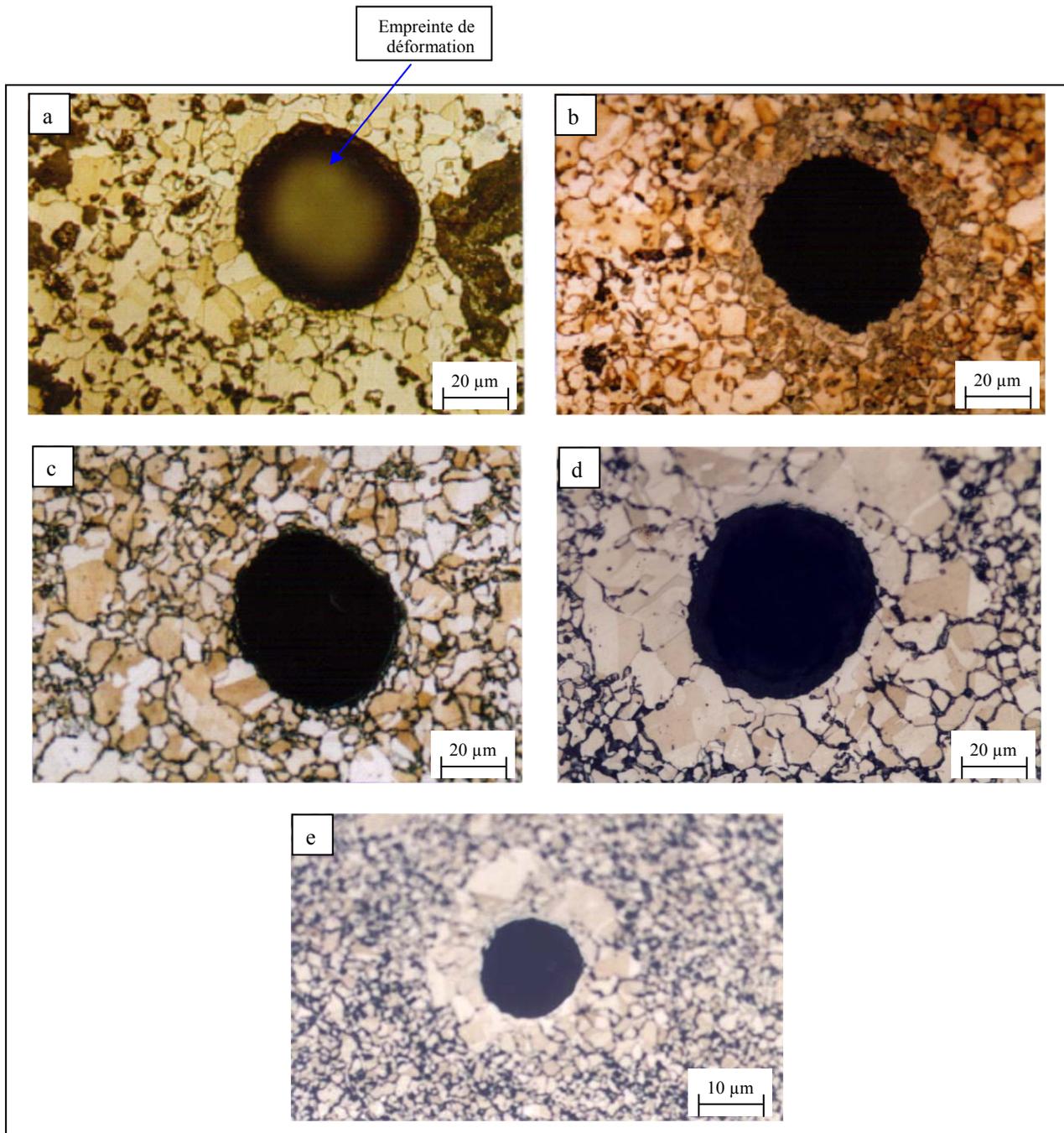


Fig.V.5 : Microstructures de Nickel , homogénéisé 48 heures a 850°C trempé a l'air, puis déformé localement a l'aide d'une dureté brinell (a), et suivi d'un recuit à 600°C pendant 2 minutes (b), 3.5 heures (c), 9 heures (d.e) .

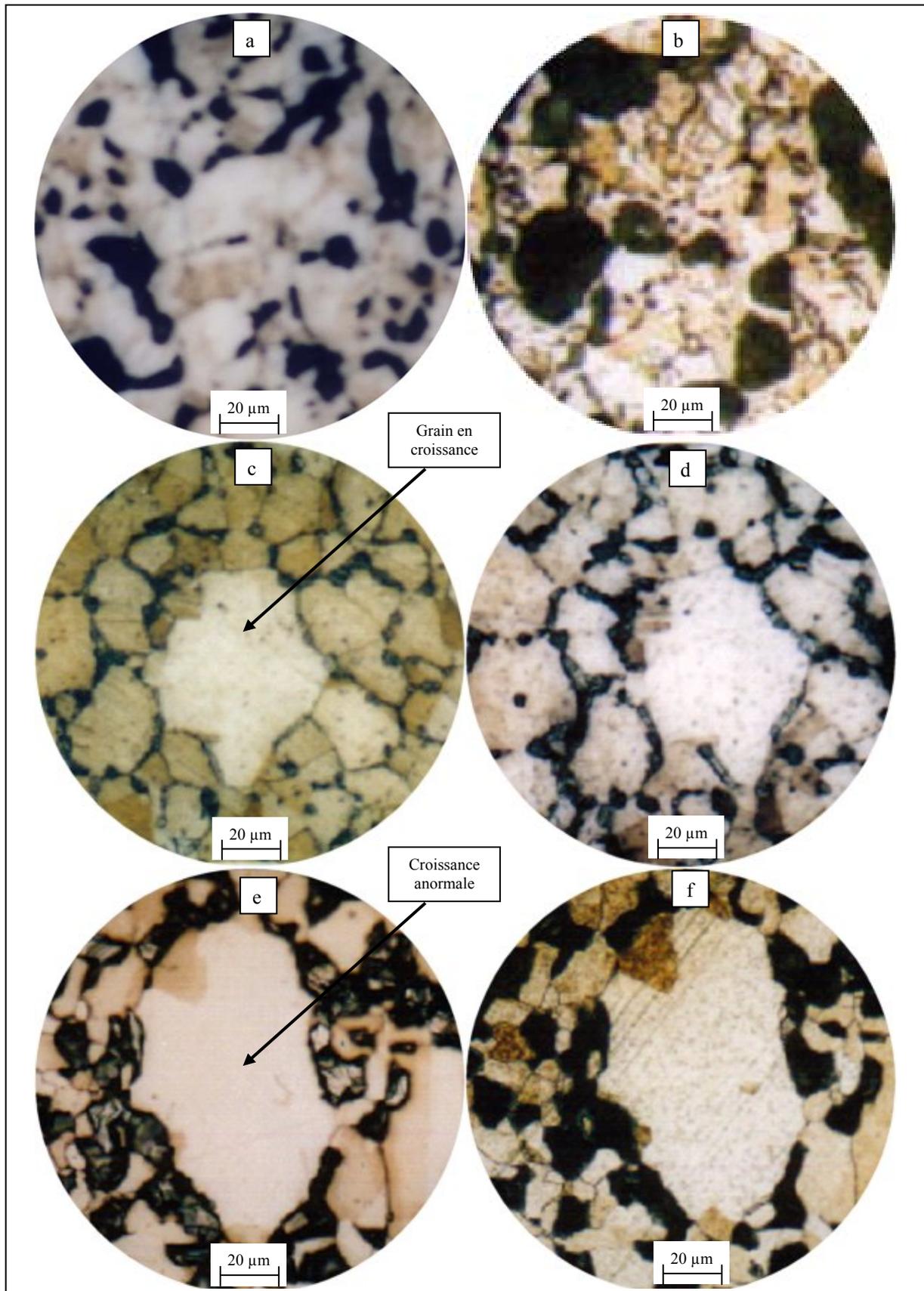


Fig.V.6: Microstructures de Nickel, homogénéisé 48 heures à 850°C puis trempé à l'air et déformé par laminage à froid ($\epsilon = 70\%$ + La coupe) (a), suivi d'un maintien à 600°C pendant 2 minutes (b), 4 minutes (c), 15 minutes (d), 8 heures (e), 17.5 heures (f).

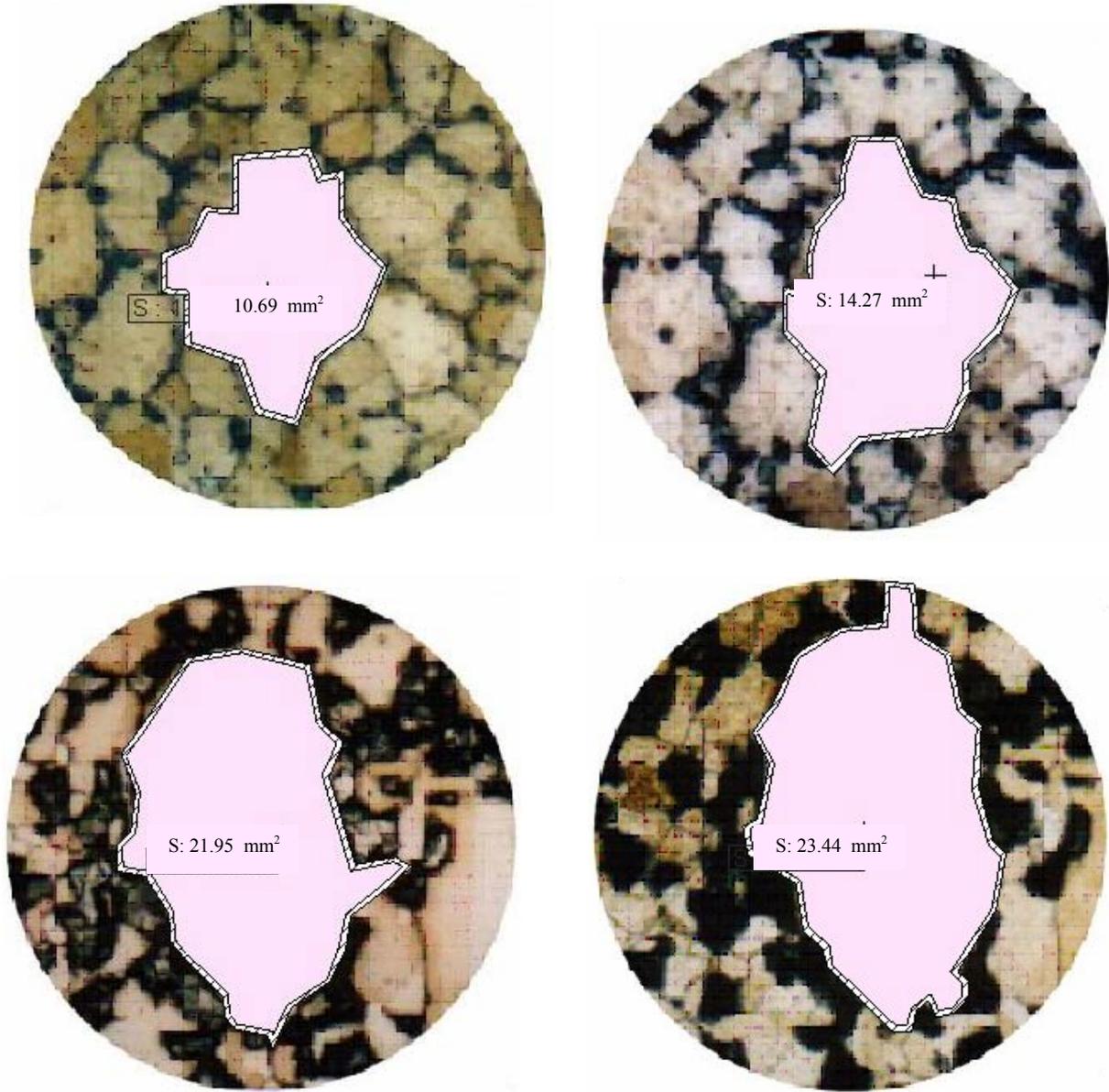


Fig. V-6-a : Calcul des surfaces de grain de Ni en croissance anormale avec ArchiCAD.

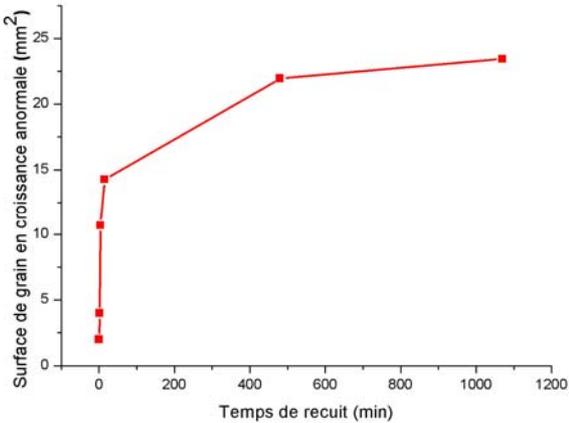


Fig. V-6-b : Evolution de surface de grains de Ni en croissance anormale en fonction du temps de recuit.

V-3 Mesure de la microdureté dans le Nickel:

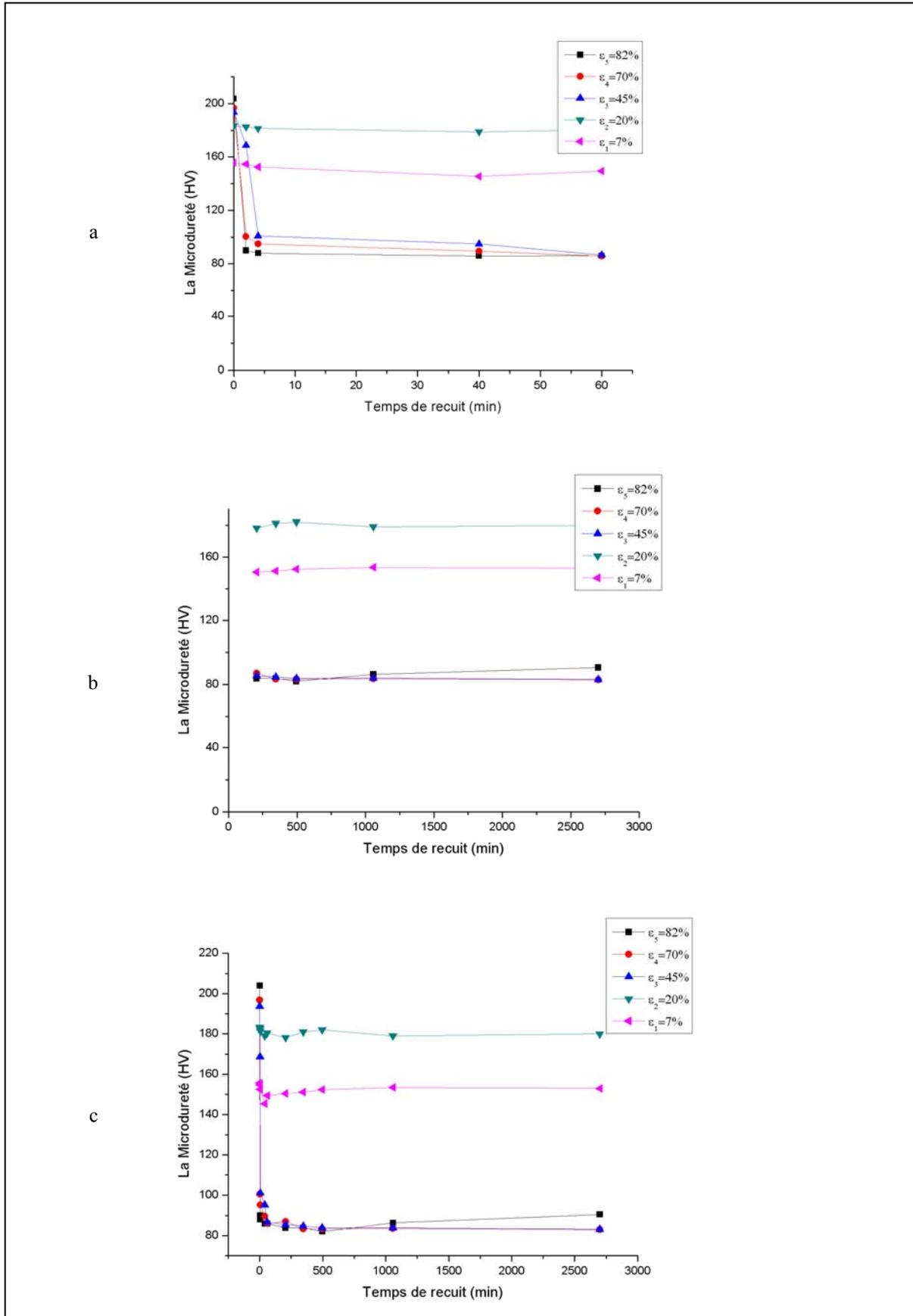
L'évolution de la micro dureté de nickel pour les taux de déformation $\varepsilon_1=7\%$, $\varepsilon_2=20\%$, $\varepsilon_3=45\%$, $\varepsilon_4=70\%$ et $\varepsilon_5=82\%$, au cours d'un recuit isotherme à 600°C , est représentée sur la figure (V.7). On constate que la dureté augmente avec l'augmentation du taux de la déformation avant le recuit.

Pour l'érouissage $\varepsilon_1=7\%$ et $\varepsilon_2=20\%$, la micro dureté diminue lentement pendant tout le temps de recuit. Cette faible diminution de micro dureté résulte sans doute d'un mécanisme de restauration: l'élimination partielle de dislocation en excès. (Fig.V.1), car on a pas observé une réaction de recristallisation lors des traitements prolongés dans ces échantillons faiblement déformés.

Pour l'érouissage $\varepsilon_3=45\%$, la microdureté diminue lentement pendant les premières minutes de recuit. C'est le phénomène de restauration. Il est probable que la charge de 100 g que nous avons utilisée rend l'essai insensible à ce début de recristallisation. Après 2 minutes de recuit. La micro dureté diminue plus rapidement. Ce qui veut dire que la vitesse de recristallisation augmente. À ce taux de déformation la restauration se produit donc simultanément à l'incubation de la recristallisation.

Pour le taux d'érouissage $\varepsilon_5=82\%$, on constate que la micro dureté se restaure très rapidement, est moins rapidement avec l'érouissage $\varepsilon_4=70\%$, pendant les deux premières minutes de recuit. Ceci est confirmé par l'étude par microscope optique où la structure très fine est obtenue pour l'érouissage $\varepsilon_5=82\%$, par rapport l'érouissage $\varepsilon_4=70\%$.

Une plus grande déformation ($\varepsilon_4=70\%$ et $\varepsilon_5=82\%$) appliquée à nos échantillons, accélère la recristallisation (surtout la germination), les grains écrouis (les plus durs) sont remplacés par les grains recristallisés (moins durs) ce qui restaure la dureté; c'est pourquoi la micro dureté pour un échantillon fortement déformé baisse beaucoup plus vite que celle d'un échantillon faiblement déformé.



FigV.7 : courbes de variation de dureté de Nickel, après homogénéisation de 48 heures à 850°C et déformé différemment par laminage à froid: ($\epsilon_1 = 7\%$), ($\epsilon_2 = 20\%$), ($\epsilon_3 = 45\%$), ($\epsilon_4 = 70\%$) et ($\epsilon_5 = 82\%$), puis recuit à 600°C.

Pour mieux comprendre l'effet de la température et le taux de déformation sur le processus de recristallisation dans notre alliage, nous avons travaillé avec une gamme de température de vieillissement 450°C à 555°C et dans chaque température on réduit l'échantillon par plusieurs taux de déformation. Pour la température 450°C, les déformations appliquées sont: $\epsilon_1 = 7\%$, $\epsilon_2 = 24\%$, $\epsilon_3 = 42\%$ et pour la température 555°C on a appliqué les déformations suivantes: $\epsilon_1 = 42\%$, $\epsilon_2 = 59\%$. Le choix de la température de recristallisation est faite d'après le diagramme d'équilibre du système d'alliage Al-Cu.

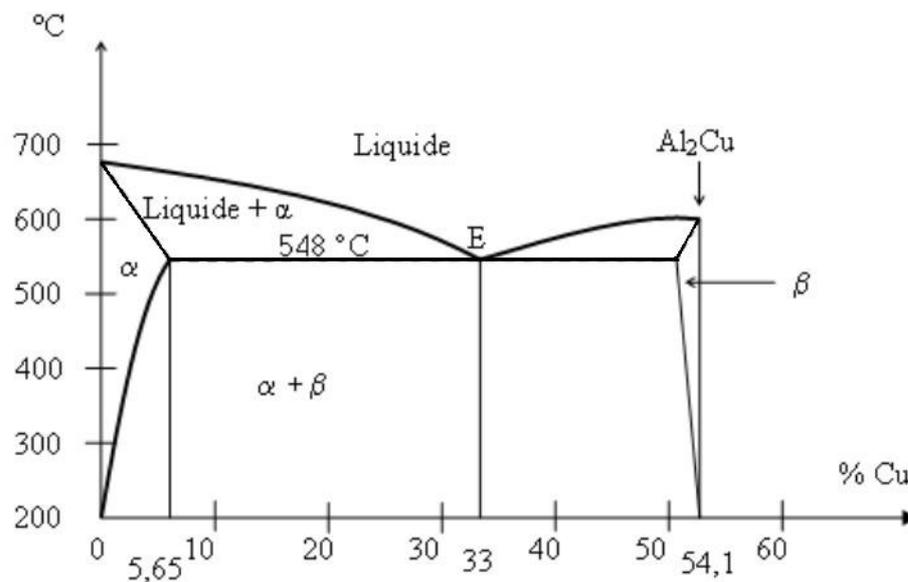


Diagramme de phase Al-Cu entre 0 et 60 % massique d'élément cuivre.

a) Pour l'échantillon vieilli à 450°C:

Pour l'échantillon faiblement déformé (7%) (Fig.V.8.a) le recuit de recristallisation est effectué dans le domaine biphasé ($\alpha + \beta$) à 450°C pour des différents temps de maintien (2min, 10min jusqu'à 48 heures). D'après nos observations microscopiques, on a constaté aucun changement structural notable, donc aucune réaction de recristallisation (Fig.V.8.b), la structure ne change pas, car la déformation de l'échantillon 7% est au-dessous du taux de déformation minimale pour produire la recristallisation.

Il est connu que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre de germes effectifs. Par ailleurs Humphreys et Hatherly [44], ont montré que les sites de germination pouvaient être fonction du taux de déformation. Au-dessous d'une

déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale.

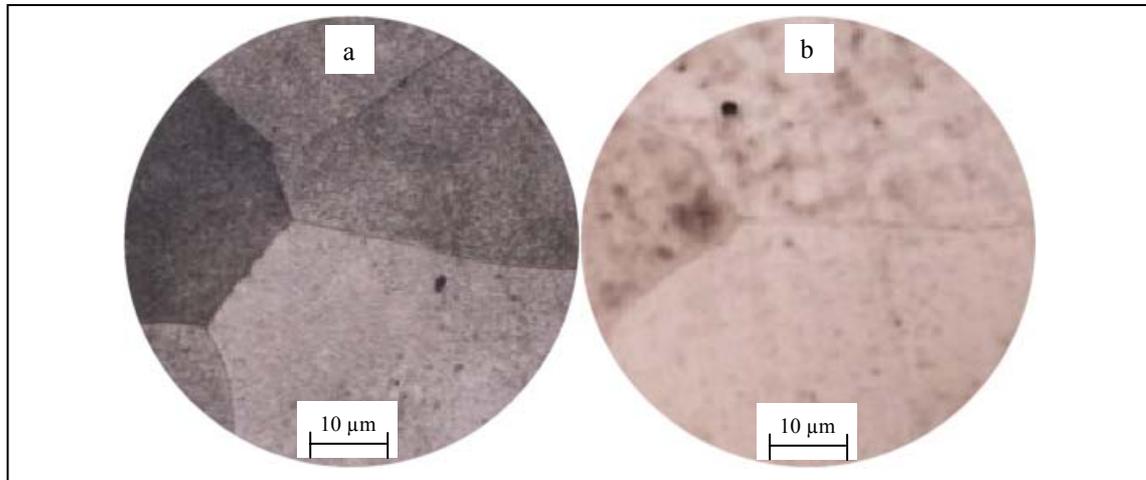


Fig.V.8 : Microstructures de l'alliage AL -4.5%mass. Cu, homogénéisé 24 heures à 450°C puis trempé à l'eau et déformé par laminage à froid ($\epsilon = 7\%$) (a), suivi d'un maintien à 450°C pendant 48 heures (b).

Pour l'échantillon à moyenne déformation $\epsilon = 24\%$ (Fig.V.9.a), nous constatons que juste après 40 minutes de maintien l'apparition de nouveaux petits grains (Fig.V.9.b) c'est la recristallisation primaire.

Mais après un maintien de 50 minutes, une nouvelle structure sur l'ancienne plage est observée (Fig.V.9.c), dont les joints de grain ne sont nettement visibles qu'après polissage ; ces grains sont plus gros et sont de différentes tailles.

Après 1h de temps de maintien à la même température, une autre nouvelle structure apparaît sur l'ancienne (Fig.V.9.d), caractérisée par la croissance des grains.

Nous avons remarqué la recristallisation secondaire (croissance exagérée) après un maintien de 5 heures et 20 minutes (Fig.V.9.e) et qui est basée sur la croissance de certains grains déjà recristallisés et qui envahissent très rapidement toute la matrice.

Pour l'échantillon le plus déformé 42% (Fig.V.10.a), après un recuit à 450°C pendant 25 minutes, nous constatons l'apparition de nouveaux petits grains dans des zones bien particulières (Fig.V.10.b), et on remarque une réaction de précipitation continue qui se produit parallèlement avec la réaction de croissance des grains Fig.(V.10.c).

Maintenant, si on prolonge le temps de recuit, on constate la croissance progressive des grains (Fig.V.10.e), car après 5 heures de maintien, est presque trois fois plus grande par rapport au structure de maintien de 50 minutes. Par conséquent, nous pouvons dire que pour une même température de recuit nous pouvons contrôler la cinétique de cette croissance et aussi la taille des grains par le taux de déformation préalable.

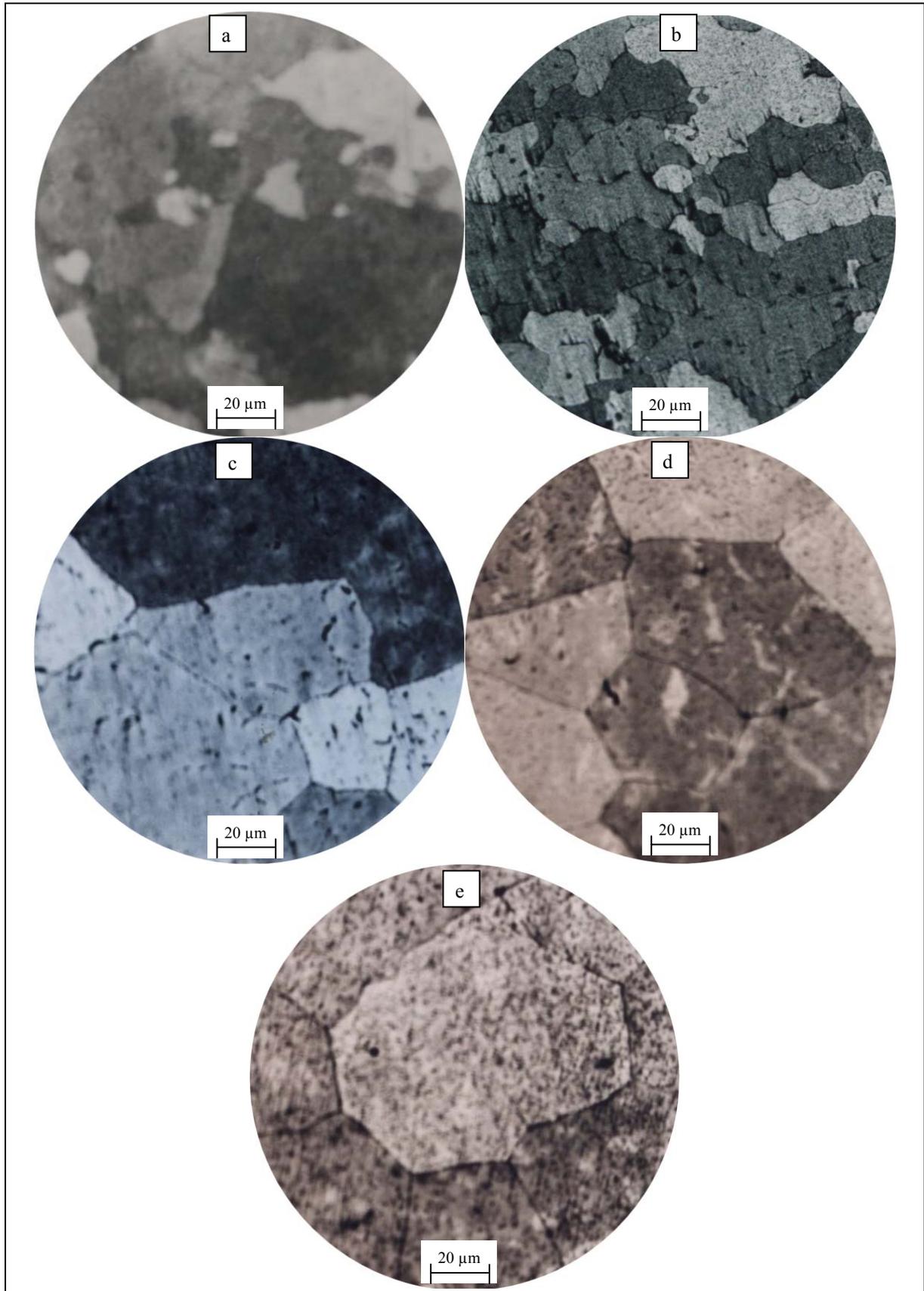


Fig.V.9: Microstructures de l'alliage AL -4.5% atome. Cu, homogénéisé 24 heures à 450°C puis trempé a l'eau et déformé par laminage a froid ($\epsilon = 24\%$) (a), suivi d'un maintien à 450°C pendant 40 minute (b) 50 minute (c) , 1heure (d), 5,20 heures (f).

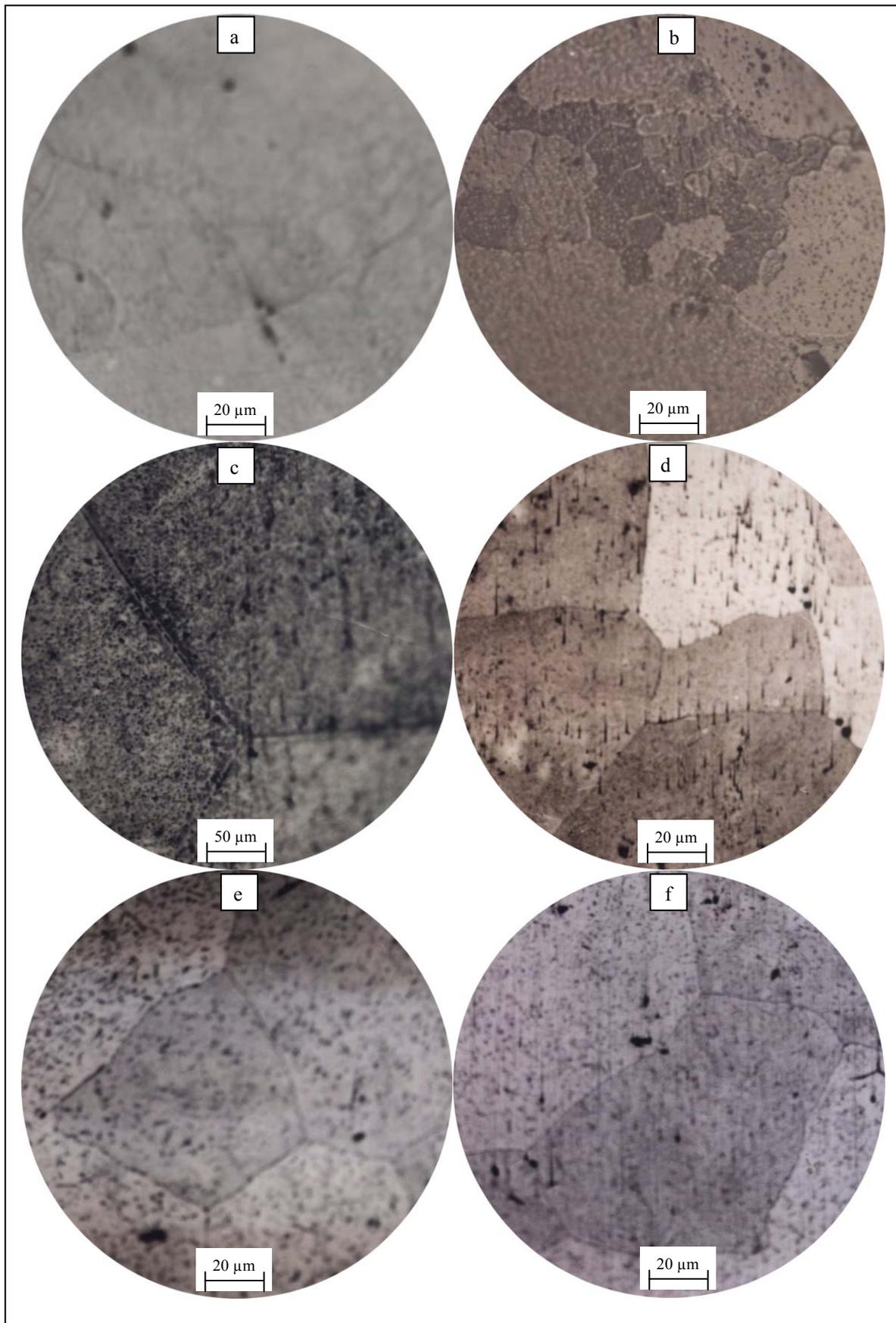


Fig.V.10: Microstructures de l'alliage AL -4.5% atome. Cu, homogénéisé 24 heures à 450°C puis trempé à l'eau et déformé par laminage a froid ($\varepsilon = 42\%$) (a), suivi d'un maintien à 450°C pendant 25 minute (b et c), 50 minute (f), 1heure (d), 5.20 heures (e).

b) Pour l'échantillon vieilli a 555°C :

Pour l'échantillon trempé et déformé à 42 % (fig.V.11.a), nous constatons après 10 .minutes la formation de nouveaux petits grains qui ont la même taille (Fig.V.11.b), (la recristallisation primaire).

Le prolongement du temps de traitement isotherme à 555°C conduira au phénomène de croissance progressive des grains ceci est observé mémé après 1 heure de maintien (Fig.V.11.c), et 5 heures de maintien (Fig.V.11.d).

Pour l'échantillon déformé à 59% (Fig.V.12.a), nous observons juste après un maintien de 2 minutes l'apparition de nouveaux petits grains (Fig.V.12.b).

Si on prolonge le temps de recuit on constate la croissance progressive des grains (Fig.V.12(c-d)) cette croissance est très rapide car la température est plus grande. Etant dans le domaine monophasé à 555°C la recristallisation est plus avantageée que la précipitation.

Etant dans le domaine monophasé à 555°C, le mouvement des joints de grain n'est en principe bloqué par aucun précipité, c'est pourquoi croissance des grains est facilitée.

Par conséquent, nous pourrons dire que la taille des grains peut être contrôlée par le paramètre température et ceci l'or qu'on fixe le taux de déformation plastique et le temps de recuit.

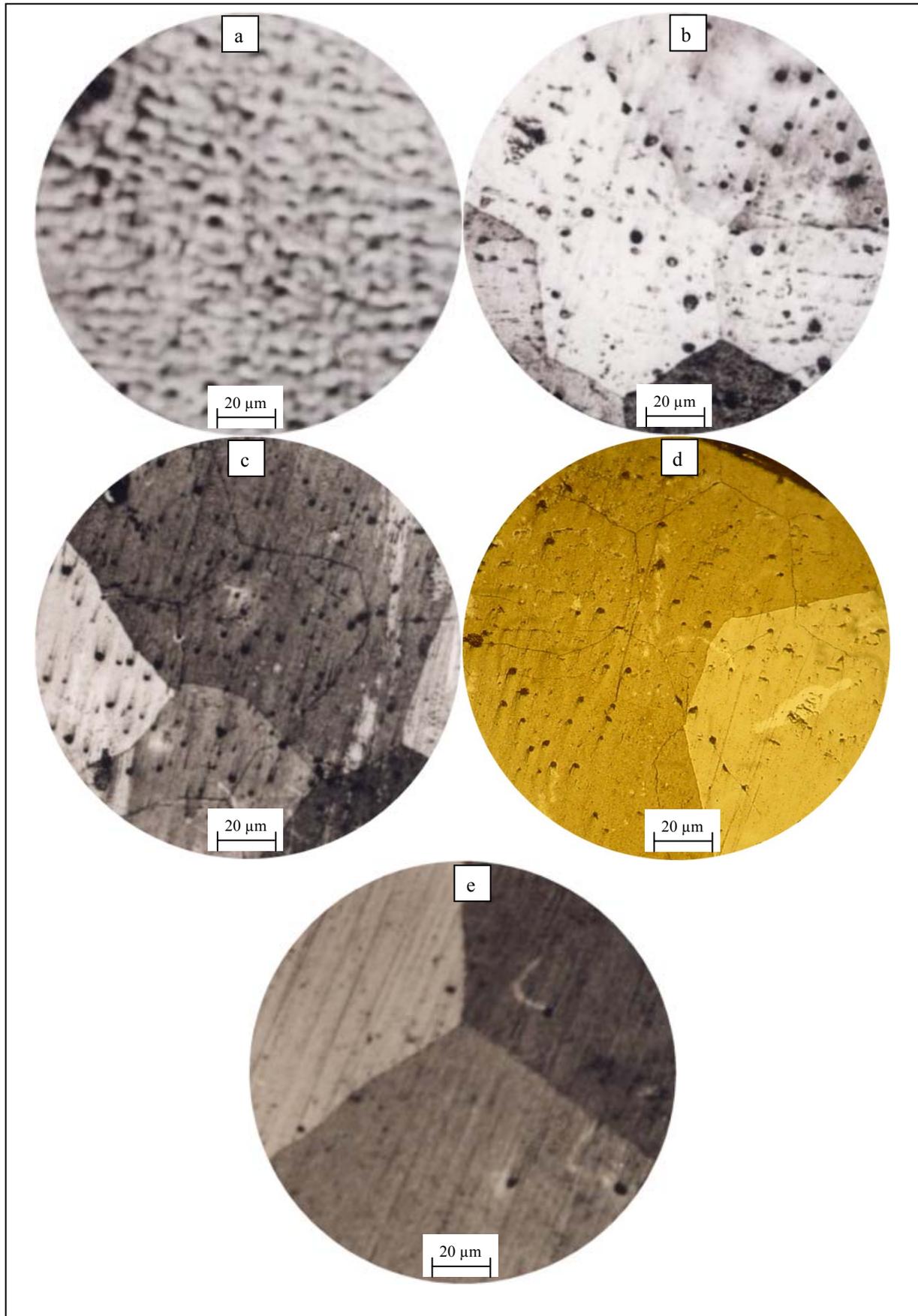


Fig.V.11: Microstructures de l'alliage AL- 4.5 %mass. Cu., homogénéisés pendant 30 minutes à 560°C puis trempé a l'eau et ensuite déformé par laminage a froid ($\epsilon = 42\%$) (a) , suivi d'un maintien à 555°C pendant 10 minutes (b), 2heures et 20 minutes (c). 15 heures et 50 minutes (d) et 46 heures (e).

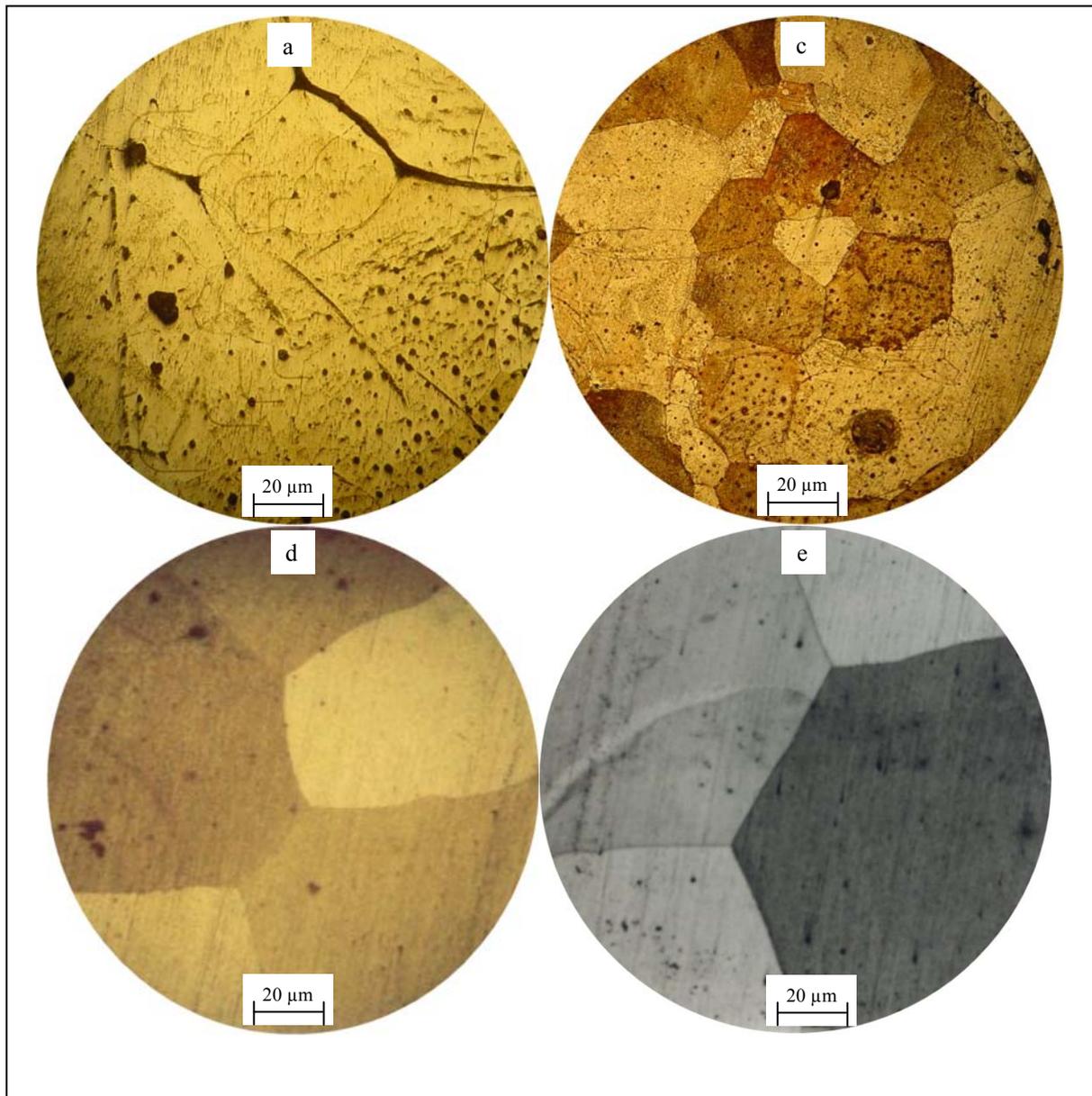


Fig.V.12: Evolution microstructure de l'alliage AL- 4.5%mass. Cu., après une homogénéisation pendant 30 minute a 526 °C, suivi d'une déformation plastique par laminage froid ($\epsilon = 59\%$) (a), puis recuit à 555°C pendant 2 minutes (b), 6 heures (c) et 15 heures et 50 minutes (d).

V-5 Mécanisme de mouvement des joints de grains dans l'alliage Al -Cu

Le mouvement du joint de grains est défini comme étant son mouvement dans la direction perpendiculaire à son plan tangent.

L'effet de mouvement du joint de grain joue un important rôle dans plusieurs processus métallurgiques tels que la précipitation et la recristallisation.

Plusieurs auteurs ont déjà effectué des mesures détaillées de la vitesse de déplacement des joints de grains dans différents matériaux, on peut par exemple citer l'aluminium, le fer, ou le titane. Les vitesses de déplacement sont habituellement déduites soit du suivi de la taille des grains les plus gros en cours de croissance soit par la méthode de Gahn-Hagel. Tous les expérimentateurs ont observé que la vitesse de déplacement des joints de grains diminuait de manière significative avec le temps de recuit [20].

Dans notre travail on s'est intéressé au mouvement de joint des grains au cours de la réaction recristallisation dans des échantillons déformés puis recuit.

Les échantillons de l'alliage Al-4.5%.mass.Cu., ont été d'abord homogénéisés 24 heures à 550°C et trempés à l'eau, ils ont été ensuite déformés par laminage à froid avec différents taux de déformation ($\varepsilon_1 = 0\%$, $\varepsilon_2 = 30\%$, $\varepsilon_3 = 75\%$.), dans le but de provoquer le mouvement des joints lors d'un recuit ultérieur.

Après un recuit de quelques minutes 5 minutes à 526°C les échantillons ont été bien polis et attaques chimiquement et pour bien expliquer le phénomène de mouvement de joint du grains, on a choisi une plage contenant un nombre important de joints pour suivre et contrôler l'évolution de la structure au cours de chaque recuit. Il faut noter que les échantillons ne doivent plus être polis jusqu'à la fin du traitement (jusqu'à 48h) et ce -ci pour conserver les " traces " laissés par le joint du grains après chaque recuit, mais l'attaque thermique est toujours appliqué.

La figure (V.13) présente un échantillon de l'alliage Al-4.5%.mass.Cu, homogénéisé trempé et non déformé ($\varepsilon=0\%$) puis recuit à 526°C. On constate aucun changement structural, après 2 heures de maintien (Fig.V.13.b), c'est-à-dire les joints de grains restent immobiles.

Mais après 48 heures de maintien à 526°C, on observe le déplacement du joint de grains (Fig.V.13.c), pas de déformation mais avec une faible vitesse.

Il s'avère donc que le joint de grain peut être instable même sans déformation plastique préalable, et aura tendance à déplacer pour arriver à un état plus stable. Ce déplacement du joint de grains est due au phénomène de diffusion intergranulaire lors de recuit.

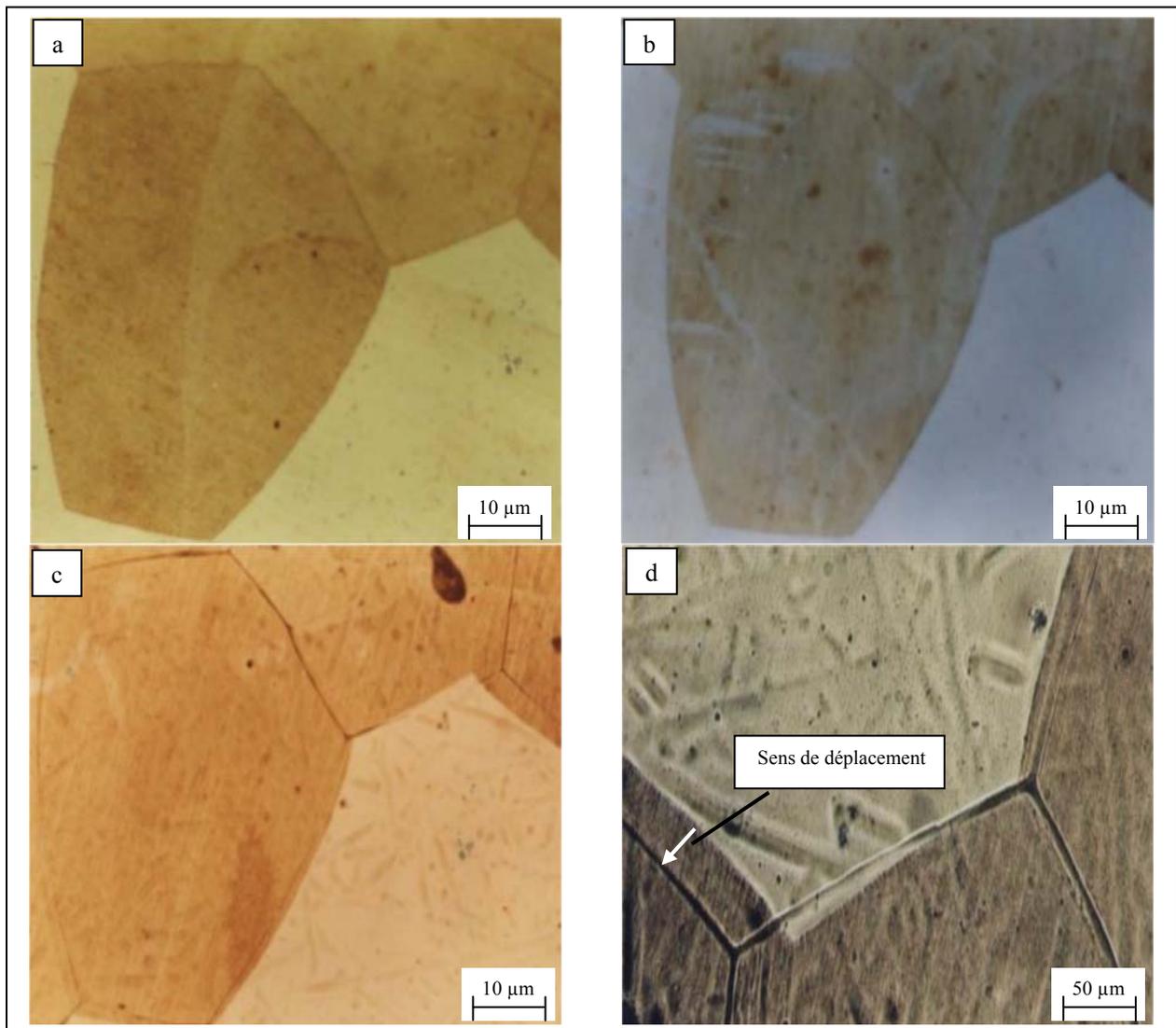


Fig.V.13: Microstructures de l'alliage AL -4.5 % mass., homogénéisé 24 heures a 526°C, et trempé a l'eau , sans déformation ($\epsilon = 0\%$) (a), recuit a 526°C pendant 2 heures (b), 48 heures (c) et (d).

La figure (V.14.a) nous montre la structure d'un échantillon homogénéisé trempé et déformé de (30%). La figure (V.14.b) montre après 20 minutes à 526 °C une nouvelle structure qui apparaît sur l'ancienne structure où on constate le déplacement de joint de grain.

Après 48 heures de maintien à 526°C on ne constate aucun changement structurel c'est-à-dire la position finale du joint normalement d'équilibre du joint.

En comparant les deux positions du joint (initiale et finale), on remarque que le joint qui était au départ droit devient courbé au fin recuit. C'est-à-dire les grains croissent et ce qui explique que la croissance est proportionnelle fonction de la mobilité de joint du grain.

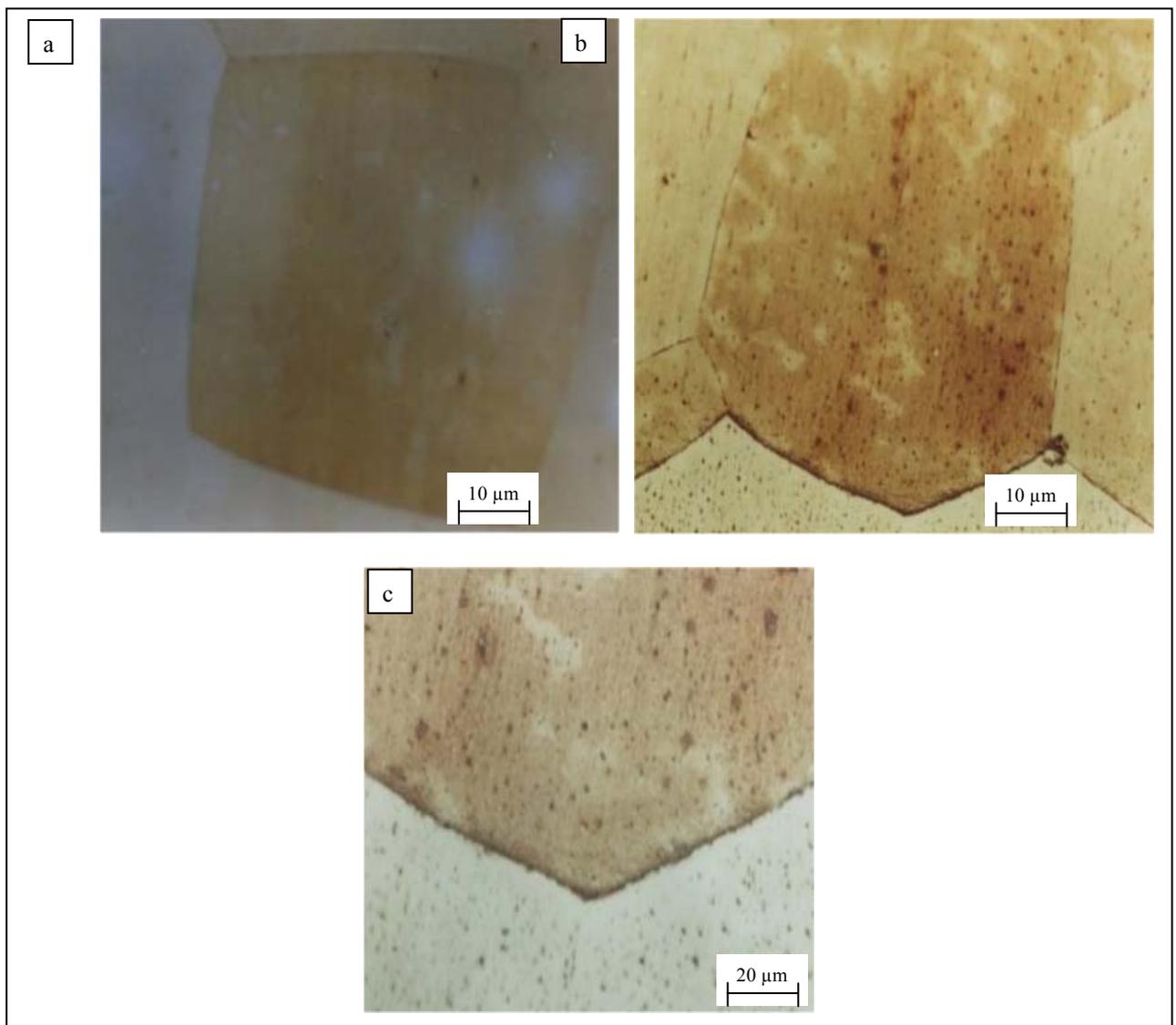


Fig.V.14: Microstructures de l'alliage Al- 4.5% mass.Cu., homogénéisé 24 heures à 526°C, trempé à l'eau et déformé à froid (30 %) (a) , puis recuit à 526°C pendant 20 minutes (b) et 48 heures (d).

Pour un échantillon fortement déformé ($\varepsilon=75\%$) (Fig.V.15.a), après un recuit de 2 minutes de recuit on constate qu'une nouvelle structure des joints déplacée par rapport à la structure précédente. Une série de recuits consécutifs (2 jusqu'à 20 minutes) montre que le joint continue à se déplacer laissant derrière lui les traces de son déplacement (Fig.V.15.b).

Après 40 minutes de recuit à la même température on remarque le mouvement progressif des joints (Fig.V.15.c) Les figures (V.15.(d-e-f)) montrent que les joints continuent de se déplacer après chaque recuit jusqu'à une position finale d'équilibre, et ce-ci du après 48h de recuit (Fig.V.15.g).

Après le recuit de 40 minutes on choisit une autre plage (Fig.V.16.b) pour démontrer bien le mouvement de joint de grains. On remarque le déplacement du joint des grains (Fig.V.16.c). Les figures (V.16. (d-e-f)) montrent que les joints continuent leurs déplacements après chaque maintien jusqu'à une position finale, (48 h)(Fig.V.16.g) .

Sur la même structure (Fig.V.16.g), on fait un polissage (Fig.V.16.h) dans le but de comparer la structure avant et après le recuit, on remarque que la taille du grain 1 diminue alors que la taille de grain 2 augmente. Les deux grains au dessous de ces derniers disparaissent à la fin de recuit.

Par conséquent, plus la déformation est plus grande et plus la vitesse de mouvement de joint de grains est plus rapide, ce qui accélère la réaction de croissance des grains.

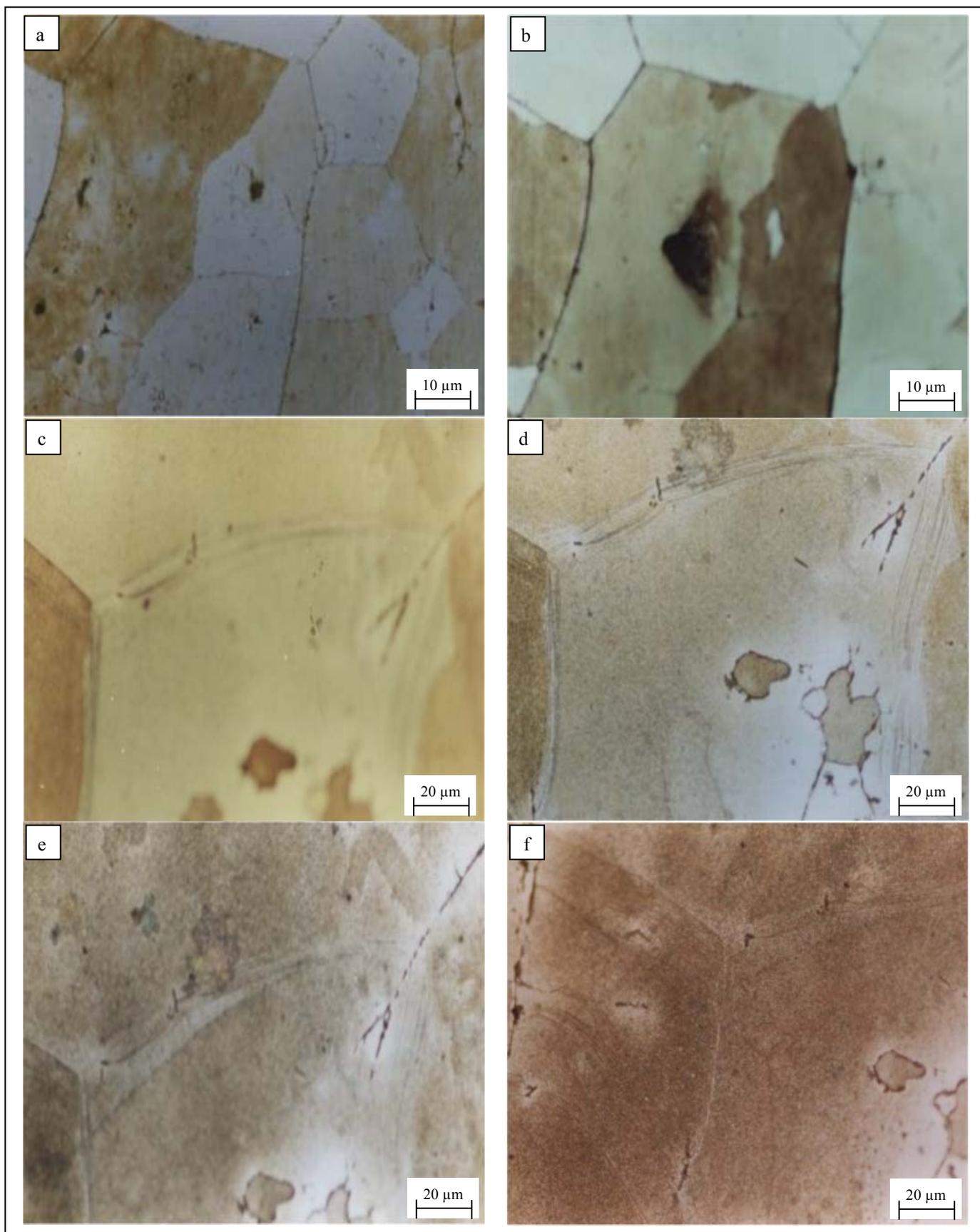


Fig.V.15: Microstructures de l'alliages Al-4.5%.mass.Cu., homogénéisé 24 heures a 526 °c , trempé a l'eau et déformé 75% (a) , puis recuit pendant 20 minutes (b), 40 minutes (c), 2heures (d) , 24 heures (e), 47 heures (f).

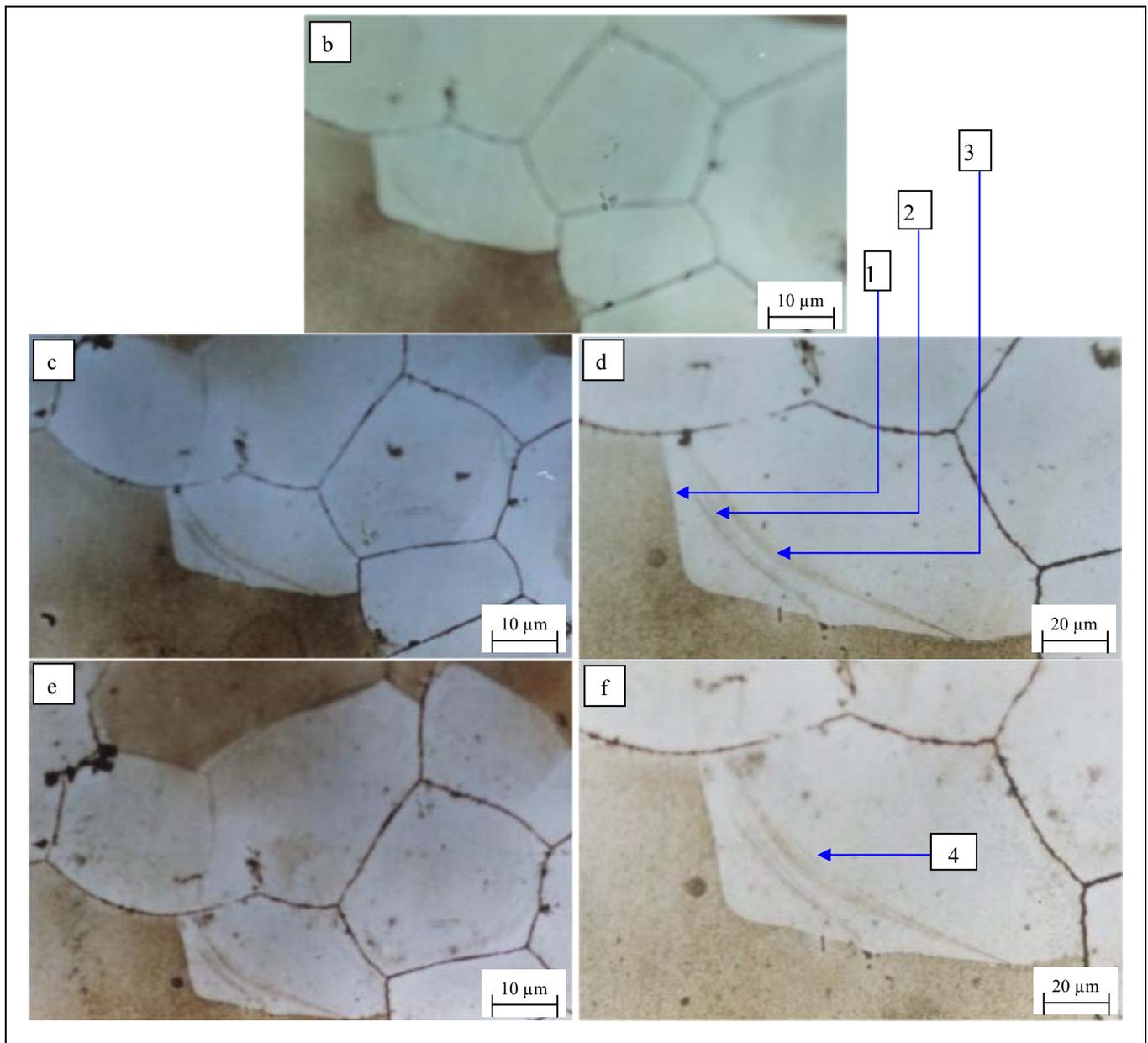


Fig.V.16 : Microstructures de l'alliage Al- 4.5%mass.Cu., homogénéisé 24 heures a 526°C, trempé a l'eau et déformé 75 % puis recuit pendant 40 minutes (b), 2 heures (c) et (d), 24 heures (e) et (f) .

- 1: Position du joint de grain à l'instant $t=0$ min
- 2: Position du joint de grain à l'instant $t=40$ min
- 3: Position du joint de grain à l'instant $t=2$ h
- 4: Position du joint de grain à l'instant $t=24$ h
- 5: Position du joint de grain à l'instant $t=48$ h

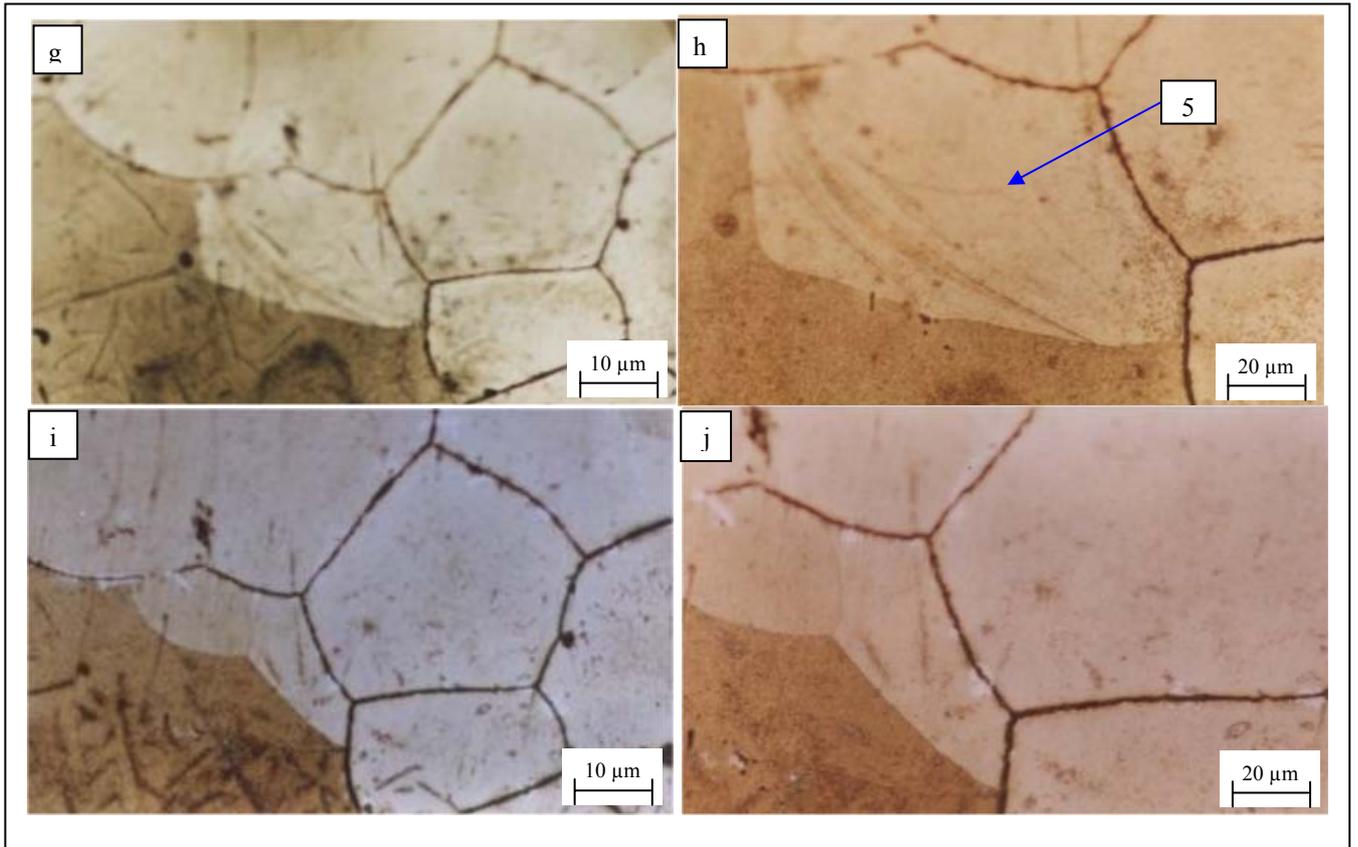


Fig.V.16 (suite) : Microstructures de l'alliage Al- 4.5%mass.Cu., homogénéisé 24 heures a 526°C, trempé a l'eau et déformé 75 % puis recuit pendant 48 heures (g), (f), (i) et (j) et .(i – j) avec polissage.

La Figure (V.16.b) représente la différence de position de joint de grain entre l'état initiale et finale.

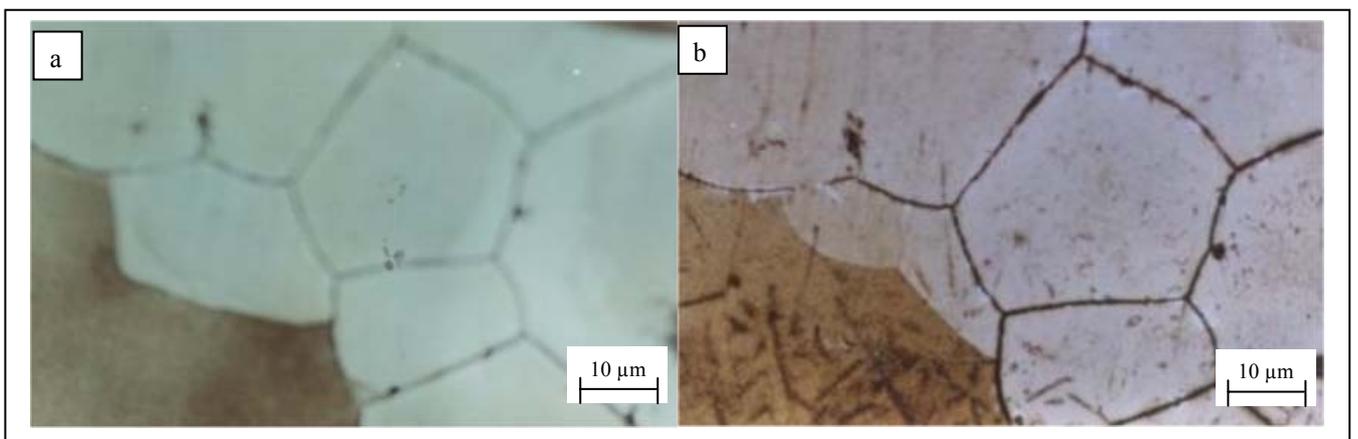


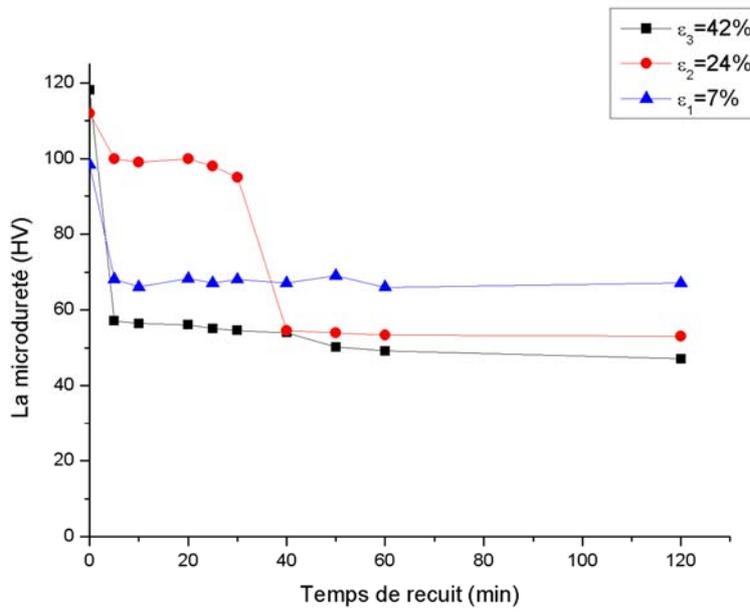
Fig.V.16.b: Microstructures de l'alliage Al- 4.5%mass.Cu., homogénéisé 24 heures a 526°C, trempé a l'eau et déformé 75 % (a) puis recuit pendant 48 heures (b).

L'évolution de la micro dureté en fonction du taux de déformation à froid avant et après traitement de recuit de l'alliage Al-4.5%mass.Cu., est présentée sur la figure (V.17).

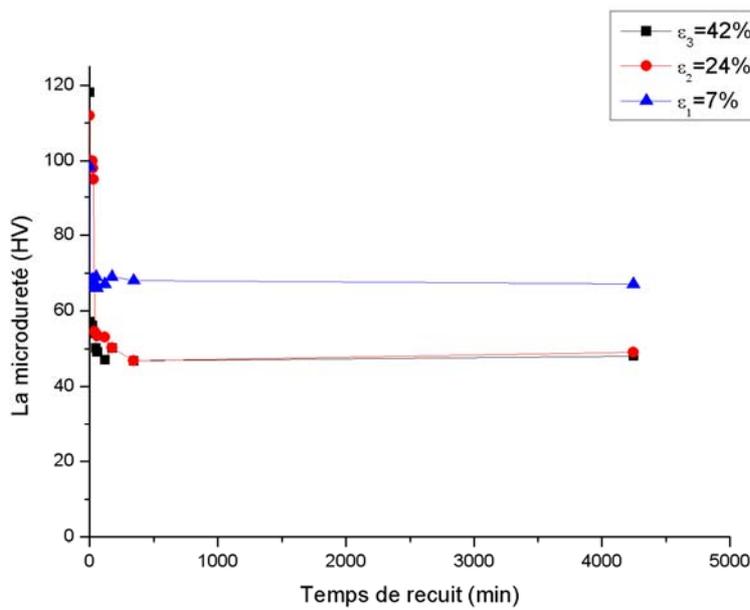
Pour l'écrouissage $\varepsilon=7\%$, on observe que la micro dureté diminue lentement pendant le traitement de recuit, cette diminution de la microdureté résulte sans doute de processus de restauration : l'élimination partielle de dislocation en excès.

Pour l'échantillon déformé 24%, la micro dureté diminue lentement pendant les premières 30 minutes de recuit après la restauration. Après 30 minutes de recuit, la micro dureté diminue plus rapidement, lorsque le mécanisme de recristallisation est produit.

Pour l'échantillon déformé 42%, on remarque que la microdureté se restaure rapidement par rapport à l'écrouissage 24%. Une grande déformation ($\varepsilon=42\%$) accélère la recristallisation. Les grains écrouis (les plus durs) sont remplacés par les grains recristallisés (moins durs) ce qui restaure la dureté.



a



b

Fig.V.17: Courbes de variation de dureté des alliages Al4.5% mass.-Cu., après homogénéisation de 24 heures à 450°C et déformé différemment par laminage à froid: ($\epsilon_1=7\%$), ($\epsilon_2=24\%$), ($\epsilon_3=42\%$), puis recuit à 450°C.

V-6. Evolution de la taille de grain durant la recristallisation

Les figures (V-(19,20)) montre l'évolution de la taille des grains au cour du recuit isothermes à différeront température et déformation pour (Ni,Al-Cu). La taille moyenne de grains pour chaque échantillon est calculée à partir de la méthode planimétrique de Jefferie.

Pour les faibles déformations, la taille moyenne de grains diminue dès le commencement de la recristallisation, du fait la germination de nouveaux grains, puis augmente lorsque la recristallisation se produit.

Pour les forte déformation, l'évolution des aire de grains en cour de recristallisation peut aussi observé dans les figures (V-(19,20)).contrairement au taux de déformation faibles, la taille de grain diminue fortement dès que la recristallisation commence .La vitesse de recristallisation est si rapide que nous ne pouvons pas détecter ce qui se passe dans les premier instants du recuit. Pourtant, nous pouvons supposer qu'il y aura évolution en germination et croissance de grains similaire à celle observée pour l'échantillon faible déformé .On peut constater sur la figure (V.19.) que la taille de grains ne varie guère avec le temps de recuit au cour de recuit isothermes à 600°C. Ceci indique que la vitesse de germination est beaucoup plus rapide que celle de croissance, si bien que la germination est prédominante dans le processus de recristallisation quand le taux de déformation est élevé, par exemple, ($\varepsilon = 82\%$ pour Ni).

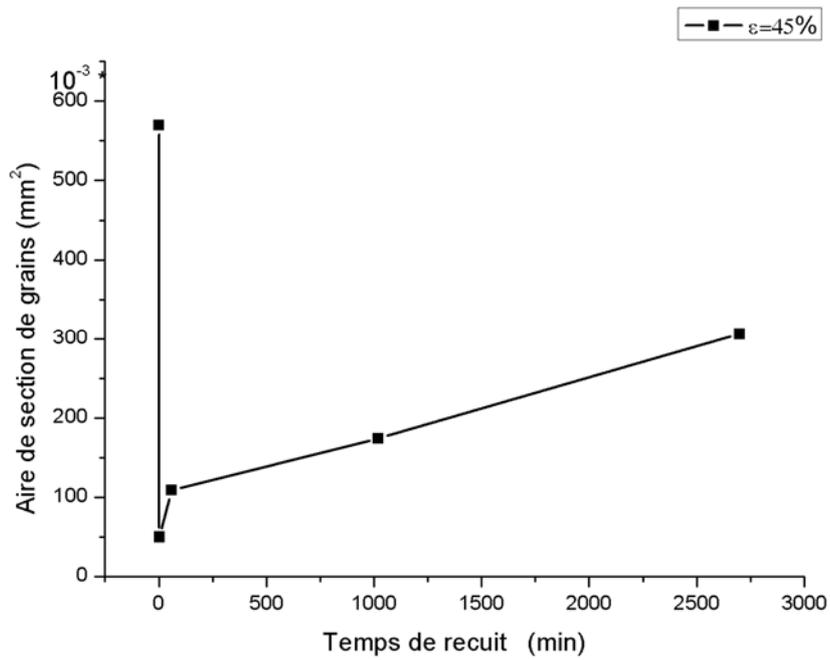


Fig. V.19.a : Evolution des tailles de grain de Ni, pendant un recuit isotherme à 600°C pour $\epsilon = 45\%$

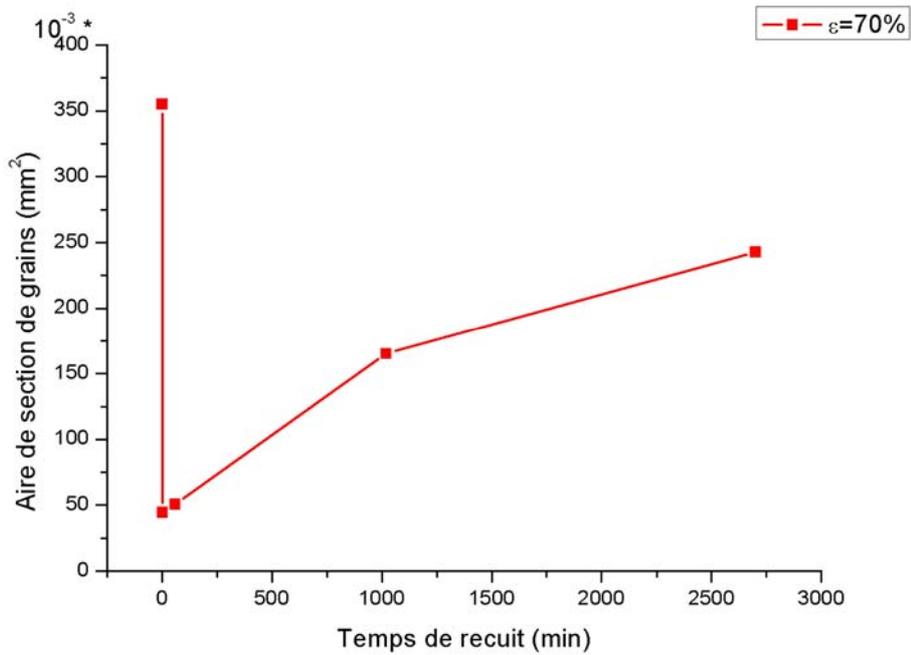


Fig. V.19.b : Evolution des tailles de grain de Ni, pendant un recuit isotherme à 600°C pour $\epsilon = 70\%$

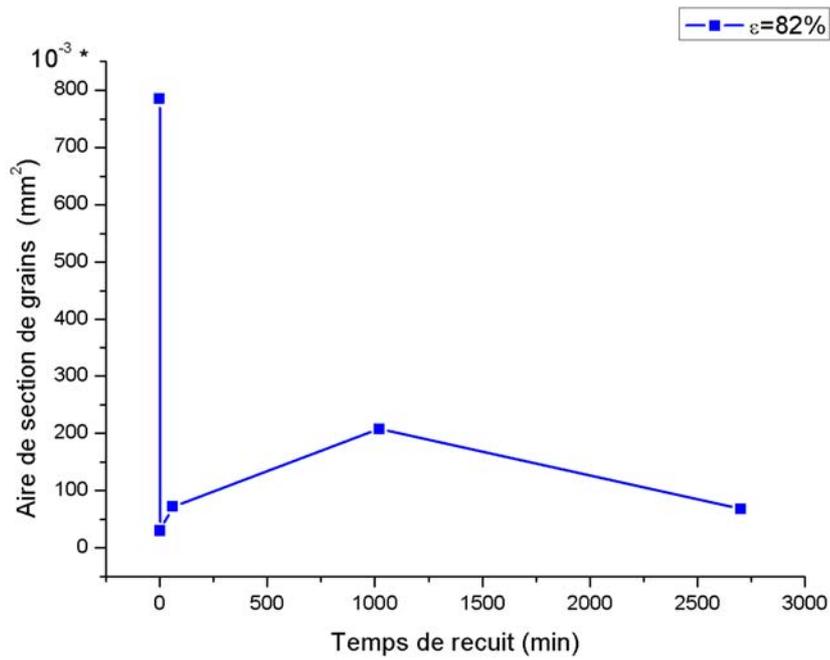


Fig. V.19.c : Evolution des tailles de grain de Ni, pendant un recuit isotherme à 600°C pour $\epsilon = 82\%$

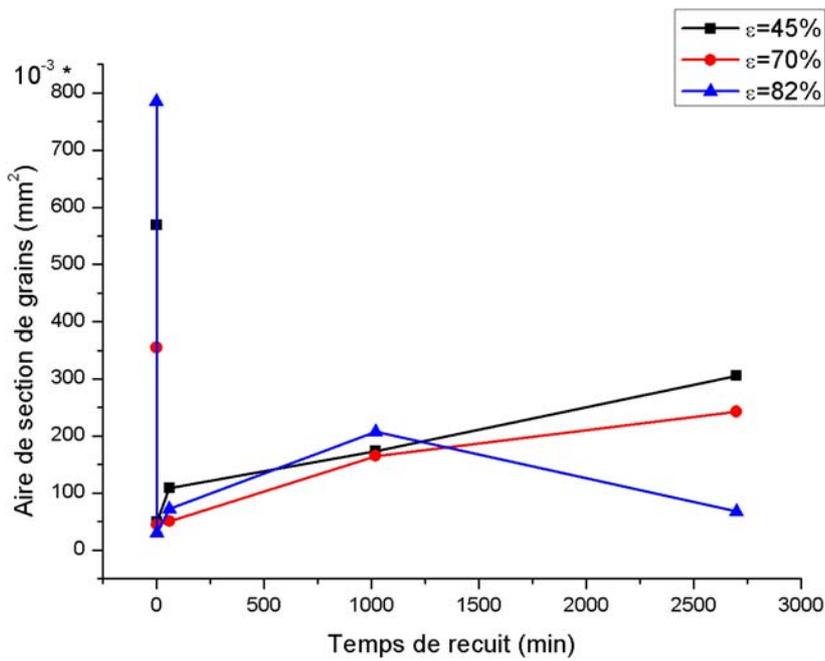


Fig. V.19 : Evolution des tailles de grain de Ni, pendant un recuit isotherme à 600°C pour les déformations $\epsilon = 45\%$, 70% et 82%

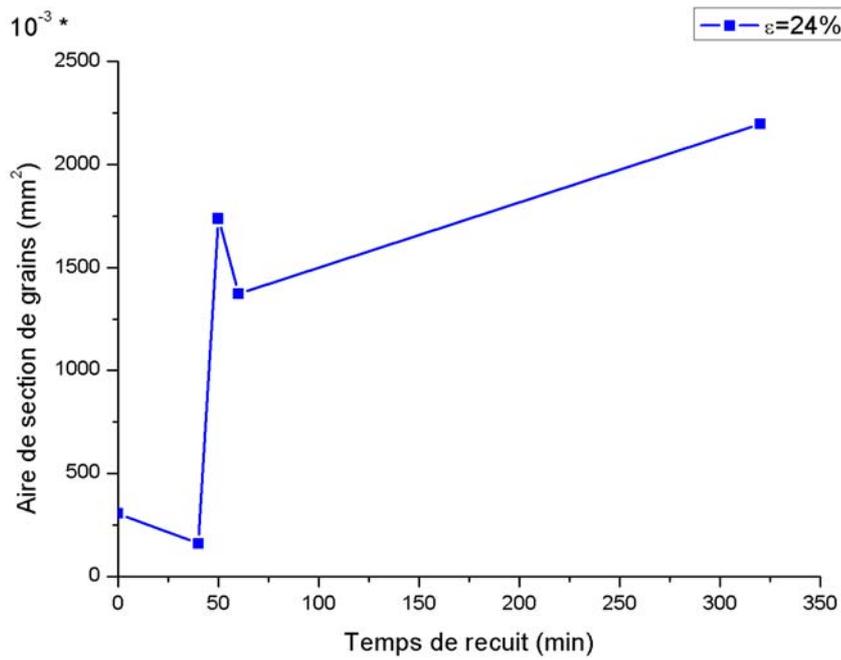


Fig. V.20.a : Evolution des tailles de grain de Al-4.5.mass.Cu. pendant un recuit isotherme à 450°C pour $\varepsilon = 24\%$.

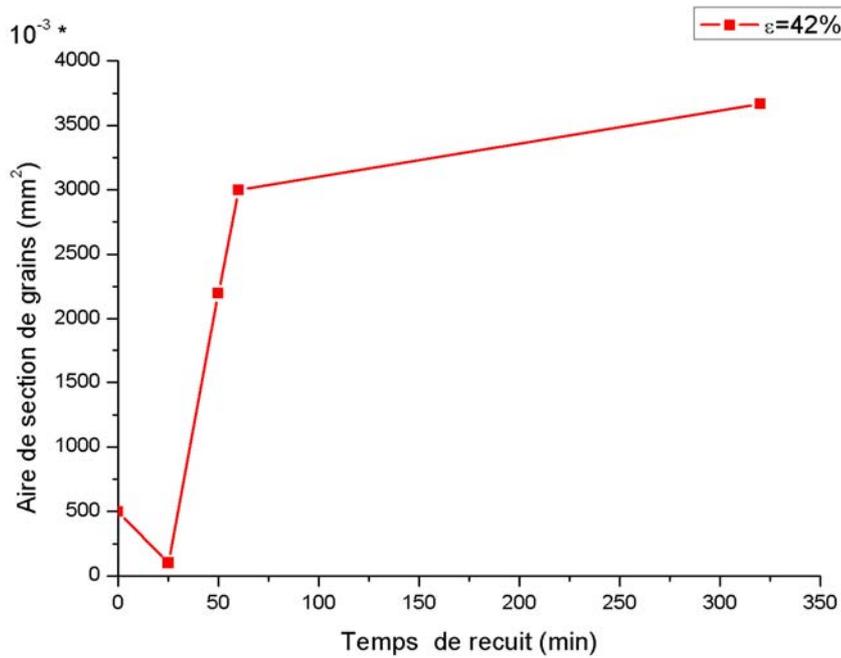


Fig. V.20.b : Evolution des tailles de grain de Al-4.5.mass.Cu. pendant un recuit isotherme à 450°C pour $\varepsilon = 42\%$.

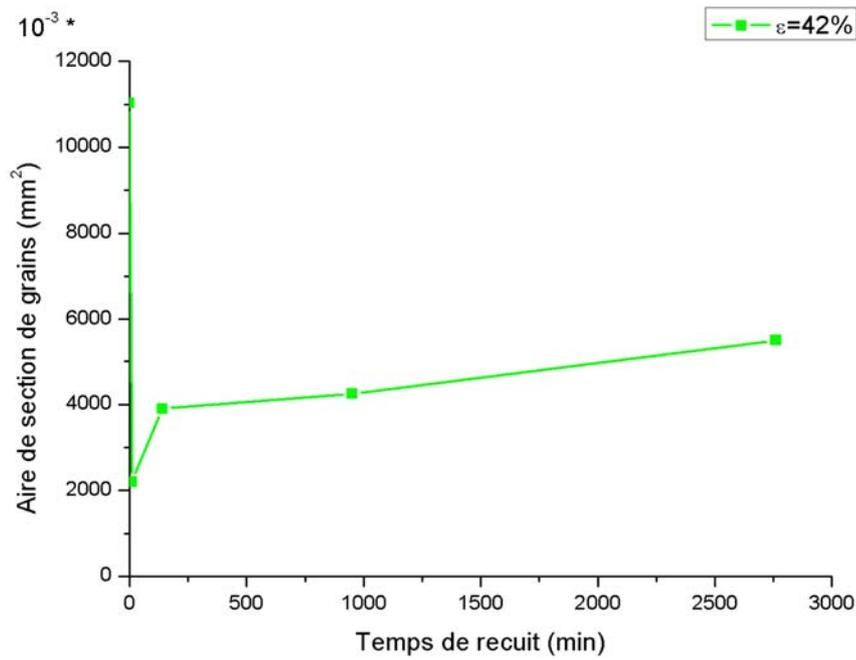


Fig. V.21.a : Evolution des tailles de grain de Al-4.5.mass.Cu. pendant un recuit isotherme à 555°C pour $\epsilon = 42\%$.

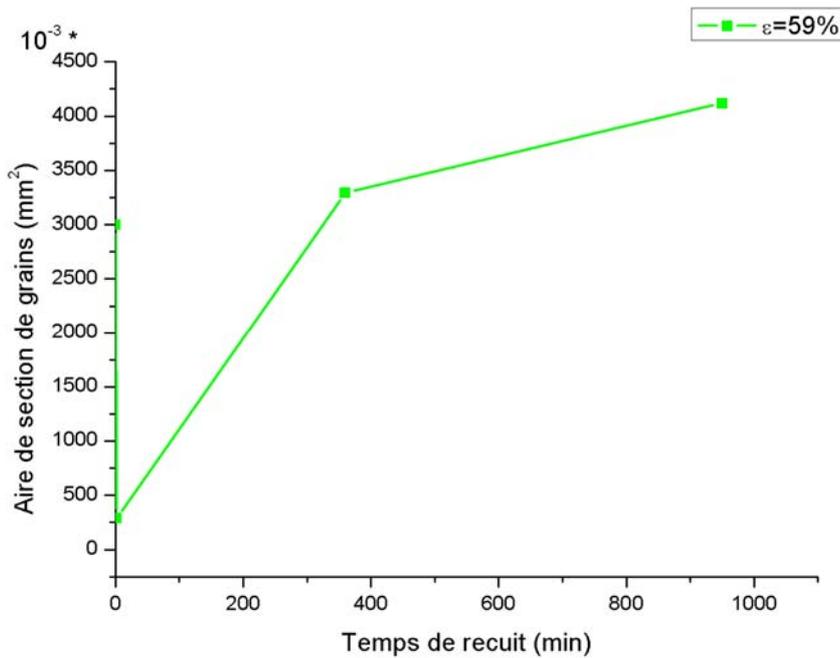


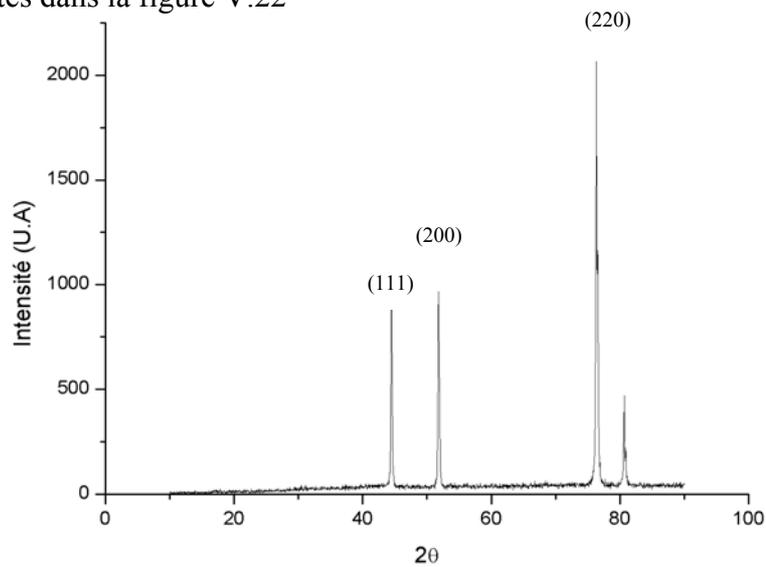
Fig. V.21.b : Evolution des tailles de grain de Al-4.5.mass.Cu. pendant un recuit isotherme à 555°C pour $\epsilon = 59\%$.

V-7. Etude par diffraction des rayons X:

V-7-1. Cas du Nickel :

a- Etat déformé

Les spectres de diffraction de rayons x de Nickel après déformation plastique sont représentés dans la figure V.22



(a)

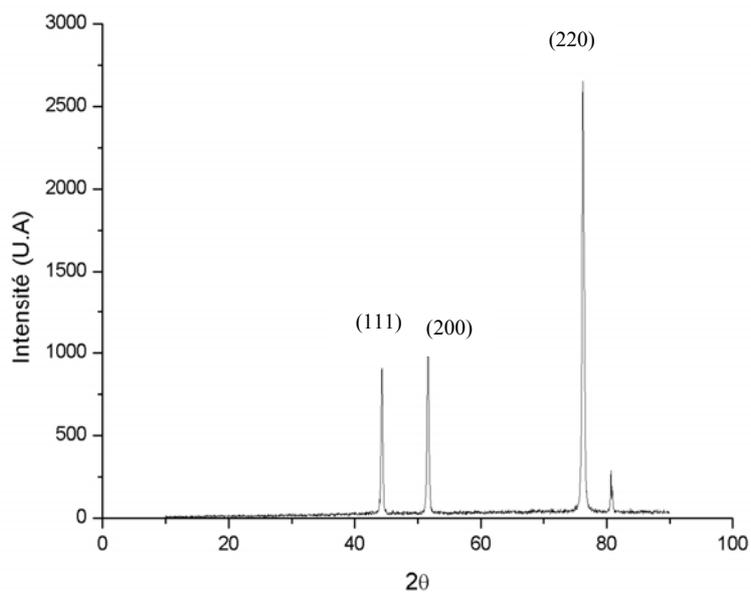


Fig.V.22: Spectres de diffraction des rayons X des échantillons de Nickel homogénéisé, trempé a l'air et déformé à 7% (a), trempé a l'air et déformé à 82% (b).

Les trois premières raies obtenues par analyse de diffraction des rayons X de l'échantillon faiblement déformé ($\varepsilon=7\%$), (Fig.V.22.a), sont résumées dans le tableau suivant:

Plan (hkl)	Intensité	2θ
(111)	100	44.505
(200)	42	51.844
(220)	21	76.366

Donc le pic le plus intense correspond au plan (220); par contre le spectre de diffraction des rayons X (Fig.V.22.b) de l'échantillon qui a été déformé par laminage à froid a donné l'ordre d'intensité suivant:

Ce qui veut dire qu'il y a une texture de type (220), autrement dit réorientation des grains dans le sens de laminage.

Plan (hkl)	Intensité
(220)	100
(200)	40
(111)	38

b- Etat recuit:

Maintenant, si on recuit à ces mêmes échantillons déformés (Fig.V.23.a), on constate l'augmentation de l'intensité du pic qui correspond au plan (111), ce qui signifie qu'il y a une légère restauration de la structure mais pas totale, car le pic (111) ne revient pas à son intensité initiale (Fig.V.19.b), car le pic (111) est le plus intense.

Par conséquent, nous pouvons dire que le temps de maintien à cette température n'est pas suffisant pour récupérer la structure initiale, c'est pourquoi on doit prolonger le temps de maintien.

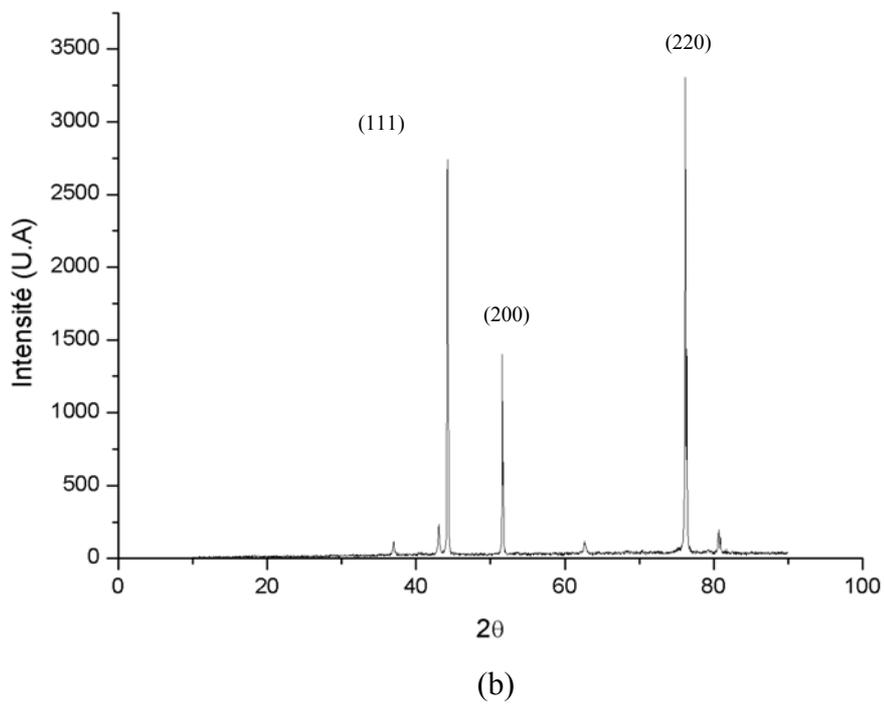
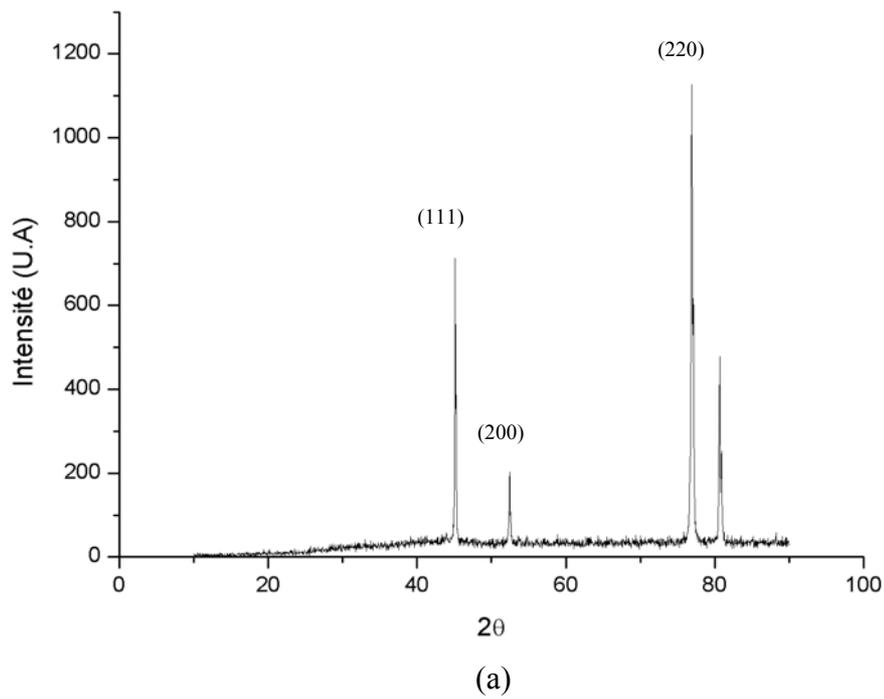


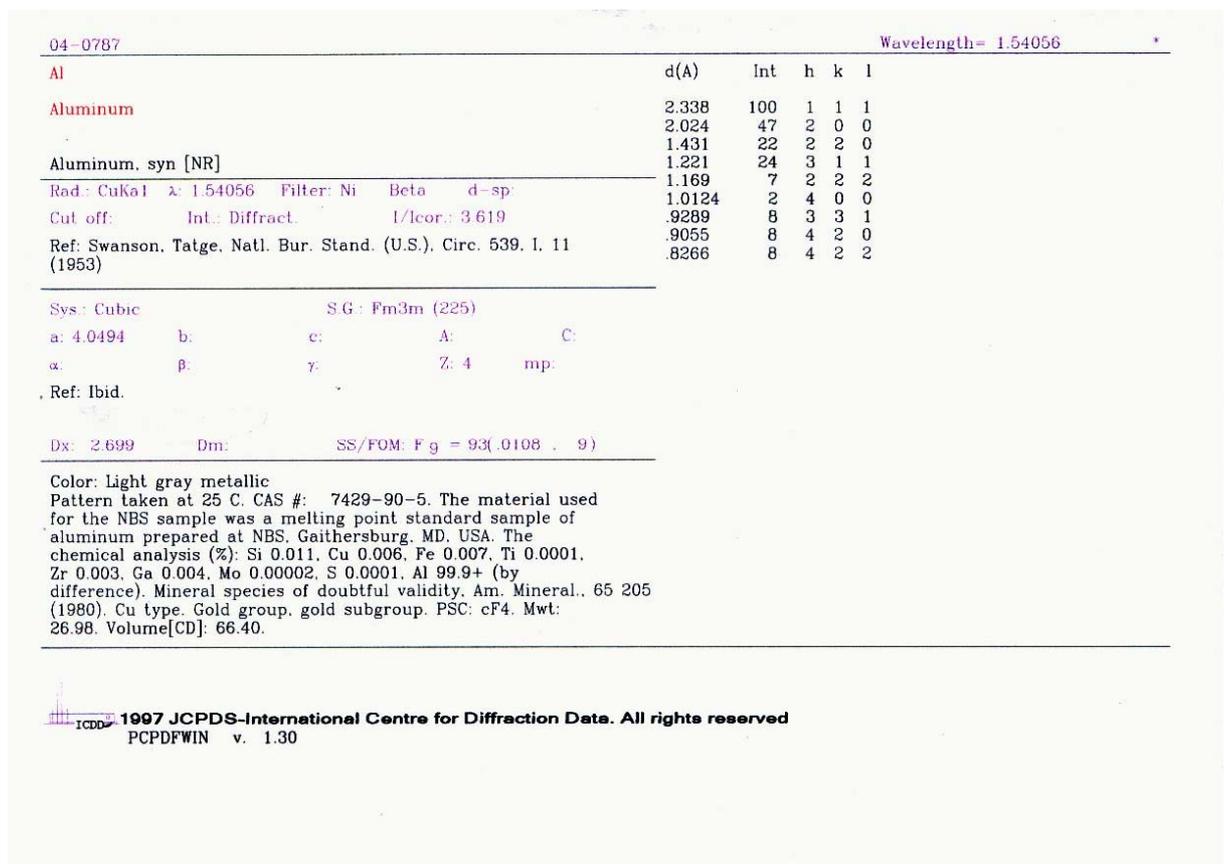
Fig.V.23: Spectres de diffraction des rayons X des échantillons de Nickel homogénéisé, trempé a l'air, déformé à 7% et recuit à 600°C,46h (a), trempé a l'air, déformé à 82% et recuit à 46h (b).

V-7-2 Cas de l'alliage Al-4.5%-Cu:

Le spectre de diffraction de rayon x après une réduction par laminages à froid de l'alliages Al-4.5% Cu qui a déjà subi une homogénéisation à 450°C puis trempé est présenté dans la figure V.24.

Nous constatons l'existence seulement du pic de diffractions correspondantes seulement à une structure monphasée.

D'autre part, l'intensité élevée du pic correspondant au plan (220) correspond à une structure texturée ceci confirme l'effet de la déformation plastique, car il est connu que le pic de la famille du plan (111) est le plus intense et ce-ci d'après les fichiers ASTM : (Voir fiche ASTM de l'aluminium.)



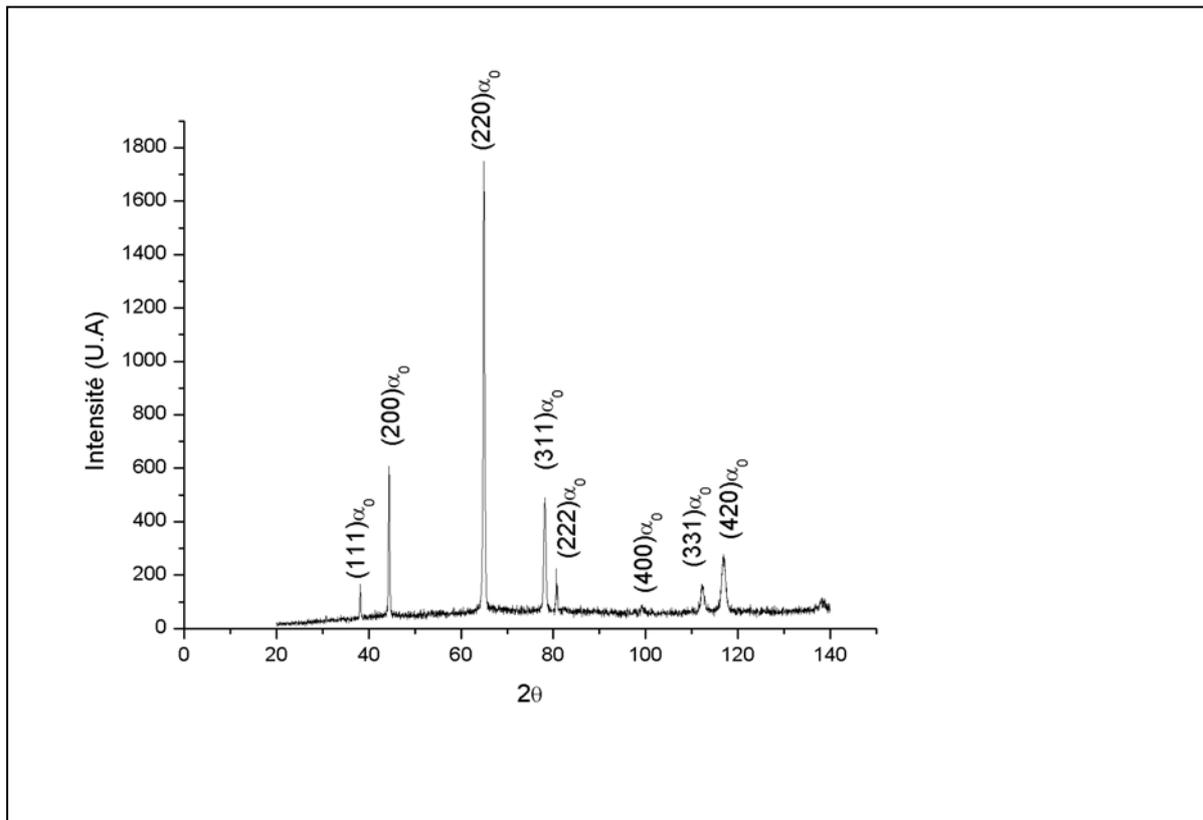


Fig.V.24: Spectres de diffraction des rayons X des échantillons de l'alliage Al-4.5%-mass.Cu homogénéisé, trempé a l'eau , déformé puis recuit à 46h .

Conclusion

Conclusion

Dans ce travail de recherche, nous avons étudié la réaction de recristallisation sur des échantillons pré déformés par laminages à froid.

Un grand intérêt est donné au mouvement du joint de grains lors des traitements thermiques isothermes.

Pour ce faire, différentes méthodes expérimentales simples et efficaces ont été utilisées pour suivre les différents changements des structures parmi d'autre la microscopie optique (surtout par l'attaque thermique) mesure de micro dureté et diffraction des rayons X.

Les matériaux qu'on a choisis sont: un alliage binaire léger :Al-4.5%mass.Cu. un métal pur: Nickel (Ni)

Les résultats les plus importants qu'on a obtenus montrent que :

- ✓ Les processus de recristallisation se font en deux stades : recristallisation primaire menant à une structure fine suivie d'une croissance des grains des deux matériaux.
- ✓ La réaction de recristallisation dépend de plusieurs paramètres suivants: Taux de déformation, temps et température de recuit. C'est-à-dire :

a- Le temps de début de recristallisation augmente avec l'augmentation du taux de déformation et de la température

b- La recristallisation se produit après une déformation critique.

D'autre part, on a pu remarquer certains phénomènes:

- ✓ Observation d'une croissance anormale des grains (recristallisation secondaires) à 600°C le Nickel, et ce-ci après une recristallisation primaire d'un échantillon déformé par laminage à froid.
- ✓ Observation de mécanisme du mouvement de joint de grains au cours de recuit par attaque thermique dans Al-Cu.

- ✓ le mouvement de joint de grains dans alliages Al-Cu, est observé même sans une déformation plastique préalable.
- ✓ La vitesse de mouvement de joint de grains augmente avec l'augmentation de la déformation et de la température.
- ✓ Le mouvement du joint diminue avec le prolongement du temps de recuit.
- ✓ la microdureté diminuée avec le processus de recristallisation. Au début de recuit pour les faibles déformations, la diminution de microdureté avec le temps est due au processus de restauration.

Ce travail nous rend, en conséquence, plus conscient à développer les connaissances de ce domaine et élargir le champ de recherche. Parmi les sujets qui restent à explorer seraient :

- ❖ L'étude numérique de mouvement de joint de grain en utilisant la simulation par la méthode de Monté Carlo,
- ❖ L'étude expérimentale sur l'effet des particules (étrangère) sur le mouvement de joint de grains lors de la recristallisation.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] J.Philibert, A.vignes,Y.Bréchet et P.Combrade,Métallurgie du matériau, Ed Masson (1998).
- [2] P.Beaumont, N.desbiens, Dubé,G.Gagnon, A.Nabet,A.tagnit-Hamou, S.Turenne, Science et génie des matériaux.. Paris.(2003).67.68.69.71.
- [3] O.Khalfallah. thèse de doctorat d'état,Orasay(1988)
- [4] J.Benard,AMichel,J.Philibert and J.Talbot, métallurgie générale,ed Masson (1991).
- [5] G.Saada, G.Saintfor,g.Martin, J.Levry. J.Oudar, Interfaces en métllurgie, Trans Tech Pub,(1973),17.
- [6] Bargel/schulze., Les défauts dans la structure cristalline.:(1988).
- [7] Peter Haaser; translated by J.Mordike.;Cambridge (1997),44,45,46.
- [8] M.Toubane.Thèse de magistère, Université mentouri, (2004).25
- [9] V.Vitek,A.P.sutton.D.A.Smith.R.C.Pond, Grains boundary structure and Kinetics.,Ed R.W.Balluffi,American Society for Metals, Metals Park,Ohio,(1980).,215
- [10] S.Nichols.,Polyherdral structures and solute segregation in computed boundaries.,USA(.1981).423,424.
- [11] C.haussin.G.Hilly.,Alliges métalliques.,tome 1Boradas.(1976),84.
- [12] K.Wilfried,P.J.Mercier,G.Zambelli, introduction à la sience des matériaux 2 édition (1995).,147.
- [13] S.Moulehem, Thèse de magister, Université Mentouri. (2002).
- [14] J.Pholibet, A.Vingnes,Y.Brechet et P.Cobrade.,Métallurgie du minerai au matériau 2 édition.,Paris (2002).
- [15] Notation de cours, Influence de la mise en forme MXE-010.
- [16] J.Wiley, Sons,Inc, NewYork, London.(1963).
- [17] Burke, J.E and D. Turull, (1952), Progr.Met. Phys, 19,(945,946).
- [18] N.Bouaouadja,"Matériaux Tome: 1 Matériaux Métalliques, Alger,(1992).
- [19] G.Saindrenan,R.Legall,F.Christen.,Endommagement interfacial des métaux, Paris. (2002). 44,45,46.
- [20] G.Liao, Thèses de doctorat.Nantes,(1998).
- [21] Vandermeer,R.and P.Gordon.1963,Recovry and Recrystallization Of Metals, Nework. (1952).,211.

- [22] Beck,P.And P.R.Sperry,(1950),21,150,
- [23] E.Grant,A.Poter and B.Ralph,Journal of Materials Science 19,3557-3573(1984).
- [24] WW.Mullins, Acta Met, 4,431(1953).
- [25] J.E Burke, Trans,Amer.Ins .Met.Eng,180,37(1949).
- [26] Mhillert , Acta Matal 13,227(1965).
- [27] B.Moufida, thèse de magistère, Université Mentouri,(2003).
- [28] O.Dimtrov,.Les joints intergranulaires dans les métaux, .Ed., Saintetienne. (1975), 247, C4-319.
- [29] G.Martin,J.Levry,J.Oudar,G.Saada et Saintfort,.Interfaces et surfaces en métallurgie.,TransTech Publications.149(1975).
- [30] J.W .Rutter et K.T Aust, Trans, Aime.(1960),.218.
- [31] F.Christien, R.Lergala, G.Saindrenan, Chimie interfaciale et endommagement des matériaux , Ed polytech Nontes (2001).
- [32] K.LuKe et K.Detert,Acta Metall,5,628(1957).
- [33] J.W.cahn, Acta Metall, 10,789(1962).
- [34] M.Hillert et B.Sundman, Acta Metall, 24,731.(1976).
- [35] J.Agren, Acta Metall.37, 181,(1989).
- [36] M.Suenhiro, Z.Kliu et Agren, Metall Mater.Trans.29A, 1029.(1998).
- [37] M.Suehiro, TSIJ Internnatonnal, 38,547(1998).
- [38] R.A.Vandermeer, Dans Recrystallisation and reloted phenomena, Acta de Rex'96 Monterey ,Ed.T.R.McNelley, 55.
- [39] Z hang.X.He et T.Ko,J Mat .Sci 29,2663.(1994).
- [40] V.Yu.Aristov,Ye..Mfridman and L.S.Shvindlerman , Phys Mettall.35,(1973)..
- [41] M.S Mas teller and C.LBaverin, recrystallisation of Matallic Materrails.,Edited by, Haesaner (Dr Reider-Verlay Grnbh,Stuttgart).(1979),251.
- [42] B.B. Rath and H.Hv,Trans. Aime ,245,1577(1969).
- [43] R.C.Sun and .C.L.Bauter, Acta Metll , 18(1970).635.
- [44] F.J.Humphreys and M.Hatherly ,Recrystallization and related annealing phenomena ,Pergamon,oxford,(1995).

- [45] E.C sobboro, D.Chakeavorty,M.F Merriam, V.Raghavan,L.K Singhal
Experiments In Materials Sciences Ed.Mc Graw Hill BookCompany
Library of congress catalog cond number 79-1507837.
- [46] S. JAKANI. Thèse de doctorat "Effet des impuretés sur les mécanismes de
Recristallisation du cuivre tréfilé" DE L'UNIVERSITE PARIS XI. (2004)

Résumé:

Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en très grande partie de leurs microstructures.

Ce travail de recherche présente une étude de réaction de la recristallisation sur des échantillons pré déformés par laminages à froid. Différentes méthodes expérimentales ont été utilisées pour caractériser les différents changements des structures. La microscopie optique nous a permis d'observer le mouvement des joints des grains au cours de leur déplacement pendant le développement du processus de la recristallisation en utilisant l'attaque thermique, la mesure de micro dureté et de diffraction des rayons X ont été aussi utilisés.

D'après les résultats obtenus, la réaction de recristallisation dépend de taux de déformation, temps et température de recuit. La recristallisation se produit après une déformation critique. La vitesse de mouvement de joint de grains augmente avec l'augmentation de la déformation et de la température, et diminue avec le prolongement du temps de recuit. Enfin la microdureté diminue avec le processus de recristallisation.

Mots clés: Les défauts cristallins, Joint de grains, recristallisation, mouvement des joints de grains.

Abstracts:

The properties of employment of metals and alloys are determined in very big parts of their microstructures.

This work presents a study of reaction of the recrystallisation on samples specimens distorted by cold weather laminations. Different experimental methods have been used to characterize the different changes of the structures. The optical microscopy allowed us to observe the movement of the grain boundary in the court of their displacement during the development of the process of the recrystallisation using the thermal etching, the measures of microhardness and x rays diffraction were used.

According to results obtained, the reaction of recrystallization depends on rate of deformation, time and temperature of annealing. The recrystallization occurs after a critical deformation. The rate of movement of grain boundary increases with the increase of the deformation and the temperature, and decrease with the extension of the time of annealing. Finally the microhardness decreased with the process of recrystallization.

Keywords: Crystal defects, Grain boundary, recrystallization, grain boundary movement.

ملخص: إن خصائص المعادن و الخلائط معرفة في جزء واسع في بنيتها المجهرية.

هذا العمل البحثي يقدم دراسة ظاهرة إعادة البلورة لعينات مشوهة بواسطة التصفیح المبرد. عدة طرق تجريبية استعملت لتتبع مختلف التطورات البنيوية. المجهر الضوئي سمح لنا برؤية آثار الحدود الحبيبية عند حركتها خلال التطور إعادة البلورة، كذلك جهاز قياس الصلادة و جهاز انعكاس الأشعة السينية تم استعمالها .

من خلال النتائج المحصل عليها، تتعلق ظاهرة إعادة البلورة بمعامل التشوه، الزمن و حرارة التسخين. إعادة البلورة تظهر بعد تشوه حرج. سرعة حركة حدود الحبيبات تكبر مع زيادة التشوه و الحرارة و تنقص بتمديد زمن التسخين. و في النهاية، الصلادة تنقص مع تطور ظاهرة إعادة البلورة.

الكلمات الدلالية: العيوب البلورية، حد الحبيبات، إعادة البلورة، حركة حد الحبيبات.