

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Mémoire de Projet de Fin d'Etudes
En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
Matériaux

Influence de la structure initiale sur la cinétique de précipitation dans
l'alliage (Ag-Cu-Zn-Sn)

Hamza TALBI

Sous la direction de Mr. A. KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (23/06/2016)

Composition du jury :

- | | | | |
|-------------------------|------------------|-------------------------|-----------|
| • Président | Mr. M. CHITROUB, | Professeur | ENP Alger |
| • Rapporteur/ Promoteur | Mr. A. KASSER, | Maitre de conférences A | ENP Alger |
| • Examineur | Mr. H. YOUSEFI | Professeur | ENP Alger |
| • Examineur | Mr. A. DELLALI | Docteur | ENP Alger |

ENP (2016)

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Mémoire de Projet de Fin d'Etudes
En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
Matériaux

Influence de la structure initiale sur la cinétique de précipitation dans
l'alliage (Ag-Cu-Zn-Sn)

Hamza TALBI

Sous la direction de Mr. A. KASSER

Présenté et soutenu publiquement le (23/06/2016)

Composition du jury :

- | | | | |
|-------------------------|------------------|-------------------------|-----------|
| • Président | Mr. M. CHITROUB, | Professeur | ENP Alger |
| • Rapporteur/ Promoteur | Mr. A. KASSER, | Maitre de conférences A | ENP Alger |
| • Examineur | Mr. H. YOUSEFI | Professeur | ENP Alger |
| • Examineur | Mr. A. DELLALI | Docteur | ENP Alger |

ENP (2016)

Remerciements

Qu'il me soit permis de remercier et d'exprimer ma profonde gratitude en premier lieu à Dieu le tout puissant de m'avoir créé et donné toute la force nécessaire pour accomplir ce modeste travail.

Mes sincères remerciements et profonde gratitude à Mr M.KASSER mon encadreur, pour m'avoir dirigé et soutenu tout au long de ce travail. Ses qualités intellectuelles et sa modestie ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire.

Je remercie par anticipation, monsieur le président du jury, Pr M.CHITROUB, ainsi que tous les membres du jury à savoir, Pr H. YOUSFI et Dr A.DELLALI, d'avoir bien voulu siéger dans mon jury.

HAMZA

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

- A mes chers parents pour leurs soutien et leurs présence permanente à mes côtés et leurs inquiétudes pour ma réussite. En particulier ma mère qui m'a soutenu pendant toute ma vie et mon père qui a fait de moi ce que je suis parvenu à être aujourd'hui...
- A mon frère .
- A tous les membres de ma famille.
- **A tous mes amis.** A mes amis de l'Ecole Nationale Polytechnique. Mounder, Mehdi, Nazim, Koudache , Fadi et tous mes camarades.

Hamza

ملخص

الدرفلة هي عملية مهمة جدا لتشكيل المعادن، وعند عمليات التشكيل على البارد مثل الدرفلة يتم تغيير بشكل كامل للبنية الداخلية للمادة أو تغييرات البنية الدقيقة والخصائص الميكانيكية والفيزيائية. لاستعادة هذه الخصائص عادة ما يتطلب تسخين المعدن، ويمكن في هذه المرحلة أن نرى حدوث ظاهرتين هما الانتعاش وإعادة التبلور. ترميم البنية وإعادة التبلور مهم من ناحيتين: لاستعادة الخصائص الفيزيائية والميكانيكية، ولكن أيضا لتحسين حجم الحبيبات. ومن الشائع اليوم أن التشكيل، درجة حرارة التشكيل ودرجة الحرارة القابضة، وحجم الحبوب الأولية هي العوامل الرئيسية التي تؤثر على حركية التبلور. حجم الحبيبات مهم كمقياس لمساحة حدود الحبيبات المتاحة، مع العلم أنها تعمل كموقع مساعد عند الإنبات.

الكلمات المفتاحية: الدرفلة،التشويه،الصلادة، البنية الدقيقة، الانتعاش، إعادة التبلور، حجم الحبيبات.

Abstract

Rolling is an important process of metal shaping. During cold or hot deformation, the material's structure is deeply modified. And the mechanical properties such as hardness and the physical properties such as electrical resistivity are totally changed. To restore these properties, the deformed material needs to be heat treated. At this stage we can observe many processes happening simultaneously such as: recovery, recrystallisation, precipitation...etc. Recovery and recrystallisation are important as they help to restore the physical and mechanical characteristics, and also to control the grain size; whereas precipitation is usually used to improve the mechanical properties and hardness in particular.

Nowadays, we know that deformation, temperature and time of treatments as well as the initial structure, are important variables which affect recrystallisation and precipitation. Grains boundaries in particular play an important role as they are the preferred sites of nucleation during those transformations. In this study, we showed that the smaller is the initial grain size, the smaller is the time needed to get a fraction (x) of precipitation: i.e the higher is the precipitation kinetics.

boundary available, knowing that it acts as a preferred site at the time of nucleation.

Key words: rolling, deformation, hardness, microstructure, recovery, recrystallization, grain size.

Résumé

Le laminage est un procédé très important de mise en forme des métaux. Lors de la déformation à froid ou à chaud, la structure interne du matériau, ou microstructure, se modifie et les propriétés mécaniques (ex, dureté), et physiques (ex, résistivité électrique) sont totalement changées. Pour restaurer ces propriétés il faut généralement chauffer le métal déformé. A ce stade on peut constater plusieurs phénomènes qui se produisent tels que : la restauration, la recrystallisation, la précipitation...etc. La restauration et la recrystallisation sont importantes à deux points de vue: pour restaurer les caractéristiques physiques et mécaniques, mais aussi pour contrôler la taille des grains, tandis que la précipitation est utilisée pour améliorer les propriétés mécaniques en particulier la dureté.

Il est acquis aujourd'hui que la déformation, la température de déformation, la température de maintien, et la taille du grain initial sont des facteurs importants qui influent sur la cinétique de recrystallisation et de précipitation. La taille de grain joue un rôle important en tant que mesure de la surface de joint de grain disponible, sachant qu'elle agit comme site privilégié au moment de la germination. Dans cette étude, nous

montrons que plus le grain initial est fin, plus le temps pour obtenir une fraction (x) de précipités est petit. C'est-à-dire que la vitesse de précipitation est grande.

Mots clés : laminage, déformation, dureté, microstructure, restauration, recristallisation, précipitation, taille des grains.

Table des matières

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	13
Chapitre 1 Principe et mécanismes de la recristallisation	13
1.1. Introduction.....	15
1.2. Restauration.....	15
1.3. Recristallisation.....	16
1.3.1. Recristallisation primaire.....	16
1.3.2. Recristallisation secondaire	19
1.3.3. Conditions d'équilibre des joints de grains.....	19
1.4. Effets de l'état structural sur la recristallisation	23
1.4.1. Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation.....	23
1.4.2. <i>Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation</i>	23
1.5. La germination dans les solides :	24
1.5.1. La germination homogène :	24
1.5.2. La germination hétérogène :	25
1.5.3. Germination hétérogène aux joints de grains.	25
1.5.4. Germination dans les dislocations :	27
1.6. Croissance des précipités	27
1.7. Modification des équations de JOHNSON-MEHL-AVRAMI.....	30
Chapitre 2 déformation et precipitation	33
2.1. Introduction	33
2.1.1. Déformation élastique :.....	34
2.1.2. <i>Déformation plastique</i>	35
2.1.3. <i>Maclage mécanique</i>	36
2.1.4. <i>Glissement</i>	37
2.1.5. <i>Dislocations</i>	37
2.1.6. <i>Écrouissage</i>	39
2.1.7. <i>Le durcissement des métaux</i>	40
Chapitre 3 matériaux et méthode	44
3.1.1. Caractérisation de l'alliage Ag-Cu-Zn-Sn	44
3.1.2. Elaboration des baguettes de brasure.....	46

3.2.	Procède de fabrication (laboratoire ENP)	47
3.2.1.	.Préparation métallographique	47
3.3.	L'observation au microscope optique	49
3.4.	Essai de dureté.....	50
3.5.	Traitement et analyse d'images :	51
3.6.	Traitement thermique	53
Chapitre 4	RESULTATS ET DISCUSSION.....	44
4.1.	But de cette étude :	55
4.2.	Préparation des échantillons.....	55
4.2.1.	Structure de l'état de réception	55
4.2.2.	structure après trempe :	55
4.3.	Calcul de la taille des grains :	55
4.4.	Cinétique de précipitation	58
4.5.	Traitements thermiques	58
4.5.1.	Recuit de recristallisation.....	58
4.5.2.	Traitement thermique de mise en solution:.....	59
4.6.	calcul de la taille des grains en fonction du temps de maintien	60
4.7.	Mesure et calcul de la dureté en fonction du temps de maintien pour les trois structures su-dessus mentionnées	61
4.8.	Commentaires et interprétations	64
4.9.	Observation microscopique des différentes microstructures du	65
4.10.	Analyse de la fraction des précipités	65
4.11.	Effet du temps de revenu sur la précipitation	68
4.12.	Commentaires et interprétations	69
4.13.	Observations microscopique des différentes structures	72
4.14.	Interprétation des résultats obtenus par l'analyse d'image.....	75
4.15	conclusion générale.....	82
	Références bibliographiques.....	83

Liste des figures

Figure 1.1. Les stades de la recristallisation primaire	16
Figure 1.2. Cinétique de recristallisation pour l'Al déformé à 50% et recuit 350 °C (d'après ANDERSON et MEHL 1954)	19
Figure 1.3 : Schéma d'une structure cellulaire formée essentiellement de grains.....	20
Figure 1.4 : Formes de grains ayant des joints instables	21
Figure 1.5. <i>Micrographies montrant quelques étapes de la recristallisation et de la ...</i>	22
Figure 1.6. <i>Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire (d) et (e).....</i>	22
Figure 1.7. <i>Macles de recuit (c) interfaces cohérentes et (i) incohérentes</i>	23
Figure 1.8: la variation de l'énergie libre de formation d'un germe sphérique en fonction du rayon de germe r	25
Figure 1.9 : germination hétérogène de la phase β dans la phase α	26
Figure 1.10 : concentration à l'intérieur et à l'extérieur du précipité	28
Figure 1.11: influence de la constante des vitesses K sur l'allure de la fraction transformée 'y'	29
Figure 1.12: influence de l'exposant n sur l'allure de la fraction transformée 'y'	30
Figure 1.13 : méthode de détermination de l'exposant n et la constante k graphiquement.	30
Figure 2.1. Courbe de traction conventionnelle.	33
Figure 2.2 <i>Représentation d'une déformation élastique par cisaillement</i>	34
Figure 2.3. <i>Déformation élastique (b) et retour à l'état initial</i>	35
Figure 2.4. <i>Déformation plastique et formation d'une marche</i>	35
Figure 2.5. <i>Modification de la structure des grains d'un métal polycristallin résultant d'une déformation plastique : a) avant la déformation les grains sont equiaxes ; b) la déformation a provoqué un allongement des grains ;</i>	36
Figure 2.6. <i>Représentation d'une déformation plastique</i>	36
Figure 2.7. <i>Schémas de la déformation d'un cristal</i>	37
Figure 2.8. <i>Lignes de glissement à la surface d'une éprouvette de cuivre polycristallin. 173 [10].</i>	37
Figure 2.9. Représentation en perspective de la position des atomes au voisinage d'une dislocation coin [10].	38
Figure 2.10. <i>a) dislocation-vis dans un réseau cristallin ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut [10].</i>	39
Figure 2.11. <i>a) Représentation schématique d'une dislocation non rectiligne tenant à la fois des trois types de dislocation ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut.</i>	39
Figure 2.12. <i>(a) Augmentation de la limite conventionnelle, (b) augmentation de la ...</i>	40
Figure 2.13 : figure de durcissement en fonction des élément d'addition	41
Figure 2.14 . <i>Graphique illustrant le rapport entre la taille des grains et la limite conventionnelle d'élasticité d'un laiton 70 Cu-30 Zn. Il faut noter que le diamètre des grains augmente de droite à gauche et que l'augmentation n'est pas linéaire</i>	42
Figure 3.1 laminoir a double cylindre semi-automatique	47
Figure 3.2 : Polisseuse mécanique.....	48
Figure 3.3 : Microscope optique utilisé.	50

Figure 3.4 : <i>durometre utilise</i>	50
Figure 3.5 : <i>principe de la dureté</i>	51
Figure 3.6 : <i>les étapes pour calcule la fraction des précipites</i>	52
Figure 3.7 : <i>four utilise pour les traitements thermiques</i>	53
Figure 4.1 Structure de l'état de réception grossissement x200.	55
Figure 4.2: Structure typique des échantillons de la série 3 utilisés grossissement X500.	58
Figure 4.3 : Taille des grains en fonction du temps de maintien	61
Figure 4.4: évolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égale à 180 μm	62
Figure 4.5 : Evolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égaux à 530 μm	63
Figure 4.6 : Evolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égaux à 780 μm	64
Figure 4.7: Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 180 μm	66
Figure 4.8 : Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 580 μm	67
Figure 4.9: Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 780 μm	68
Figure 4.10: Evolution de la fraction de précipitation dans l'alliage étudié comme fonction de la taille des grains initiaux durant le revenu à T égale à 400 °C	69
Figure 4.11 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités. Tr = 400 °C et $d_0=780 \mu\text{m}$	70
Figure 4.12 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités. Tr=400 °C et $d_0=530 \mu\text{m}$	71
Figure 4.13 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités. Tr=400 °C et $d_0=180 \mu\text{m}$	72
Figure 4.14 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités à Tr=400 °C et $d_{01}=180 \mu\text{m}$; $d_{02}=530 \mu\text{m}$ et $d_{03}=780 \mu\text{m}$	72
Figure 4.15 : Microstructure de l'alliage après revenu à 400 °C pendant 25 min, G=500X	73
Figure 4.16 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 45 minutes. G=500X	73
Figure 4.17 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 1h et 15 minutes. G=X500	74
Figure 4.18 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures. G=500X. 74	
Figure 4.19 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 3 heures. G=500X .. 75	
Figure 4.20: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 50 minutes. G=200 75	
Figure 4.21 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 1 heure et 15 minutes. G=X500.....	76
Figure 4.22 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures et 30 minutes. G=500X.....	76
Figure 4.23 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 4 heures. G=200X 77	

Figure 4.24: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 6 heures. G=500X 6 H.....	77
Figure 4.25 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures 30 minutes. G=500X	78
Figure 4.26: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 5 heures. G=500X..	79
Figure 4.27 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 8 heures. G=500X.	79
Figure 4.28 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 12 heures. G=500X	80
Figure 4.29: Evolution temps de revenu pour obtenir 20% de précipité en fonction de la taille des grains	81

Liste des tableaux

Tableau 2-1 Exemples de durcissement obtenu par écrouissage [13].....	40
Tableau 3-1: Composition chimique de l'alliage de brasure B30 en % massique	44
Tableau 3-2: Les propriétés physiques et mécaniques de l'argent.	44
Tableau 3-3: Les propriétés physiques et mécaniques du cuivre.	45
Tableau 3-4: Les propriétés physiques et mécaniques du zinc.....	45
Tableau 3-5: Les propriétés physiques et mécaniques de l'étain.	46
Tableau 4-1: valeurs de la taille moyenne des grains (en μm)	56
Tableau 4-2: valeurs de la taille des grains pour la série 2 d'expérience	57
Tableau 4-3: valeurs de la taille des grains pour la série 3 d'expérience (en μm)	57
Tableau 4-4: valeurs de la taille des grains en fonction de la température de maintien a 700 c.....	60
Tableau 4-5: Valeurs de dureté pour l'échantillon dont la taille moyenne des grains est : 180 μm	61
Tableau 4-6 : valeurs de dureté pour les échantillons dont la taille moyenne des grains est de 530 μm	62
Tableau 4-7 : valeurs de dureté pour les échantillons dont la taille moyenne des grains est de 780 μm	63
Tableau 4-8 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains=180 μm	66
Tableau 4-9 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains = 580 μm	67
Tableau 4-10 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains = 780 μm	68
Tableau 4-11 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. Tr = 400°C ; d ₀ =780 μm	70
Tableau 4-12 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. Tr = 400°C ; d ₀ =530 μm	70
Tableau 4-13 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. Tr = 400°C ; d ₀ =180 μm	71
Tableau 4-14 : temps de maintien pour obtenir 20% de précipite en fonction de la taille des grains	80

Introduction Générale

Introduction Générale

Ce projet nous a été proposé par l'entreprise Nationale de l'argent et de l'or (AGENOR). Dans ces activités diverses, cette entreprise fabrique par étirage à froid des baguettes de brasure de composition : Cu-40% ; Ag-30% ; Zn-28% ; Sn-2% à partir d'éléments très purs (99,999%). Cependant, durant le processus de fabrication et surtout durant les dernières passes d'étirage lorsque la section du fil devient très petite, il se produit parfois des ruptures indésirables du fil étiré. Dans un travail antérieur (PFE 2015) il a été montré que la précipitation, de phases très dures, est la cause principale des ruptures constatées. En effet, sachant la faible résistance des interfaces matrice-précipités, il devient très probable qu'au-delà d'une certaine fraction de précipités, que la rupture soit inévitable. La solution préconisée et proposée à ce problème par les auteurs de l'étude, était de mettre en solution **tous** les précipités responsables de la rupture. Cependant, nous pensons que l'envoi en solution de **tous** les précipités risque de fragiliser le matériau, ce qui provoquerait des ruptures du fil étiré, non pas à cause de la présence de précipités, mais à cause de la **douceur** excessive de la matrice libre de toutes précipitation. Nous pensons alors, que la présence d'une certaine fraction de précipités (bien définie) et uniformément distribuée à travers la matrice, serait la meilleure solution qui garantirait une meilleure résistance à la traction du fil étiré.

C'est dans cet objectif que nous nous proposons d'étudier la cinétique de précipitation de phases dures dans l'alliage considéré. Le travail consiste à étudier l'influence de la taille initiale des grains (d_0) sur la vitesse de précipitation durant le revenu à des temps et températures différents.

Notre étude pratique consiste en l'observation micrographique des structures issues du laminage après différents traitements de recuits et revenus. Le laminage a été utilisé pour écrouir l'alliage et obtenir différents grains (d_0) après recuits de recristallisation. Une fois ces traitements appliqués, nous mesurons alors la taille des grains, la fraction des précipitée, ainsi que la dureté, et ce, sur des échantillons prélevés sur l'alliage.

Le laminage a pour but d'améliorer, par écrouissage, les caractéristiques mécaniques des produits plats. Lorsqu'un matériau a été écroui par déformation plastique, sa microstructure est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écrouissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui. Elle est la force motrice pour les phénomènes qui se déroulent lors de la restauration et de la recristallisation. Dans la plupart des métaux cette énergie n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante, parce que la mobilité des atomes est trop faible. Il suffit alors d'augmenter la température pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de force motrice pour la restauration et la recristallisation.

Le présent rapport est divisé en 4 chapitres. Dans les premiers chapitres, nous regroupons l'essentiel d'une recherche bibliographique. Dans les deux derniers chapitres est reportée la marche de l'étude expérimentale réalisée, les résultats des différentes observations et des différents essais effectués, ainsi que leurs discussion et interprétations éventuellement

Chapitre 1

**Principe et mécanismes de
la recristallisation**

1.1. Introduction

Au cours de l'écroutissage, le métal a emmagasiné de l'énergie (quelques dixièmes à quelques joules par cm^3), grâce à l'accroissement de la densité de dislocation par rapport au métal parfait (de référence).

Pour conférer au métal les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid [1].

1.2. Restauration

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade de restauration des propriétés mécaniques et physiques comme la diminution de la dureté et la modification de la résistivité électrique par exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants [5].

La diminution d'énergie libre est alors due [5]:

- à la réduction de la densité des défauts ponctuels : lacunes et interstitiels qui s'annihilent réciproquement ou s'éliminent sur les puits ou à la surface du métal.
- à l'annihilation des dislocations de signes opposés
- à la suppression des boucles de dislocations.

La restauration se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on assiste à une réorganisation de la sous-structure de dislocations. En favorisant la montée des dislocations par élévation de la température, on diminue la densité totale de dislocations par annihilation.

Les dislocations et les parois se structurent pour former des sous-joints, c'est l'étape de polygonisation [6]. Puis, les sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain. Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de faute d'empilement, éléments en solution solide et précipités). La restauration est d'autant plus rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée. La texture développée pendant la déformation ne change pas de manière appréciable pendant la restauration.

1.3. Recristallisation

La recristallisation correspond à la formation de nouveaux grains dans un matériau déformé et à la migration de joints de grains de forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée [7]. En observant la structure granulaire au cours d'un traitement de recristallisation on distingue deux processus successifs:

- Une recristallisation primaire;
- Une recristallisation secondaire.

1.3.1. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est habituellement divisée en deux stades : la germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie.

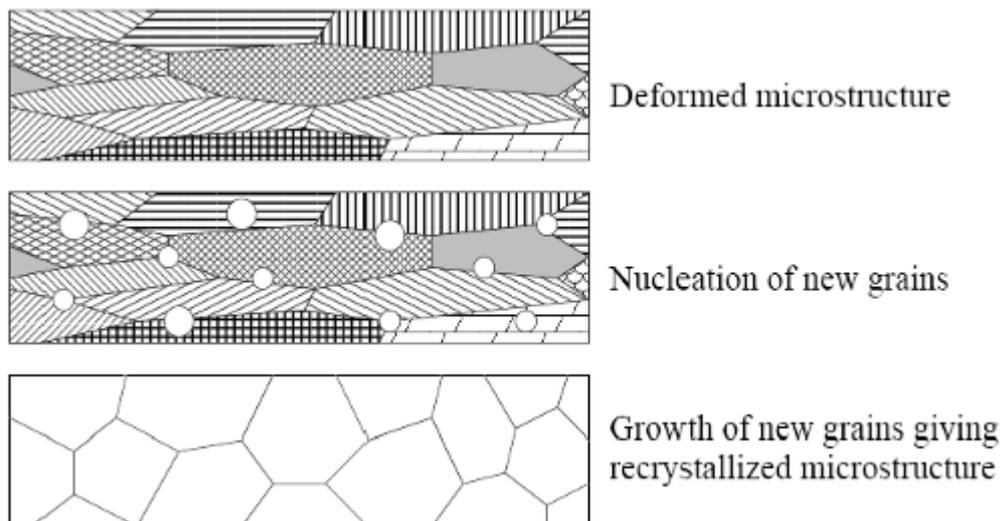


Figure 1.1. Les stades de la recristallisation primaire [8].

Cette recristallisation primaire est régie par six (6) lois. En effet un très grand nombre d'informations expérimentales au sujet de la recristallisation primaire, était le résultat de plus de soixante-dix ans de travaux et de recherche. Les résultats de ces travaux peuvent être récapitulés par les six lois suivantes [8]:

- 1) Une certaine déformation (critique) minimum est nécessaire pour lancer la recristallisation.
- 2) Plus le degré de déformation est petit, plus la température exigée pour initier la recristallisation est plus élevée également.
- 3) L'augmentation du temps de recuit diminue la température exigée pour amorcer la recristallisation.
- 4) La taille de grain finale dépend principalement du degré de déformation et d'une façon moins importante de la température de recuit. En effet on aura une taille

de grain minimale dans la mesure où le degré de déformation est maximum et la température de recuit est minimale.

- 5) Plus la taille de grain initiale est grande, plus la déformation requise pour lancer la recristallisation est grande. Une dernière loi, pas strictement concernant la recristallisation primaire, est:
- 6) Le chauffage continu, après que la recristallisation primaire soit terminée, favorise la croissance de la taille de grain.

a) **Germination**

La germination coïncide avec la formation de régions de faible taille exemptes de défauts, susceptibles de croître rapidement dans la matrice écrouie. La croissance des germes est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation. Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la distribution des orientations dans l'état déformé [1].

De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elles sont observées dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de forte déformation plastique [1, 5, 8] (telles que les bandes de cisaillement) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination [1,8].

Plusieurs modèles de germination ont été élaborés :

a-1) Germination de nouveaux grains par croissance de sous- grains (modèle de Cahn-Cottrell).

Ce modèle a été suggéré par Cahn et par Beck. Il a été étudié par la suite par Cottrell [5]. Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations s'accumulent aux sous joints et accroissent la désorientation de ces derniers. Les sous-joints se transforment alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faible densité de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer.

a-2) Germination par coalescence des sous-grains

La coalescence de deux ou plusieurs sous-grains a été observée par Fujita [5]. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [9] et par Li [10,11]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous-grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule

formée. Cette nouvelle cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles. Il a été établi par Ryum [12] que les sous-joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation.

a-3) Germination des nouveaux grains par migration d'un joint préexistant à la déformation plastique.

Ce mécanisme apparaît lorsque le matériau est moyennement déformé. Un ou plusieurs sous-grains adjacents à un joint préexistant à la déformation vont croître par migration de cet ancien joint. Ce processus a été observé en microscopie optique par Beck et Sperry [11], et en microscopie électronique par Bailey et Hirsch [14, 15, 16] qui ont donné une explication du mécanisme. Lors de la déformation plastique, deux grains d'orientations différentes se déforment différemment. Il arrive alors qu'après déformation plastique, les densités de dislocations soient très différentes des deux côtés d'un joint. Ce dernier peut alors migrer sous l'effet de la force chimique due à cette différence des densités de dislocations.

b) Cinétique de croissance

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée.

La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement :

- De la température,
- De la désorientation du grain en croissance avec la matrice,
- De la pureté du métal.

Beaucoup de travaux de recherche au sujet de l'analyse de la cinétique isotherme de recristallisation ont été lancés afin de pouvoir dériver des valeurs séparées pour le taux de germination N , et le taux de croissance G [8]. Puisque ces quantités elles-mêmes sont souvent fonction du temps et G (vitesse de croissance) peut être anisotrope.

La plupart des investigateurs conviennent sur une équation résultante de forme :

$$\frac{dX_v}{dt} = N \times G$$
$$X_v = 1 - \exp(-Bt^k)$$

Où X_v est la fraction de volume recristallisée, t est le temps, B et k sont des constantes. Les valeurs de k sont généralement comprises entre 1 et 2; la valeur exacte change avec le type du matériau et les circonstances expérimentales.

La figure ci-dessous expose un exemple de la cinétique typique de recristallisation isotherme, obtenue ici par l'utilisation de la métallographie quantitative.

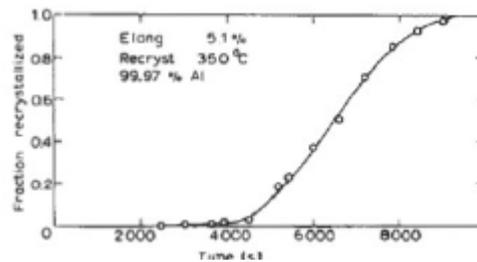


Figure 1.2. Cinétique de recristallisation pour l'Al déformé à 50% et recuit 350 °C (d'après ANDERSON et MEHL 1954) [8].

1.3.2. Recristallisation secondaire

Quand la recristallisation primaire est terminée, la structure de grain n'est pas encore stable. La force motrice principale, associée à l'énergie de déformation stockée, est dépensée, mais le matériau contient toujours les joints de grain qui ont une énergie interfaciale. La stabilité thermodynamique idéale est seulement atteinte quand l'échantillon s'est converti en un monocristal [8].

La vitesse de migration des joints de grains sera donc beaucoup plus faible que pendant la recristallisation primaire. Cette vitesse peut être différente dans les directions parallèles et perpendiculaires à la direction de déformation. Deux types de croissance peuvent avoir lieu. Tout d'abord, il peut se développer une croissance normale où la microstructure change de manière uniforme. Dans ce cas, il y a une faible gamme de tailles et de formes de grains. Il existe néanmoins des circonstances pour lesquelles la microstructure devient instable et quelques grains grossissent exagérément; il s'agit de la croissance anormale ou discontinue des grains. Elle diffère de la croissance normale ou continue ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains [5].

1.3.3. Conditions d'équilibre des joints de grains

Dans ce qui suit, nous nous limitons à présenter l'équilibre des joints de grains dans deux configurations importantes : les joints triples et les joints courbés.

Equilibre d'un joint triple :

Considérons l'intersection de 3 joints de grains formant un joint triple comme indiqué sur la figure 2.7. Le point d'intersection des joints est soumis aux forces de tension d'interface F_1 , F_2 et F_3 telles que:

$$F_1 = 1 ; F_2 = 2 \text{ et } F_3 = 3$$

Il a été établi, dans le cas où les différentes tensions d'interfaces sont identiques, que la structure d'équilibre des grains est de forme cellulaire hexagonale (figure 2.8). Cette structure autorise un équilibre optimal entre les tensions de surface dans l'ensemble des interfaces planes [17].

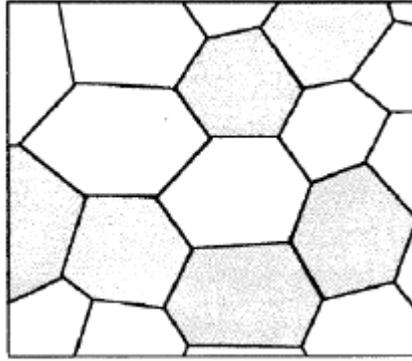


Figure 1.3 : Schéma d'une structure cellulaire formée essentiellement de grains en forme d'hexagones [17].

Equilibre d un joint courbé

Pour ce faire, considérons le modèle atomique schématisé par la figure 2.9 ci-dessous. La différence de tension causée par la courbure de l'interface crée une différence d'énergie libre G ou un potentiel chimique responsables de la migration d'atomes entre deux grains adjacents à travers le joint. Cette différence d'énergie constitue alors la force motrice au mouvement du joint.

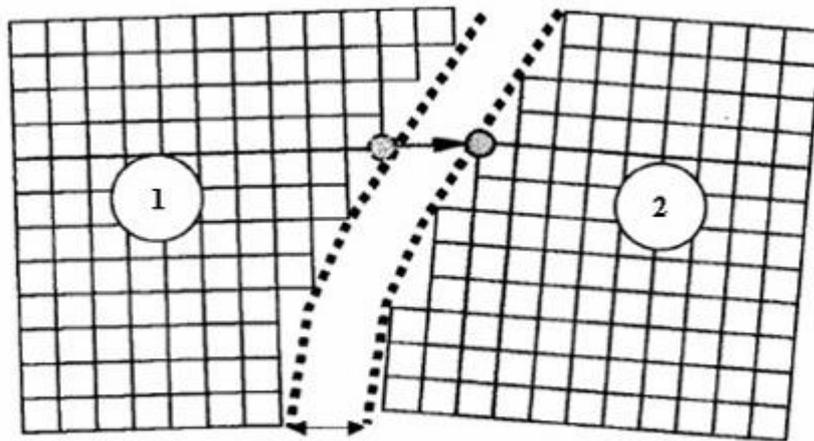


Figure 2.9: Vue schématique de la migration d'un atome à travers un joint de grain [17].

Dans cette situation, l'équation de Thomson est applicable.

$$\text{Log} \frac{P}{P_0} = \frac{\gamma V}{kT} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$$

Sachant que :

$P = P_0 + P$; P étant la variation de pression vapeur aux extrémités du joint.

Et r_1 et r_2 représentent les rayons de courbure des deux grains adjacents. Dans le cas présent, les deux rayons de courbure sont concrètement identiques. k est la constante de Boltzmann, V le volume atomique, T la température absolue, et γ l'énergie d'interface. Après une série de simplification (voir [17]), cette expression peut être réduite sous la forme :

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{r} \Rightarrow \Delta G = \frac{2\gamma V}{r}$$

On constate, de cette expression, que la variation de pression de vapeur est inversement proportionnelle au rayon de courbure du joint. Donc la force motrice augmente lorsque le rayon de courbure du joint diminue. C'est pourquoi, les atomes se déplacent surtout de (1) vers (2), conduisant à un déplacement du joint dans le sens (2) vers (1). A cet effet, les grains dont les joints sont convexes ont tendance à s'éliminer en faveur des grains dont les joints sont concaves, qui, eux au contraire, ont tendance à grossir (figure 2.10). Ceci conduit généralement à la disparition des grains de petites tailles cerclées par un nombre limité de joints convexes, en faveurs des grains de plus grandes tailles [17].

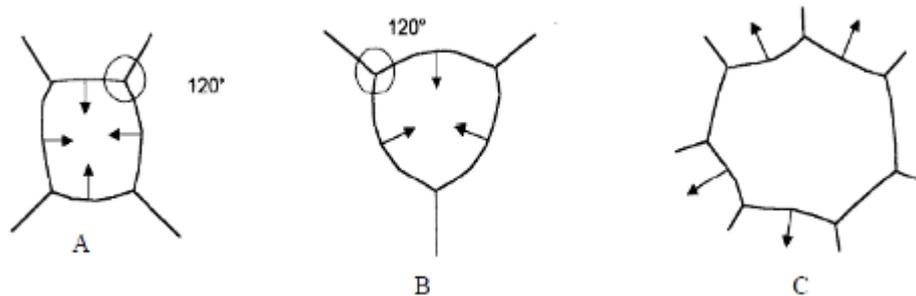


Figure 1.4 : Formes de grains ayant des joints instables

(A) et (B) grains en décroissance.
 (C) grain en croissance.

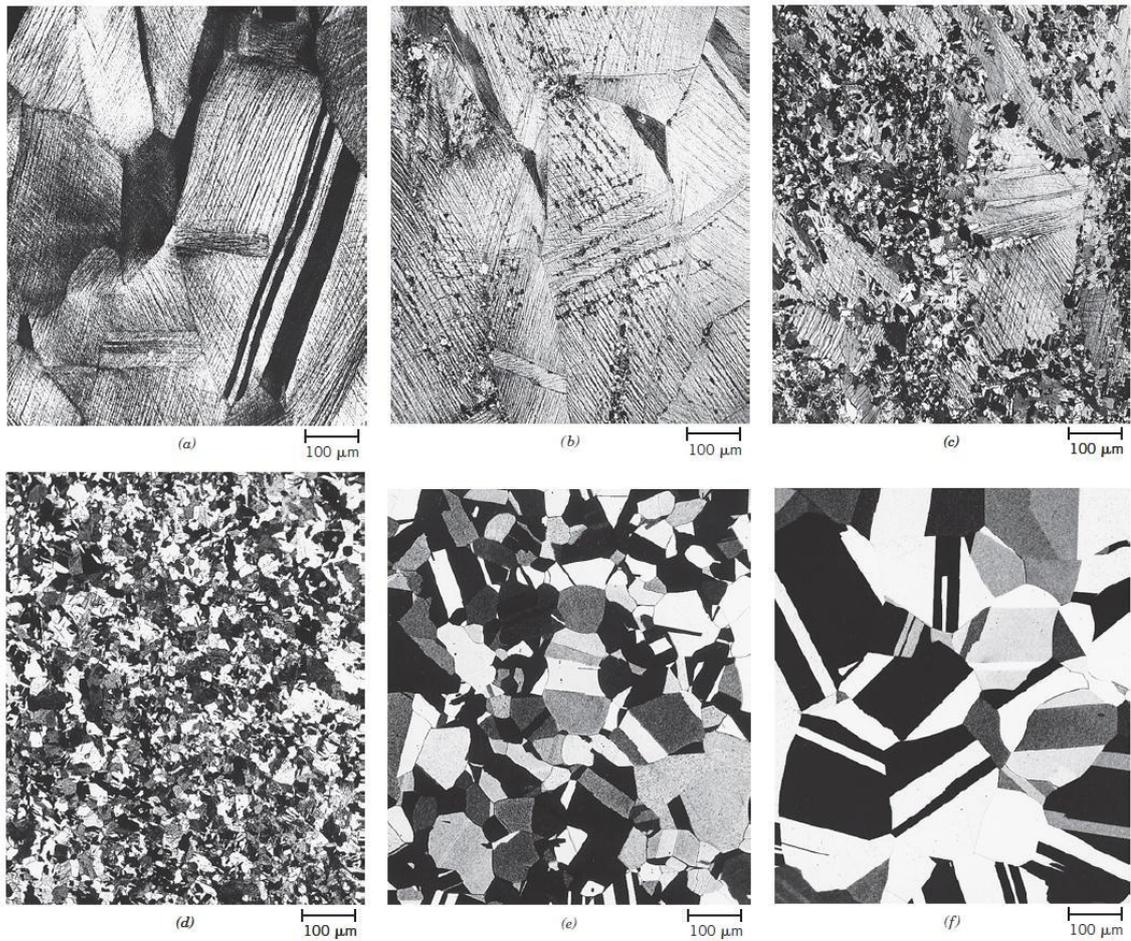


Figure 1.5. *Micrographies montrant quelques étapes de la recristallisation et de la croissance des grains de laiton [10].*

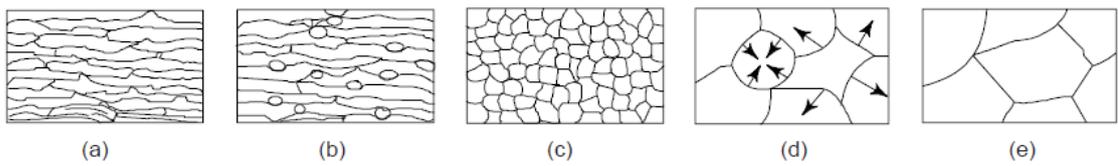


Figure 1.6. *Evolution des grains lors de la recristallisation secondaire (d) et (e) [19].*

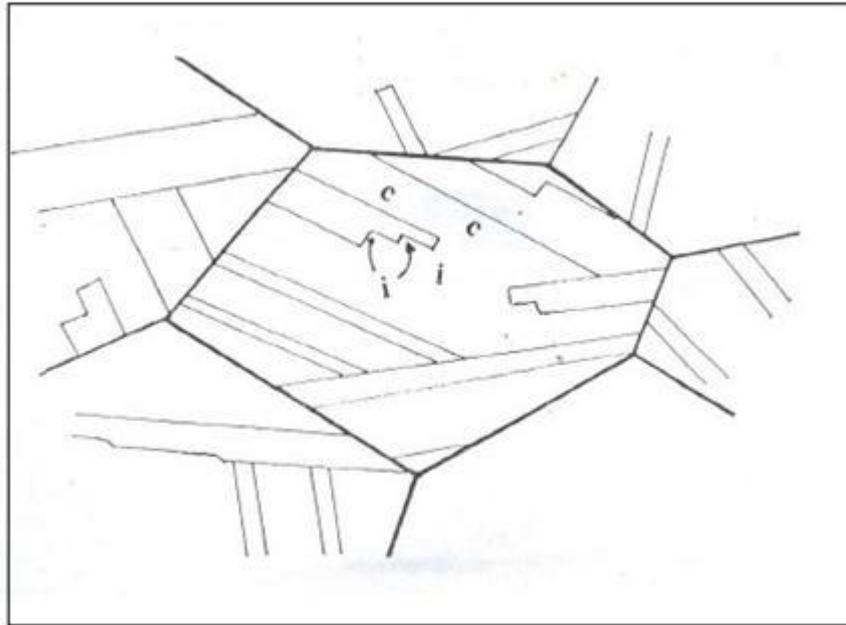


Figure 1.7. *Macles de recuit (c) interfaces cohérentes et (i) incohérentes [18].*

1.4. Effets de l'état structural sur la recristallisation

1.4.1. Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation

La texture et la taille de grains après recuit dépendent de la taille de grains initiale du matériau. Cela résulte d'abord de la différence de comportement à la déformation. Concernant la recristallisation, plus le grain est fin avant déformation à froid, plus la composante $\{111\} \langle uvw \rangle$ de texture est élevée après recuit.

1.4.2. Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation

Les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur les cinétiques de recristallisation, les tailles de grains et les textures finales. Concernant les précipités, un certain nombre de paramètres interviennent : leur stabilité, leur mode de déformation (déformable ou non), leur taille et la distance entre eux.

Les éléments en solution solide et les précipités ont trois effets importants sur la recristallisation. Ils peuvent augmenter l'énergie stockée et, de ce fait, augmenter la force motrice pour la recristallisation (cas des éléments en solution solide et des précipités non déformables). Ils peuvent agir comme des sites de germination de la recristallisation (cas des gros précipités déformables ou non). Ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints de grains (cas des éléments en solution solide et des précipités déformables ou non).

Les deux premiers effets favorisent la recristallisation, tandis que le troisième la gêne.

a) Cas des précipités préexistants

Les précipités peuvent être des sites de germination lors de la recristallisation. C'est ce que l'on appelle le mécanisme PSN (Particles Stimulated Nucleation). Dans ce cas, les hétérogénéités microscopiques de déformation liées aux particules, telles que les zones de déformation, les bandes de déformation, de transition ou de cisaillement, vont jouer le rôle de

sites de germination. Ce mécanisme ne se produit que pour des précipités de diamètre supérieur à 1 μm et entraîne une distribution aléatoire des germes de recristallisation [1]. Un autre effet dû aux précipités est l'effet d'ancrage (que l'on retrouve aussi avec les éléments en solution solide). Il s'agit de l'effet Zener ou pression Zener qui joue un rôle majeur dans le retard à la recristallisation. En empêchant un joint d'atteindre une désorientation suffisante, il affecte la germination, mais aussi la croissance de grains [1].

Nous voyons que les deux mécanismes évoqués ont des effets antagonistes sur la recristallisation. En effet, ils sont tous les deux fonctions de la taille des précipités et de leur espacement [1]: Les particules avec un diamètre $< 25 \text{ nm}$ et un espace entre particules $< 8 \text{ nm}$: dans ce cas, la recristallisation est retardée, car les particules piègent les joints des sous-grains qui jouent le rôle de germes pour la recristallisation. Les particules avec un diamètre $> 1 \mu\text{m}$ et un espace entre particules $> 0,3 \mu\text{m}$: au contraire, une accélération de la recristallisation est observée du fait d'une germination stimulée par les particules (PSN). La germination sur ces particules affine la taille de grains et atténue la texture cristallographique. Les particules avec un diamètre compris entre 25 nm et 1 μm : les deux cas de figures peuvent se présenter, c'est dire soit une accélération de la recristallisation, soit un ralentissement.

b) Les éléments restant en solution solide pendant la recristallisation

Les éléments en solution solide entraînent une augmentation de la densité de dislocations après la déformation à froid. De manière générale, les éléments en solution solide doivent, d'une part, retarder la recristallisation lors du recuit par le ralentissement du réarrangement des dislocations et de la croissance des cellules. D'autre part, ils doivent diminuer la vitesse de recristallisation par la réduction de la vitesse de migration des joints de grains, et ceci, d'autant plus que ces éléments tendent à ségréger à ces joints. Mais la présence des solutés augmente aussi la densité de dislocations lors de la déformation à froid, c'est à dire la force motrice de la recristallisation. En fait, il est admis que l'accroissement de la force motrice est relativement faible et incapable de compenser les forces de freinage induites par ces éléments (interaction entre solutés et dislocations et entre solutés et joints de grains).

Germination et croissance

Les transformations de phase dans les solides se développent par un processus de mouvement atomique thermiquement activées. La solution solide initiale se trouvant dans un état instable thermodynamiquement, donne naissance à de nouvelles phases. Cette instabilité est à l'origine de l'état de sursaturation de la matrice. L'état métastable est obtenu après hypertrempe depuis une température élevée. La réaction peut s'écrire sous la forme $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$; donc la phase mère se compose en deux phases. La phase α de la même structure et la phase β d'une structure différente mais plus stable que la phase mère. Après la formation des nouveaux germes à partir de la phase mère, ces germes croissent jusqu'à la fin de transformation et on obtient des nouvelles phases.

1.5. La germination dans les solides :

1.5.1. La germination homogène :

La germination qui apparaît complètement au hasard à travers un système est dite homogène. Pour qu'on puisse dire une telle germination est homogène il faut que les

petits éléments de volume de la phase mère soient identiques, chimiquement, structuralement et énergétiquement. Ceci n'est possible que si l'échantillon est chimiquement homogène [16].

L'énergie libre de formation d'un germe de rayon r de la phase β à l'intérieur de la phase α est :

$$\Delta G_{\text{hom}} = -\frac{4}{3}\pi r^3 (\Delta G_v - \Delta G_s) + 4\pi r^2 \gamma$$

ΔG_v : est la différence entre les énergies libres de α et de β .

γ : est l'énergie interfaciale de l'interface α - β .

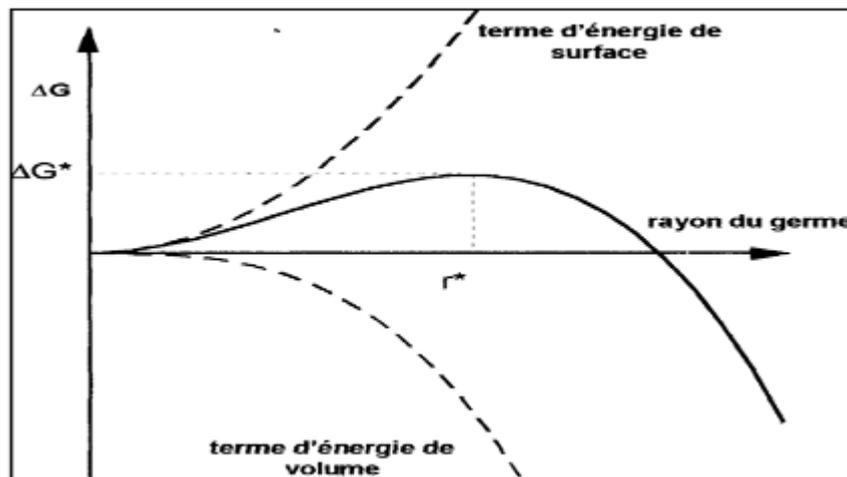


Figure 1.8: la variation de l'énergie libre de formation d'un germe sphérique en fonction du rayon de germe r [15].

D'après l'équation le rayon critique est donné par :

$$r^* = \frac{2\gamma}{(\Delta G_v - \Delta G_s)}$$

1.5.2. La germination hétérogène :

La germination hétérogène est plus rapide que la germination homogène parce que l'énergie nécessaire pour former un germe critique est plus faible dans une imperfection de structure que dans un réseau parfait. Donc les germes se forment facilement dans les imperfections cristallines. Il est évident que les changements de phases de toutes sortes débutent par germination hétérogène au voisinage des imperfections de structure [16]. La germination hétérogène a lieu préférentiellement dans les défauts structuraux tels que les joints de grain, les dislocations et les inclusions, les interfaces libres et les lacunes en sursaturation, ces sites sont dans un état hors d'équilibre. Il est facile d'observer cette germination au microscope optique.

1.5.3. Germination hétérogène aux joints de grains.

La formation d'un germe de deuxième phase conduit à l'élimination d'un défaut. Alors l'énergie libre de l'ensemble du système diminue d'une quantité égale à celle du défaut.

L'expression de l'énergie libre associée à la formation d'un germe de volume V s'écrit comme suit :

$$\Delta G_{\text{hét}} = V (\Delta G_v - \Delta G_s) + A - \Delta G_d$$

Où:

$\Delta G_{\text{hét}}$: Représente l'énergie nécessaire pour former un germe hétérogène de rayon r .

ΔG_v : Variation de l'énergie libre de formation de la nouvelle phase par unité de volume.

ΔG_s : Variation de l'énergie de contraintes d'accommodation par unité de volume.

A : Énergie interfaciale.

ΔG_d : Variation de l'énergie libre du défaut.

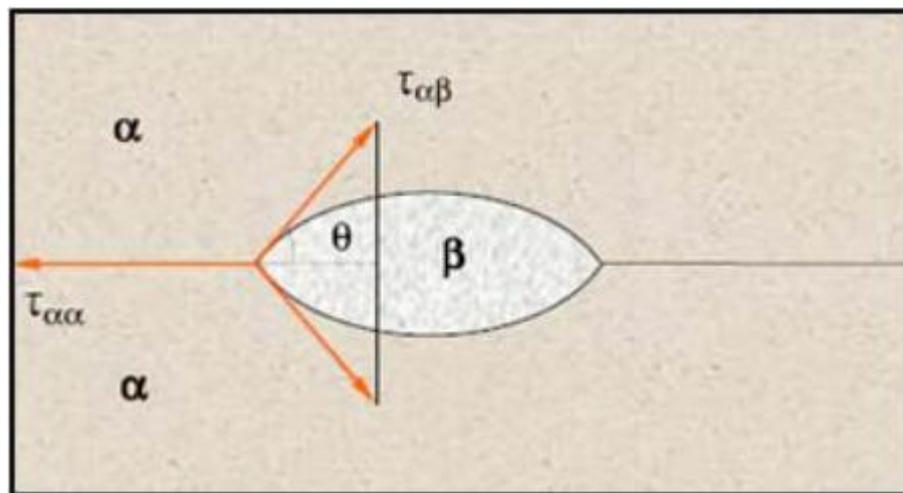


Figure 1.9 : germination hétérogène de la phase β dans la phase α [15].

L'embryon qui se forme au niveau du joint comme le montre la figure III.2, est en équilibre sous l'action des forces de tension dues à la présence d'interfaces α/α et l'interface α/β . dont les énergies libres respectives sont $\gamma_{\alpha\alpha}$ et $\gamma_{\alpha\beta}$. Alors la condition d'équilibre sera:

$$2r_{\alpha\beta} \cos \theta = 2r_{\alpha\alpha}$$

Donc la variation d'énergie pour la formation d'un embryon de volume V s'écrit :

$$\Delta G_{\text{hét}} = V \Delta G_v + A_{\alpha\beta} \gamma_{\alpha\beta} + A_{\alpha\alpha} \gamma_{\alpha\alpha}$$

$\Delta G_{\text{hét}}(r)$ représente donc l'énergie nécessaire pour former un germe hétérogène de rayon r .

Dans notre cas, on cherche ΔG^* la barrière d'énergie à passer pour former un germe de rayon critique r^* . $\Delta G^*(r)$ est définie comme la valeur de G quand $dG/dr = 0$, soit quand $r = r^*$. On calcule alors facilement cette barrière d'énergie. D'où l'énergie de formation d'un germe stable est :

$$\Delta G_{het}(r^*) = \Delta G_{het}(crit) = \frac{4}{3} \frac{\pi r_0^3 \Delta G_v}{(\Delta G_v - 2\Delta G_s)^2} (2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2$$

$$\Delta G_{het} = \Delta G_{homo} * f(\theta) \quad f(\theta) = \frac{4}{3} (2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2$$

1.5.4. Germination dans les dislocations :

Il est bien établi que les dislocations sont des sites préférés pour la précipitation dans les solutions solides. Un modèle simple de dislocation a été étudié par Cahn, qui a supposé un modèle élastique de dislocation. Selon Cahn l'énergie libre de formation d'un germe se compose de trois termes ; le terme énergie en volume ; le terme énergie de surface de caractéristiques semblable à celui de la théorie de la germination homogène et un terme de déformation qui est négatif en raison de la relaxation de l'énergie de déformation de la dislocation. La valeur de ΔG pour un germe cylindrique de longueur unitaire et de rayon r est :

$$\Delta G = -A \log r + 2\pi r \gamma + \pi r^2 \Delta G_v$$

Où A est donnée par la théorie de la dislocation en fonction de constante élastique. La barrière de germination est la différence entre G pour r_c et r_0 . Quand

$$2C|\Delta G| > \pi \gamma^2,$$

Il n'y a ni maximum ni minimum donc pas de barrière de germination [16].

1.6. Croissance des précipités

Les réactions qui se produisent dans les systèmes hétérogènes, sont régies par la croissance d'une ou plusieurs phases qui constituent ce système. La croissance est définie comme étant la progression des frontières d'une phase après la germination. La cinétique de croissance dépend de la vitesse de germination, vitesse de croissance des domaines isolés et des influences mutuelles entre les domaines voisins.

La majorité des transformations dans lesquelles un germe de phase β croît dans une phase α de composition très différente, sont contrôlées par la diffusion atomique. La croissance du germe de phase β ne se poursuit que par le drainage des atomes B en solution sans les atomes A . Les distances effectives sur lesquelles cette diffusion s'opère, augmente avec la taille du précipité. C'est pourquoi durant les derniers stades de la transformation, les atomes B sont sous la compétition indirecte des différents précipités en croissance. Par conséquent la cinétique de transformation en générale se trouve considérablement réduite. Dans certains cas où on envisage que la composition de la phase mère reste toujours uniforme durant toute la transformation, la cinétique de croissance est alors contrôlée par réaction de l'interface entre la phase mère et le précipité. Dans ce cas la vitesse de diffusion est plus rapide que la traversée de l'interface, parfois la diffusion et la réaction de l'interface ont des cinétiques voisines.

La transformation est alors contrôlée à la fois par la diffusion et par la réaction de l'interface. Considérons une particule isolée sphérique de précipité de rayon r et de concentration C_β se développant dans une solution solide de concentration initiale C_0 . Les variations de concentration sont montrées schématiquement dans la figure III.3

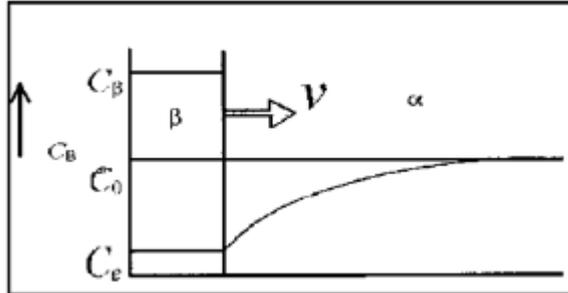


Figure 1.10 : concentration à l'intérieur et à l'extérieur du précipité [15].

Le précipité capte $C_\beta dx$ atomes par unité de surface lorsque l'interface avance d'une distance dx alors la vitesse de croissance est :

$$V = dx/dt \quad \text{alors} \quad V = \frac{D}{C_\beta - C_s} \frac{dC}{dx}$$

$$D \text{ ou } dx/dt \quad x \frac{dx}{dt} = D \frac{C(t) - C_s}{C_\beta - C_s}$$

Donc la fraction transformée y est le rapport du nombre d'atomes transformés par le nombre d'atomes susceptible de se transformer :

$$y = \frac{C_0 - C(t)}{C_0 C_s} \quad \text{donc} \quad 1 - y = \frac{C(x) - C_s}{C_s C_0}$$

Donc la concentration dans la solution décroît lorsque le précipité augmente, et par conséquent la vitesse de croissance décroît de façon continue pendant la précipitation. En remplaçant dans l'expression on obtient :

$$x \frac{dx}{dt} = D (1 - y)$$

Dans l'approximation de JOHNSON-MEHL-AVRAMI, le facteur $(1 - y)$ peut être négligé au début de la croissance. Cette hypothèse est justifiée par le fait qu'au début de la transformation, la quantité de soluté drainée par diffusion est faible. Dans ce cas, on montre que la vitesse de croissance d'un précipité peut s'écrire sous la forme :

$$V = \sqrt{\frac{D}{2t}} \left(\frac{C(t) - C_s}{C_\beta - C_s} \right)^{1/2}$$

En supposant qu' au moment de la croissance le nombre de germe stable est N, donc la fraction totale d' atomes qui sont captés par le précipité est: $VN (C_c - C_e)$

V : est le volume de précipité au temps t. Alors la fraction transformée s' écrit :

$$Y = \frac{3}{4} \pi x^3 N \frac{C(t) - C_s}{C_B - C_s}$$

D' après les equations on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = 4\sqrt{2} \pi ND \left(\frac{C(t) - C_s}{C_B - C_s} \right)^{1/2} \sqrt{Dt}$$

Cette expression n' est valable qu' aux tous premiers instants de transformation lorsque la composition entre particules voisines est faible. Pour corriger la relation lorsque le taux d' évolution de la transformation devient important, on multiplie l' expression par le facteur (1-y) on obtient :

$$\frac{dy}{1-y} = 4\sqrt{2} \pi ND \left(\frac{C(t) - C_s}{C_B - C_s} \right)^{1/2} \sqrt{Dt} dt$$

$$\text{Donc } \frac{dy}{1-y} = Kt^{1/2}$$

Après l' intégration on obtient l' équation de JOHNSON-MEHL-AVRAMI avec un exposant $n=3/2$. Donc l' équation générale de JOHNSON-MEHL-AVRAMI s' exprime comme suit:

$$y = 1 - \exp(-(kt)^n) \quad [15].$$

L' exposant n et la constante k sont en général des paramètres empiriques qui assurent une description précise de la cinétique de la réaction isotherme quand cette dernière obéit à l' équation . k peut prendre n' importe quelle valeur positive. Ainsi donc, la cinétique de transformation décroît lorsque k diminue (Figure 1.4). A cet effet, k est appelée constante de vitesse de la réaction. n modifie l' allure de la courbe, il prend une valeur quelconque (Figure 1.5). La Figure 1.4 montre l' influence de la constante des vitesses K sur l' allure de la fraction transformée :

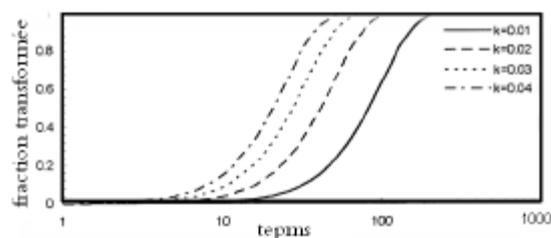


Figure 1.11: influence de la constante des vitesses K sur l' allure de la fraction transformée y' [15].

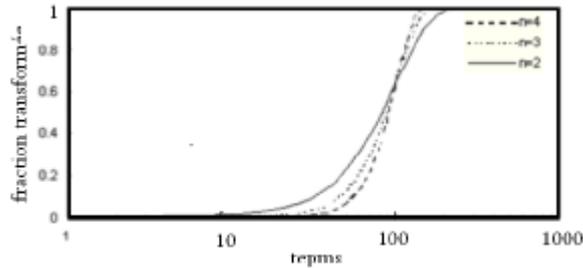


Figure 1.12: influence de l' exposant n sur l' allure de la fraction transformée 'y' [15].

Détermination de l'exposant n et la constante k

Il est difficile dans la pratique de définir l' instant exact de départ de la réaction, Il est plus pratique de mesurer le temps t à partir d' une origine commune qui est, en général, l' instant où l' échantillon atteint la température de la réaction. En prenant le log de l' équation on obtient :

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = n \ln t + n \ln k$$

Donc la courbe est une droite, la valeur de n est la pente de cette courbe. On peut calculer la constante k à l' aide du point d' intersection de la courbe avec l' axe donc :

$k = \exp(-a/n)$ tel que a est le point d' intersection de la courbe avec l' axe yy/

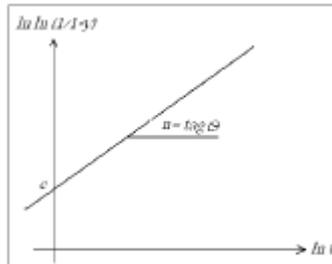


Figure 1.13 : méthode de détermination de l' exposant n et la constante k graphiquement.

1.7. Modification des équations de JOHNSON-MEHL-AVRAMI

Les équations de Johnson-Mehl-Avrami étaient en bon accord avec l' expérience au début de la réaction. Cependant, vers la fin de la transformation, en raison de la compétition entre les grains en croissance, on assiste souvent à une dérive des courbes de Johnson-Mehl- Avrami [15]. Pour exprimer la cinétique de transformation, reprenons la relation générale de J.M.A, et dérivons par rapport au temps (t) on obtient donc :

$$\frac{dy}{dt} = Kn(Kt)^{n-1} \exp [-(Kt)^n]$$

D' après l' équation de J.M.A on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = Kn(Kt)^{n-1} (1-y)$$

Les corrections apportées aux équations de Johnson-Mehl-Avrami portent sur le facteur d'empatement $(1 - y)$ en introduisant un exposant supplémentaire [1].

$$\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1 - y)^2$$

On généralise

$$\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1 - y)^{c+1}$$

Après l'intégration de l'équation on obtient :

$$y = 1 - \left[\frac{1}{1 + c(Kt)^n} \right]^{1/c}$$

Chapitre 2 : Déformation et Précipitation

Chapitre 2

2.1.Introduction

Selon la contrainte appliquée, un solide cristallin peut se déformer élastiquement ou plastiquement. Une déformation élastique se produit aux contraintes inférieures à la contrainte d'écoulement dite également limite élastique (σ_e). Lorsque la contrainte est éliminée, la déformation élastique disparaît et le matériau retrouve ses dimensions initiales. Si par contre le matériau est soumis à une contrainte supérieure à la limite élastique, dans ce cas il subira une contrainte permanente et irréversible. Si le niveau de contrainte augmente encore, le matériau déformé peut rompre définitivement. La figure II.1 ci-dessous, montre une courbe typique de l'évolution de la déformation comme fonction de la contrainte appliquée.

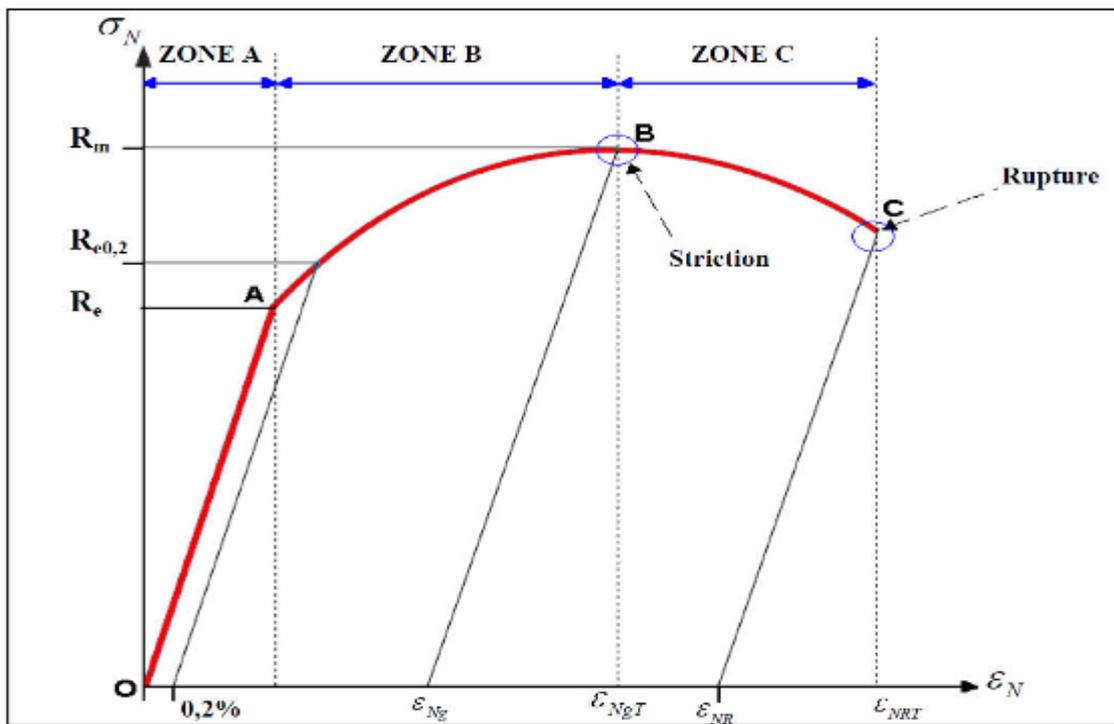


Figure 2.1. Courbe de traction conventionnelle.

On constate que la courbe est constituée d'une ligne rectiligne suivie par une ligne parabolique, on remarque la droite OA dans la zone A : elle correspond à la déformation élastique réversible, la courbe AB dans la zone B : c'est le domaine de déformation plastique qui se caractérise par la déformation irréversible ; quand on supprime la force de traction dans cette zone, il y'a un retour élastique suivant une parallèle à OA et il reste une déformation permanente, la courbe BC dans la zone C : c'est le domaine de la déformation plastique hétérogène. Dans cette zone la force nécessaire pour déformer le matériau diminue alors que l'allongement continue d'augmenter. Au point B, la striction commence à apparaître visiblement jusqu'au point C où il y'a rupture de l'éprouvette.

Cette zone se caractérise par une instabilité appelée instabilité plastique. Les grandeurs caractéristiques de mise en forme qu'on peut tirer du diagramme nominal sont : la limite d'élasticité Re : c'est la contrainte qui sépare le domaine élastique du domaine plastique, la détermination exacte de cette valeur est impossible. La limite d'élasticité conventionnelle $Re_{0,2}$: c'est la contrainte qui correspond à un allongement plastique de 0,2%, cette limite assure la séparation du domaine.

2.1.1. Déformation élastique :

Si l'on applique une faible contrainte à un cristal, une légère déformation a lieu entre les plans atomiques denses : c'est un glissement ou cisaillement. Une image simplifiée, la **Figure 2.1**, illustre ce mécanisme. Tous les atomes d'un plan sont très légèrement déplacés vis-à-vis des plans voisins. La déformation totale qui en résulte est représentée par le déplacement « e ».

Évidemment ce mouvement perturbe l'équilibre des forces qui s'était établi suite à la formation du cristal et augmente son niveau d'énergie interne.

Si l'on supprime la contrainte, tous les atomes vont donc reprendre leurs positions d'équilibre dans le réseau : on est revenu exactement à la situation initiale et l'on dit de la déformation qu'elle était *élastique*. Dans la réalité, cette déformation est extrêmement faible, au maximum de l'ordre du millième de la dimension du cristal pour un acier doux et d'environ cinq millièmes pour les métaux les plus rigides [9].

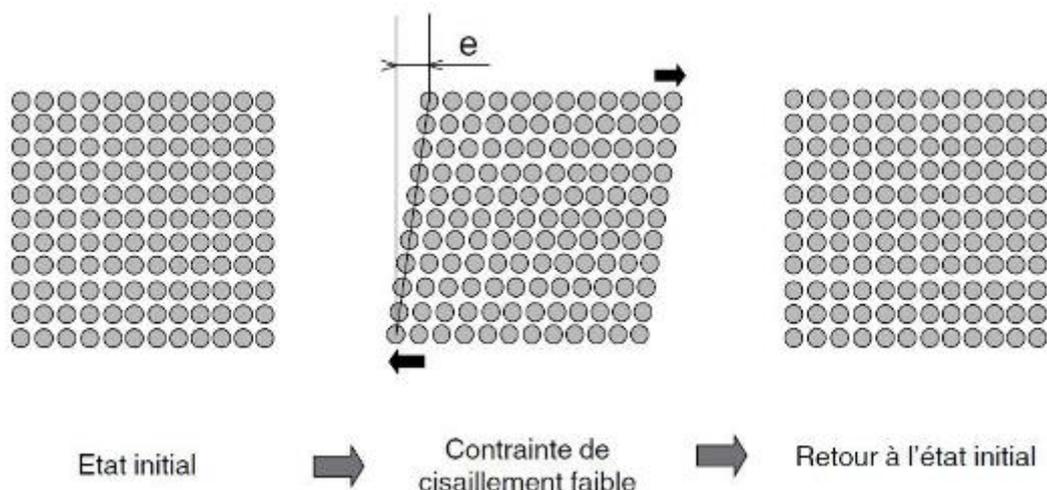


Figure 2.2 Représentation d'une déformation élastique par cisaillement [9].

Un modèle très simple, dû à Baqué, permet de mieux comprendre ce qui se passe.

Supposons, **Figure 2.2(a)**, une surface semblable à une tôle ondulée sur laquelle sont placées des billes en fer ; on applique un champ magnétique qui déplace toutes les billes vers la droite : elles montent sur les « collines » (b). Si on supprime le champ, elles vont retomber (c) dans leurs « vallées » en oscillant d'ailleurs de droite à gauche avant de s'arrêter ; c'est exactement ce qui se passe quand on relâche un ressort tendu (il a une vibration amortie). Ce modèle simple donne donc une explication satisfaisante du comportement élastique, en parfait accord avec l'hypothèse des sphères reliées par des ressorts virtuels que nous avons adoptée au début.

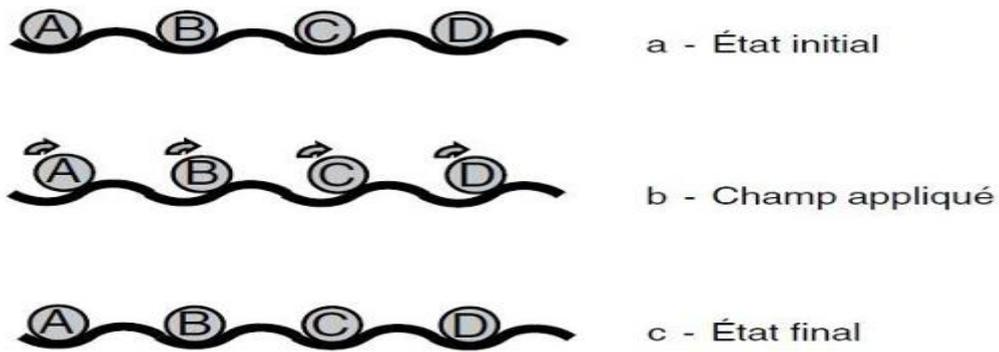


Figure 2.3. Déformation élastique (b) et retour à l'état initial [9].

2.1.2. Déformation plastique

Poursuivons le raisonnement précédent, en examinant la **Figure 2.3**. On voit que lorsque les billes dépassent, sous l'action d'un champ suffisamment puissant, le sommet des « collines », elles vont, toutes ensemble, retomber dans la vallée suivante et non dans celle où elles se trouvaient : leurs déplacement vaut dans ce cas une distance atomique « m » (différente de a_0 si la direction considérée n'est pas une direction de densité maximale). Pour les métaux, c'est le début de la déformation *plastique*.

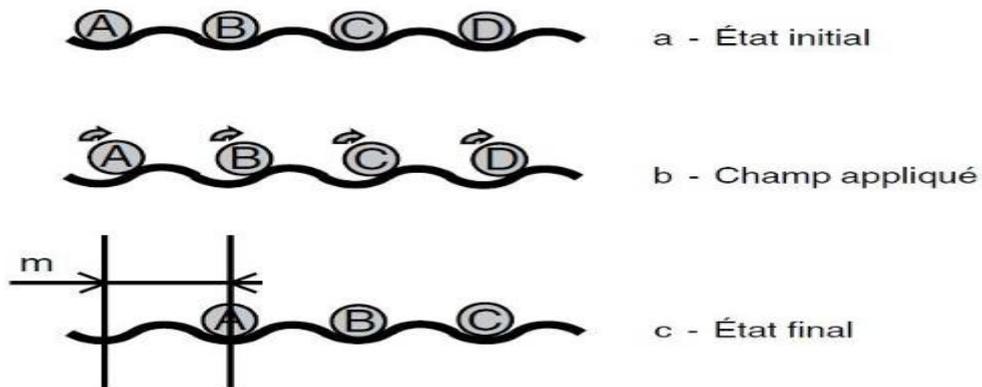


Figure 2.4. Déformation plastique et formation d'une marche [9].

Cette déformation est irréversible, permanente. Le début de la déformation plastique a donc lieu quand des glissements commencent à apparaître dans les cristaux (les grains) qui forment un métal. Comme ces grains ont des orientations aléatoires, il en est de même des plans atomiques ; certains grains seront donc « favorablement » orientés vis-à-vis de la contrainte imposée tandis que d'autres ne le seront pas. Au fur et à mesure que la contrainte appliquée croît, le nombre des grains entrent dans le domaine plastique augmentent et la déformation plastique s'accroît et se généralise.

La **Figure 2.4** offre un aperçu de la distorsion que subissent des grains à la suite d'une déformation plastique brute. Avant la déformation, les grains étaient équiaxes, c'est-à-dire qu'ils avaient approximativement la même dimension dans toutes les directions.

La déformation a amené les grains à s'allonger dans la direction de l'étirement de l'éprouvette [22].

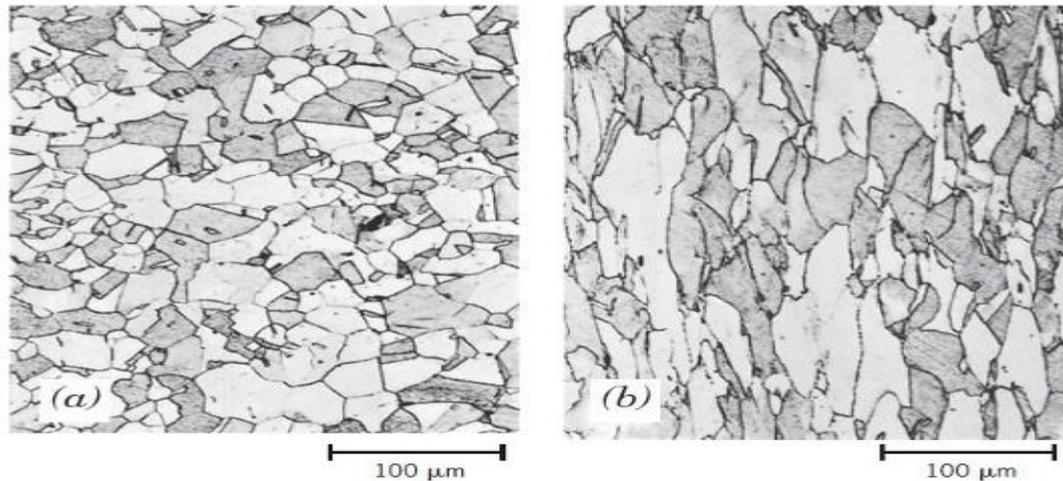


Figure 2.5. Modification de la structure des grains d'un métal polycristallin résultant d'une déformation plastique : a) avant la déformation les grains sont equiaxes ; b) la déformation a provoqué un allongement des grains ; 170 [12].

Si l'on continue l'illustration des phénomènes par une représentation identique à celle de la **Figure 2.2**, on obtient la **Figure 2.5** dans laquelle on peut voir, au centre, la formation des marches dues aux glissements. Ce schéma montre bien qu'une déformation purement plastique ne peut pas se produire sans la persistance simultanée de la déformation élastique qui l'a précédée. Il faudrait pour cela que le matériau ait une limite d'élasticité nulle, ce qui est plus rare dans le domaine des aciers.

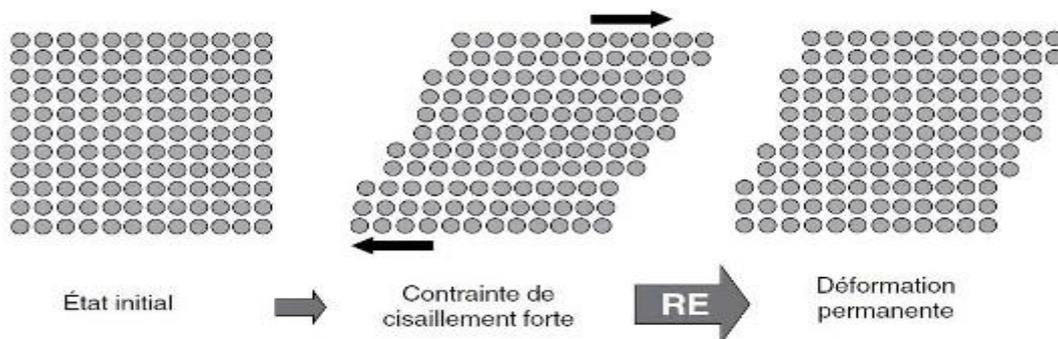
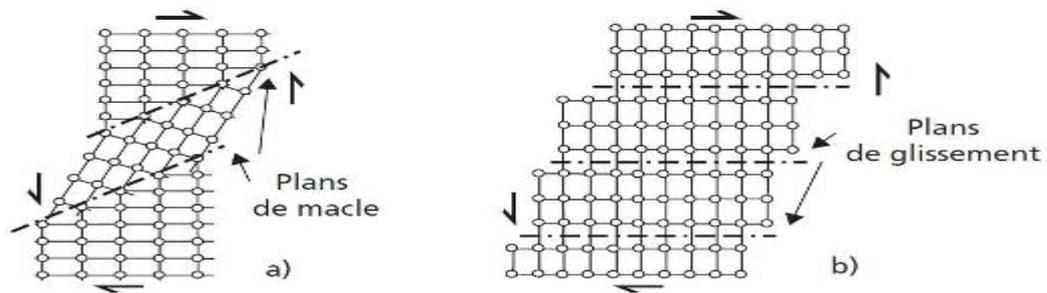


Figure 2.6. Représentation d'une déformation plastique [9].

2.1.3. **Maclage mécanique**

Le cristal accomode les efforts qu'il supporte par combinaison de maclage (**Figure 2.6.a**). Ce mécanisme n'est possible que dans les cristaux où ils existent des plans de macle et ils sont moins courants que les mécanismes liés aux déplacements des dislocations [3]. Ce type de déformation est quasiment instantané. Les phases austénitiques des aciers inoxydables se déforment essentiellement suivant ce mécanisme. Bien que le maclage intervient essentiellement dans les systèmes cubiques à faces centrées, il peut aussi se produire dans les systèmes cubiques centrés lorsque la vitesse de déformation est très grande. Les atomes proches des dislocations n'ont pas, dans ce cas, le temps de diffuser pour permettre le mouvement de celles-ci et le maclage

devient alors la meilleure possibilité pour accommoder très rapidement les déformations imposées [9].



2.1.4. **Glissement**

Les feuillets constitués par les plans denses du cristal glissent les uns par rapport aux autres dans les directions atomiques de forte densité contenues dans ces plans, par paquets qui se décalent d'un nombre entier de distances interatomiques (**Figure 2.6.b**) [3]. Physiquement, lorsqu'on déforme plastiquement un polycristal métallique, on constate au microscope optique que la surface du métal est couverte de bandes, appelées bandes de glissement. Un examen plus détaillé, montre qu'elles sont constituées des lignes plus fines et plus rapprochées (**Figure 2.7**) [2].

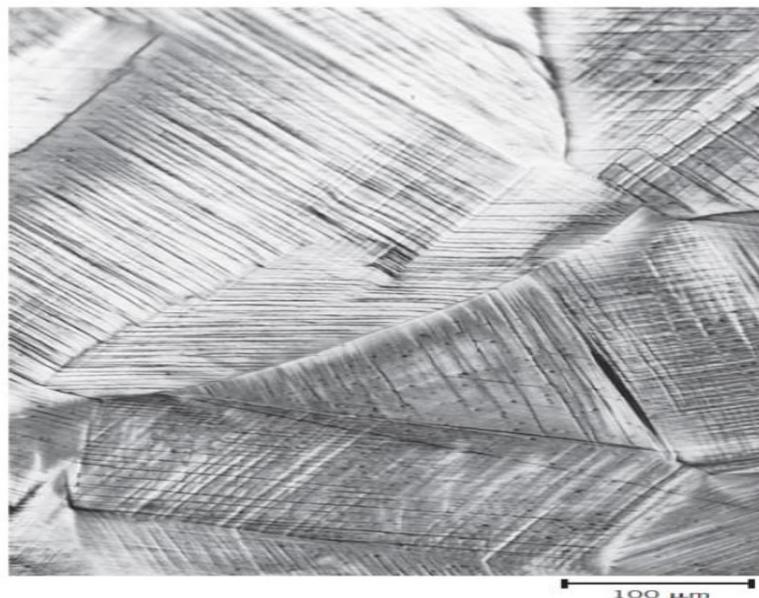


Figure 2.8. Lignes de glissement à la surface d'une éprouvette de cuivre polycristallin. 173 [10]

2.1.5. **Dislocations**

Une dislocation est un défaut à une dimension, ou défaut linéaire, au voisinage duquel certains atomes sont mal alignés. Il existe trois types de dislocation : la dislocation-coin, la dislocation-vis et la dislocation mixte.

2.1.5.1 Observation

On observe ainsi très bien en microscopie à transmission les zones distordues d'un réseau cristallin (**Figure 2.8**), qui apparaissent comme des lignes noires. Il n'est pas rare d'observer des lignes de dislocation qui traversent tout le grain [11].

2.1.5.2 Dislocation coin

C'est un défaut centré autour d'une ligne le long de laquelle se termine un demi-plan atomique supplémentaire à l'intérieur d'un cristal. Dans la région entourant cette ligne, appelée ligne de dislocation, la structure du réseau cristallin est déformé. Dans la **Figure 2.9**, la ligne de dislocation est perpendiculaire au plan de la page. Les atomes situés au-dessus se trouvent serrés les uns contre les autres ; autrement dit, cette portion du réseau est en compression ; par contre sous la ligne de dislocation, le réseau est en tension. Cela se traduit par une légère courbure des plans atomiques verticaux au voisinage de demi-plan supplémentaire. Le symbole \perp indique la position où se trouve la ligne de dislocation associée à la dislocation-coin [12].

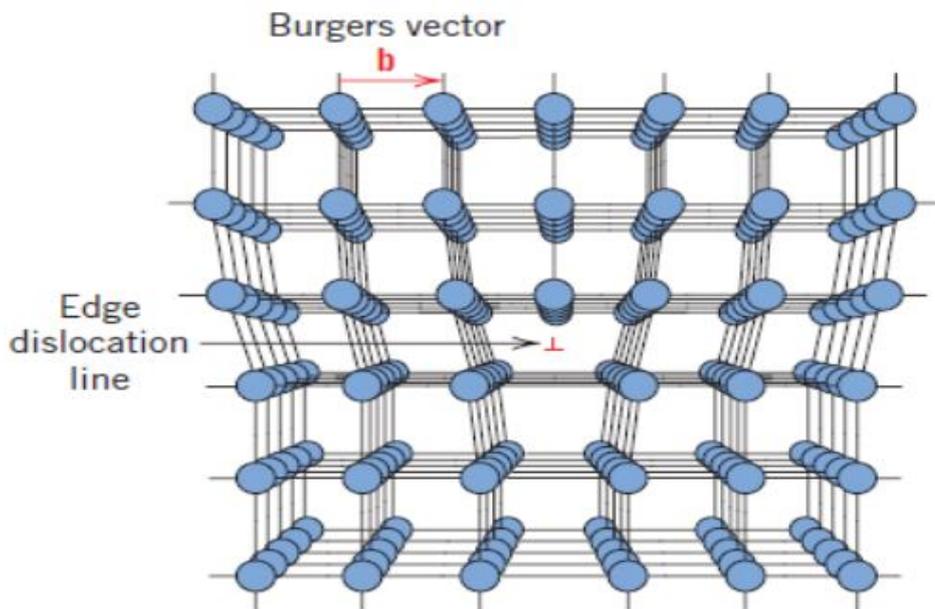


Figure 2.9. *Représentation en perspective de la position des atomes au voisinage d'une dislocation coin* [10].

2.1.5.3 Dislocation vis

C'est un défaut linéaire résultant d'un cisaillement du réseau. Dans la **Figure 2.10**, qui illustre une telle dislocation, la partie supérieure des faces antérieures du cristal a subi un déplacement vers la droite par rapport à la partie inférieure. La déformation résultante est linéaire, et la ligne de dislocation qui y est associée correspond à la ligne AB de la **Figure 2.10.b**

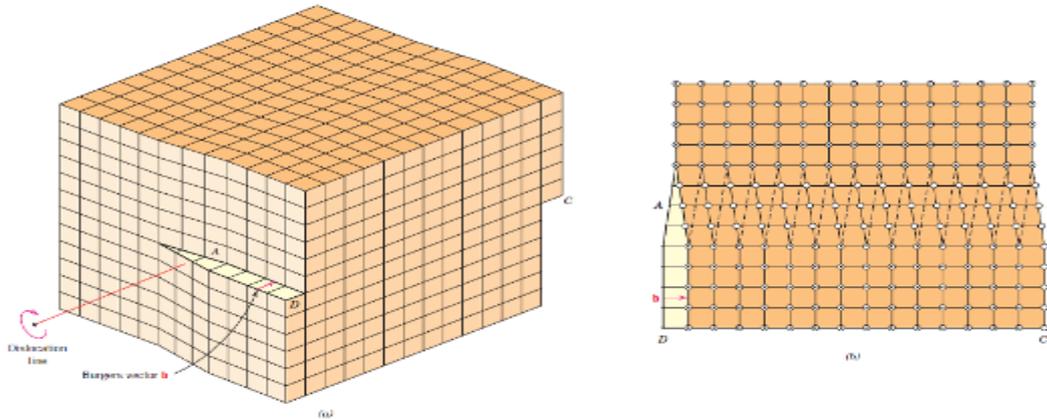


Figure 2.10. a) dislocation-vis dans un réseau cristallin ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut [10].

2.1.5.4 Dislocation mixte

La plus part des dislocations ne sont ni parfaitement du type vis, ni parfaitement du type coin ; elles combinent les caractéristiques des deux types, et on les appelle dislocations mixtes, les trois types de dislocations sont représentés schématiquement dans la **Figure 2.11**.

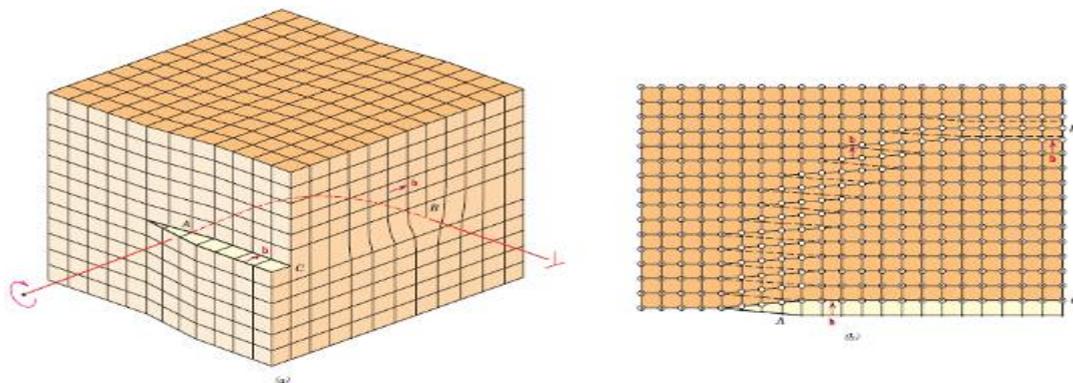


Figure 2.11. a) Représentation schématique d'une dislocation non rectiligne tenant à la fois des trois types de dislocation ; b) la même dislocation-vis vue d'en haut [10].

2.1.6. Écrouissage

Ce terme désigne le durcissement associé à la déformation plastique d'un matériau cristallin dans lequel les dislocations se déplacent par glissement. C'est une conséquence de la densification du réseau cristallin, grâce à l'activation des sources des dislocations nouvelles et à la formation des jonctions supplémentaires [3].

Cette déformation plastique du métal introduit dans le réseau des défauts supplémentaires, principalement des dislocations, des lacunes et éventuellement macles. Le matériau ainsi écroui est donc caractérisé par une densité très élevée de dislocations,

pouvant atteindre des valeurs de 108 à 1012 cm/cm³ et jusqu'à 0,05 % de lacunes. Cet état correspond, d'une part, à des caractéristiques de traction, limite d'élasticité ou résistance élevée ou très élevée ; il s'agit d'un durcissement par interaction des dislocations. D'autre part, l'augmentation du taux des lacunes entraîne une plus grande résistivité électrique [2].

2.1.7. Le durcissement des métaux

2.1.7.1 Le durcissement par augmentation de la densité des dislocations ou par écrouissage

Le durcissement par écrouissage est le procédé par lequel un métal ductile devient plus dur et plus résistant lors de sa déformation plastique. On utilise parfois l'expression déformation à froid pour désigner l'écrouissage par ce que la température au quelle la déformation a lieu est « froide » par rapport à la température de fusion absolue du métal. Le durcissement par écrouissage dans la plupart des métaux s'effectue à la température ambiante [12]. Les *Figures 2.12a et 2.12b* montrent que la limite conventionnelle d'élasticité et la résistance à la traction de l'acier, du laiton, et du cuivre augmentent avec l'écrouissage. Toutefois, cette augmentation s'obtient au détriment de la ductilité du métal, comme le relève la *Figure 2.12c*.

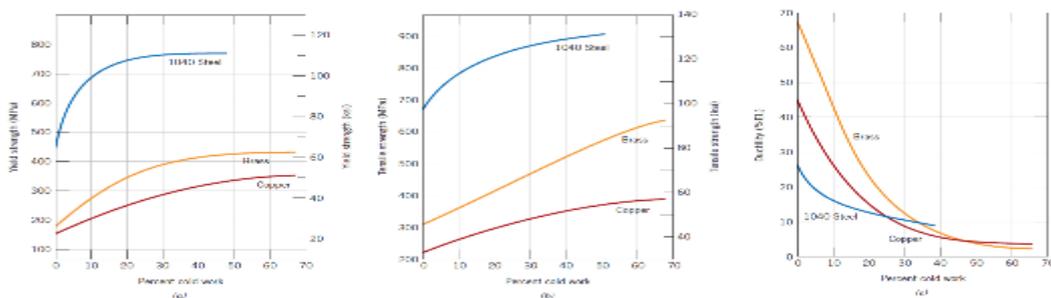


Figure 2.12. (a) Augmentation de la limite conventionnelle, (b) augmentation de la résistance à la traction, (c) diminution de l'allongement à la rupture en fonction du taux d'écrouissage. Dans le cas de l'acier 1040, du laiton et du cuivre [10].

Il peut être très efficace mais on doit noter qu'il « consomme » de la plasticité et que, par voie de conséquence, les caractéristiques de la ductilité du métal (allongement à rupture, striction, énergie de rupture en flexion par choc...) seront diminuées. Il sera donc utilisable surtout pour les métaux possèdent une grande plasticité initiale c'est-à-dire les métaux à structure cubique à faces centrées [13]. Le *Tableau 2.1* donne des exemples des performances mécaniques des métaux écrouis. Il faut noter ici que ce mode de durcissement perd ses effets quand on réchauffe le métal (par restauration et recristallisation; il n'est donc utilisable que pour des emplois à température peu élevée après des opérations de mise en oeuvre ne provoquant pas d'échauffement sensible [13].

Tableau 2-1 Exemples de durcissement obtenu par écrouissage [13].

État (*)	R_m N/mm ²	R_c N/mm ²	A %
Acier inox (X6CrNiMo17-11)			
adouci	540	210	60
écroui 50 %	1 070	980	8
écroui 75 %	1 360	1 270	3
écroui 90 %	1 550	1 470	- 2

(*) Taux d'écrouissage = $100 \times (S_n - S) / S_n$.

2.1.7.2 Le durcissement par perturbation du réseau cristallin avec des éléments étrangers

La mise en place, en solution solide, d'atomes étrangers dans le réseau du métal de base provoque ce que l'on appelle le durcissement par effet de solution solide qui peut être obtenu :

- avec des atomes en solution solide de substitution (un atome de l'élément d'alliage remplace un atome du métal de base dans le réseau cristallin de celui-ci). Les possibilités d'un tel durcissement sont réduites par le fait que la mise en solution solide de substitution des atomes étrangers ne peut se faire que si les rayons atomiques du métal de base et de l'élément d'alliage sont pas trop différents (lois de HUMEROTHERY) ce qui limite la perturbation du réseau cristallin;
- avec des atomes en solution solide d'insertion; ces atomes vont pouvoir se rassembler autour des dislocations, dans la zone de perturbation du réseau et constituer des «nuages» (dites de Cottrell) très efficaces pour freiner les dislocations en rendant plus difficile le début de leurs mouvement. L'effet des éléments en solution solide d'insertion sera, de ce fait, plus important que celui des éléments en solution solide de substitution. La *Figure 2.13* donne un exemple du durcissement que l'on peut ainsi provoquer.

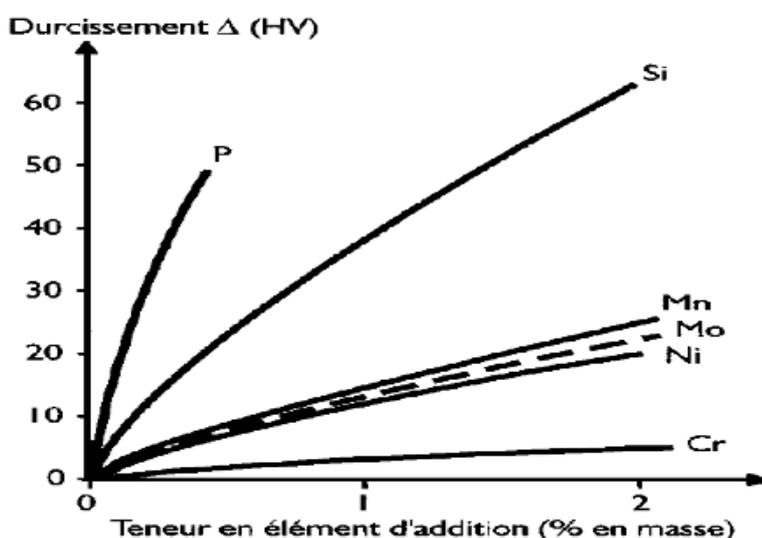


Figure 2.13 : *figure de durcissement en fonction des élément d'addition*

2.1.7.3. Le durcissement par affinement de la taille des grains

Au cours de leurs déplacements, dans les plans de glissement à l'intérieur d'un même grain, les dislocations vont arriver dans la zone des joints de grain et l'on va alors constater que [13] :

- Les joints des grains peuvent constituer un piège; la dislocation disparaît dans la zone perturbée et la déformation plastique est interrompue;
- Les joints des grains peuvent stopper la première dislocation qui se présente; Les suivantes ne peuvent pas poursuivre leurs mouvements viendront s'empiler derrière elles et le glissement sera interrompu.

Les déplacements des dislocations seront d'autant plus gênés et, de ce fait, le durcissement obtenu sera d'autant plus important que les dislocations rencontrent un plus grand nombre de joints des grains. Or dans une masse donnée de métal, l'importance des joints des grains croît quand le nombre des grains augmentent c'est-à-dire quand le volume occupé par chaque grain diminue. Pour développer ce mode de durcissement on doit diminuer la taille moyenne des grains et donc fabriquer des métaux à des grains fins [13]. Le durcissement par effet de la taille des grains est généralement traduit par une relation simple (Loi de Hall-Petch) qui lie la limite d'élasticité R_e au diamètre moyen d_m des grains et qui s'écrit [12] : $R_e = \sigma + K_y \cdot d^{-1/2}$ σ et K_y sont des constantes pour un matériau donné. La **Figure 2.14** illustre le rapport entre la limite conventionnelle d'élasticité et la taille des grains du laiton.

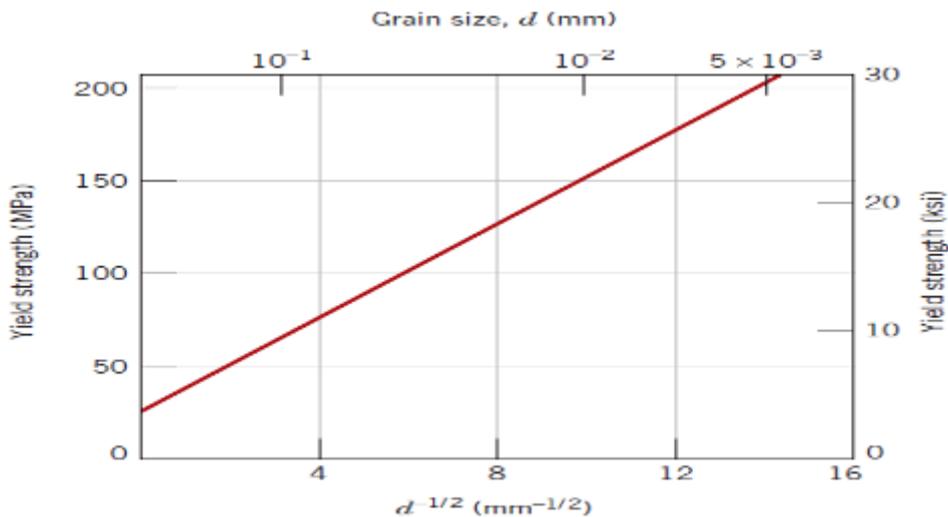


Figure 2.14 . Graphique illustrant le rapport entre la taille des grains et la limite conventionnelle d'élasticité d'un laiton 70 Cu-30 Zn. Il faut noter que le diamètre des grains augmente de droite à gauche et que l'augmentation n'est pas linéaire [10].

CHAPITRE 3
MATERIAUX ET METHODES

Chapitre 3

3.1.1. Caractérisation de l'alliage Ag-Cu-Zn-Sn

3.1.1.1 Composition chimique

Notre étude porte sur un alliage quaternaire Ag-Cu-Zn-Sn utilisé dans la fabrication des baguettes de brasure B30. Le tableau 3.1 ci-dessous donne la composition chimique de cet alliage.

Tableau 3-1: Composition chimique de l'alliage de brasure B30 en % massique

Elément	Ag	Cu	Zn	Sn
%	30,06	38,67	29,52	1,73
Tolérances	± 0,08	± 0,27	± 0,25	± 0,16

3.1.1.2 Les propriétés des éléments d'alliage

3.1.1.2 .a. L'argent et ses propriétés

L'argent est un métal relativement ductile et très malléable apprécié pour son éclat blanc particulier. Il est utilisé pour fabriquer des bijoux, sa malléabilité lui permet de concevoir ces œuvres. Il est également présent dans des formules de brasure et de soudure employées dans les industries automobiles, aéronautiques et de réfrigération. De tous les métaux, l'argent est le meilleur conducteur électrique et le meilleur conducteur de la chaleur. Le tableau III.2 ci-dessous donne les propriétés générales de l'argent.

Tableau 3-2: Les propriétés physiques et mécaniques de l'argent.

Elément : Ag (A= 107.87, Z=47)	
Conductivité thermique [$W \cdot k^{-1}$]	429
Coefficient de dilatation [$10^{-6} k^{-1}$]	14.2
Affinité électrique [kJ/mol^{-1}]	222.8
Résistivité électrique [$\mu \Omega \cdot cm$]	2.2
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	2450
Dureté Vickers [MNm^{-1}]	216
Réseau cristallin	CFC
Température de fusion [$^{\circ}C$]	962
Potentiel de réduction [ENH]	+0,799 V
Densité [$kg \cdot m^{-3}$]	1049

3.1.1.2 .b. Le cuivre et ses propriétés

Le cuivre est un métal rouge plus ou moins foncé, d'un bel aspect, d'où ses applications artistiques ; c'est, après l'argent, le meilleur conducteur de la chaleur et de l'électricité et ses remarquables propriétés anticorrosion lui confèrent des débouchés très importants dans l'industrie. Dans les propriétés mécaniques, le cuivre est un métal extrêmement ductile et malléable, aussi bien à chaud qu'à froid. Le tableau 3.3 ci-dessous donne les propriétés générales du cuivre.

Tableau 3-3: Les propriétés physiques et mécaniques du cuivre.

Elément : Cu (A= 63.54, Z=29)	
Conductivité thermique [$\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$]	400
Coefficient de dilatation [10^{-6}K^{-1}]	16.4
Affinité électrique [kJ/mol^{-1}]	118.4
Résistivité électrique [$\mu\Omega\text{cm}$]	1.72
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	874
Dureté Vickers [MNm^{-1}]	216
Réseau cristallin	CFC
Température de fusion [$^{\circ}\text{C}$]	1065 à 1083
Potentiel de réduction [ENH]	+0,34 V
Densité [kg m^{-3}]	8914

3.1.1.2 .c. Le zinc et ses propriétés

Le zinc est un élément chimique de symbole Zn (A =65.38 et Z = 30). Il résiste à la corrosion atmosphérique par formation d'une couche imperméable de carbonate basique $3\text{Zn}(\text{OH})_2 + 2\text{ZnCO}_3$. Il a des propriétés électrochimiques fortement anodiques, une grande électronégativité par rapport à l'acier, d'où son utilisation pour la protection contre la corrosion par revêtements. Le zinc est utilisé à l'état laminé pour la fabrication de plaques de photogravure et couvertures de bâtiments. Le tableau 3.4 donne les propriétés générales du zinc.

Tableau 3-4: Les propriétés physiques et mécaniques du zinc.

Elément : Zn (A= 65.38, Z=30)	
Conductivité thermique [$\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$]	113
Température d'ébullition [$^{\circ}\text{C}$]	907
Tension superficielle [mN cm^{-1}]	7.8
Résistivité électrique [$\mu\Omega\text{cm}$]	5.92
Limite d'élasticité [MPa]	160 à 200
Viscosité [Pa.s]	$3,17 \cdot 10^{-3}$
Réseau cristallin	HC
Température de fusion [$^{\circ}\text{C}$]	419
Potentiel de réduction [ENH]	-0.763 V
Densité [kg m^{-3}]	7134

3.1.1.2 .d. L'étain et ses propriétés

L'étain (Sn) est l'un des métaux les plus anciennement connus, sous forme d'alliage avec le cuivre. Ce métal, relativement rare et cher, est malléable et ductile et sa brillance argentée persiste longtemps quand il est exposé à l'air sec aussi bien à l'extérieur qu'à l'intérieur. Le tableau 3.5 ci-dessous donne les propriétés générales de l'étain.

Tableau 3-5: Les propriétés physiques et mécaniques de l'étain.

Élément : Sn (A=118.7, Z=50)		
Conductivité thermique [$W^{\circ}k^{-1}$]	62.8	
Viscosité de l'étain liquide [Pa.s]	$2,71 \cdot 10^{-3}$	
Température d'ébullition [$^{\circ}C$]	2270	
Résistivité électrique [$\mu \Omega$ cm]	11 à ($0^{\circ}C$)	
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	3.9	
Charge de rupture [MPa]	14.8	
Réseau cristallin	Blanc (β) quadratique	Gris (α) cubique
Température de fusion [$^{\circ}C$]	231.9	
Potentiel de réduction [ENH]	-0.14 V	
Densité [$kg m^{-3}$]	Sn blanc(β) = 7290	Sn gris(α) = 5770

3.1.2. Elaboration des baguettes de brasure

3.1.2.1. La fusion des brasures

La production des brasures directement dans le four de coulée continue n'est pas recommandée. Il est conseillé de les préparer d'abord dans le four à induction pour garantir leur teneur et homogénéité. En outre, fondre un alliage ainsi préparé réduit le temps de fusion dans le four de coulée continue et diminue la quantité de fumée de zinc émise.

La température au début de la coulée doit être au moins $150^{\circ}C$ supérieure à la température de fusion de façon à tenir compte de la chute de température dans la filière. De même, les problèmes de fusion sont éliminés par la présence de l'atmosphère d'azote dans le four et tous les alliages de brasage peuvent ainsi être produits.

3.1.2.2. Les conditions de recuit

La température de recuit est $500^{\circ}C$ avec un temps de maintien de 30 minutes, cette température ne pose pas de problèmes d'augmentation de la taille des grains. Cependant, une température de recuit trop élevée ou un temps de recuit trop long risque de permettre aux fils de brasure de se coller légèrement. Après le recuit, le matériau subit un refroidissement lent.

Le recuit doit avoir lieu dans une atmosphère protectrice d'hydrogène/azote. Toute entrée d'air dans le four risque de conduire à la formation d'oxyde de cuivre, ce qui

décolorera la surface du produit. Cet oxyde est ensuite enlevé par brosseuse ou décapage à l'acide sulfurique 10% ou au sel rouge.

3.1.2.3. Laminage en cannelure (déformation à froid)

La figure III.8 montre le laminoir à cannelures utilisé pour déformer le métal. L'opération de déformation consiste à diminuer la section du fil. Ce dernier va subir des réductions successives de sa section à travers une série de passes au moyen d'un laminoir semi-automatique de marque VOF, comportant plusieurs cannelures (16 cannelures). Ces cannelures sont disposées côte à côte avec un diamètre qui augmente de 1mm à 7mm.



Figure 3.1 laminoir a double cylindre semi-automatique

3.2. Procède de fabrication (laboratoire ENP)

3.2.1. Préparation métallographique

La métallographie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures, telles que les fissures, la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes. Dans tout travail métallurgique se basant sur une observation microscopique, il est très important de bien préparer l'échantillon afin d'aboutir aux meilleurs résultats possibles. Pour cela nous devons adopter les étapes suivantes:

3.2.1.1 Tronçonnage

Dans une étude microstructurale, l'échantillon doit représenter convenablement l'ensemble du matériau étudié, de sa provenance, tant par sa composition chimique que

par ses caractéristiques physiques. La caractérisation et l'étude de notre alliage de brasage a nécessité la réalisation de petits échantillons de forme cylindrique ou rectangulaire d'environ 10 mm de longueur. La découpe a été réalisée au niveau du laboratoire de métallurgie à l'aide d'une scie. Chaque échantillon est coupé selon deux directions:

- Une coupe selon la direction transversale.
- Une coupe selon la direction longitudinale.

3.2.1.2. Enrobage

Cette technique consiste à enrober les échantillons à l'aide d'une matière plastique « résine » afin de:

- Faciliter la manipulation de l'échantillon lors du polissage et de l'observation microscopique.
- Préserver l'échantillon des altérations chimiques extérieures.
- Différencier par des méthodes pratiques les échantillons comme par exemple mettre des étiquettes ou écrire au feutre permanent sur l'enrobage.

3.2.1.3. Polissage

Le polissage mécanique, au moyen d'une polisseuse est réalisé au moyen de papiers abrasifs allant de 100 à 1200 puis achevé par de l'alumine ($0,3 \mu\text{m}$) en suspension dans l'eau. Ce travail nous a permis d'obtenir le meilleur état de surface possible. Le dispositif utilisé est illustré en figure 3.2 ci-dessous.



Figure 3.2 : Polisseuse mécanique.

Le polissage est une opération nécessaire avant toute observation métallographique, c'est l'opération qui consiste à rendre une surface lisse, plane et brillante de façon à ce

qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen ultérieur, on procède par frottement du métal sur des abrasifs de plus en plus fins ; on prolonge l'action de chacun d'eux jusqu'à ce que les raies créées par le produit précédent disparaissent.

Cette condition est facile à constater si l'on prend soin de polir l'échantillon rigoureusement dans un certain sens avec un abrasif, et dans le sens perpendiculaire avec le suivant. Cette opération est effectuée sur une polisseuse mécanique de marque HITECH MP séries ou le papier abrasif qui est fixé sur un disque de diamètre $D=20$ cm tournant dans un plan horizontal avec une vitesse d'environ 300 trs/min (Fig. 3.4).

Moule Les échantillons. Le polissage comporte deux phases principales:

➤ **Polissage grossier (abrasion) :**

Passer les échantillons enrobés sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (P600, P800, P1000 et P1200).

➤ **Polissage de finition :**

Il est réalisé sur du papier feutre à l'aide de poudre d'alumine et pate diamanté de granulométrie de $0,3 \mu\text{m}$

Lors du polissage, il est indispensable de suivre les consignes suivantes :

- Utiliser un lubrifiant (eau) pour éviter l'échauffement de l'acier ;
- A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les stries ;
- A la fin de chaque granulométrie, le disque de la polisseuse doit être rincé pour éviter la contamination ;
- A la fin du polissage, la surface de nos échantillons a un aspect miroir et les échantillons doivent être rincés à l'eau et séchés à l'air chaud.

3.2.1.4. Attaque chimique

Le but de l'attaque chimique est de créer un contraste révélant la microstructure du matériau. L'attaque chimique différencie les constituants micrographiques et fait apparaître les interfaces (joints de grains et interfaces entre phases). Après avoir transformé la surface à observer en un miroir, une attaque chimique de cette surface à l'aide de la solution d'eau régale 80% H_2O et 20% HNO_3 pour une durée de 30 secondes. Après l'attaque, on lave soigneusement notre échantillon dans un courant d'eau, et on le sèche dans un jet d'air sous pression.

3.3. L'observation au microscope optique

Après l'attaque, les échantillons sont passés au microscope optique de marque OLYMPUS' assisté par ordinateur, muni d'un appareil de capture d'images pour la visualisation des différentes phases. Le microscope utilisé est montré par la photo de la figure 3.3 ci-dessus.



Figure 3.3 : Microscope optique utilisé.

3.4. Essai de dureté

La mesure de la dureté de nos échantillons a été réalisée à l'aide d'un duromètre universel à affichage digital montré en figure 3.4 ci-dessous.



Figure 3.4 : *durometre utilise*

La figure II.14 schématise le principe de l'essai de la dureté et montre l'empreinte laissée par l'essai de la dureté sur la microstructure. La charge utilisée pour nos échantillons est de

10 KF et la valeur retenue est la moyenne arithmétique de trois valeurs mesurées dans trois endroits différents de l'échantillon.

$$Hv = 0.1892 \frac{F}{d^2}$$

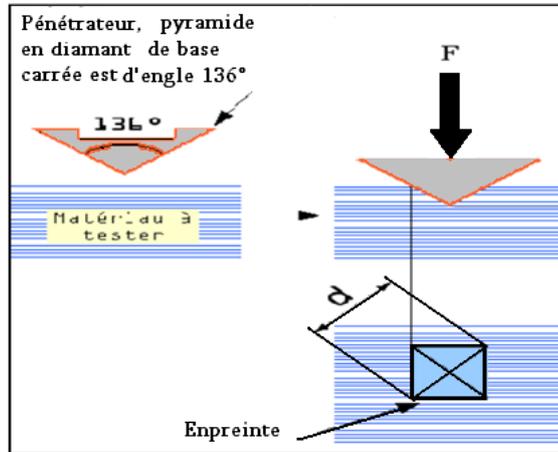


Figure 3.5 : *principe de la dureté*

3.5. Traitement et analyse d'images :

Pour le traitement et l'analyse des micrographies obtenues par microscope optique, nous avons utilisé le logiciel ImageJ. Ce dernier est un logiciel écrit en Java par le National Institute of Health qui permet d'effectuer plusieurs tâches. Les étapes suivies pour l'analyse des images sont :

1. La lecture des images qui représentent les micrographies d'un même échantillon pour cela on clique sur la commande **Import** puis **Image Sequence**.
2. Sélectionner toutes les micrographies choisies
3. Binariser les micrographies en utilisant la commande **Process** puis choisir la commande **Binary** ensuite **MakeBinary**
4. Sélectionner les mesures voulues en allant vers la commande **Analyze** puis **Set Measurements** ensuite choisir les mesures, pour notre cas on choisit **Area Fraction**.
5. Mesurer le taux de précipités delta en cliquant sur la commande **Analyze** puis **Mesure**.

Après avoir obtenu les mesures de chaque micrographie, on calcule la moyenne des résultats obtenus.

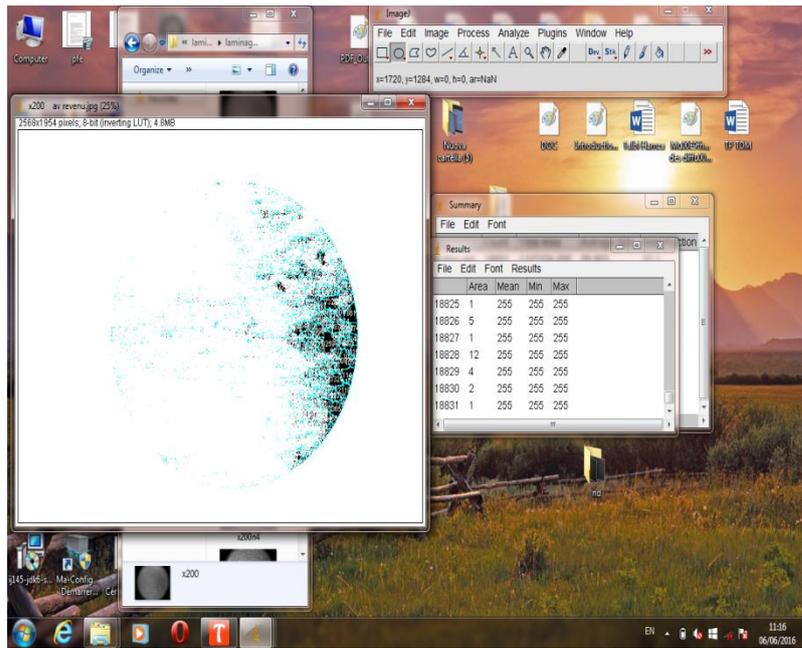


Figure 3.6 : les étapes pour calculer la fraction des précipites

3.6. Traitement thermique

Au moyen d'un four de chauffage électronique de marque CARBOLIT-CWF 1300 (Figure 3.7), équipée d'un thermocouple, on a effectué les différents recuits nécessaires à notre étude sur nos alliages élaborés.



Figure 3.7 : *four utilise pour les traitements thermiques*

Chapitre 4

RESULTATS ET DISCUSSION

4.1. But de cette étude :

le but de cette étude est d'étudier la cinétique de précipitation de l'alliage ag-cu-zn-sn proposée par l'entreprise nationale de fabrication de l'argent et de l'or (AGENOR) pour trouver des solutions à la rupture du fil pendant l'étirage

4.2. Préparation des échantillons

4.2.1. Structure de l'état de réception

Le matériau à l'état de réception présente une structure granulaire comme le montre la figure 4.1 ci-dessous. On remarque dans cette micrographie des grains de formes équiaxes mais de tailles variables.

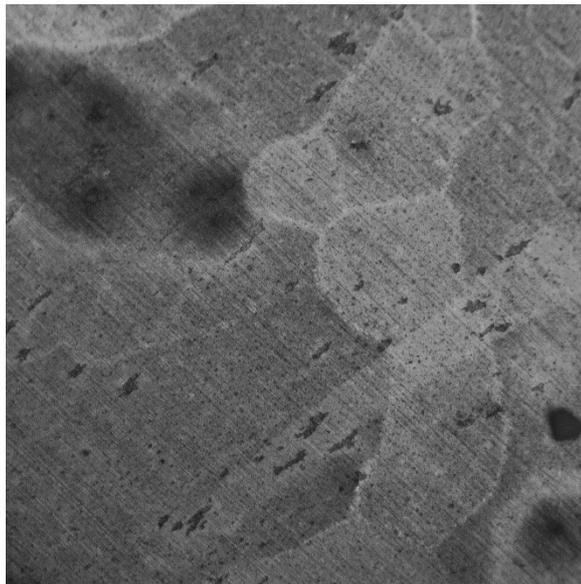


Figure 4.1 Structure de l'état de réception grossissement x200.

On remarque d'après la figure que la structure est hétérogène constituée de grains fins et grossiers avec des joints de grains assez épais qui s'apparentent à des précipités de seconde phase fortement présents dans ce type d'alliage. Les grains ont des formes polyédriques pour certains et arrondies pour d'autres. Les grains les plus petits se trouvent dans les zones qui ont subi des contraintes.

4.2.2. structure après trempe :

Le traitement de trempe permet de :

- Avoir un léger grossissement des grains;
- Equilibrer les taux de phases et donner une taille moyenne pour les bandes.
- Eviter toute possibilité d'existence de précipités, en homogénéisant toute la structure.

4.3. Calcul de la taille des grains :

Pour calculer la taille moyenne des grains on trace un segment de 200 mm sur une feuille transparente qu'on place sur l'écran de l'ordinateur. La microstructure est alors

projetée sur cet écran ce qui permet de compter le nombre de grains sur le segment considéré. Pour calculer la taille des grains on utilise l'équation ci-dessous.

$$D = \frac{L \cdot 1000}{N \cdot G} \cdot X_v$$

Où :

L : longueur du segment test (dans notre cas égale à 200 mm)

N : le nombre de grains se trouvant sur le segment

G : le grossissement utilisé.

X_v : la fraction volumique de la phase dont on veut mesurer la taille du grain. Si le matériau est monphasé, X_v sera égale à 1 (càd 100%)

Pour changer la taille des grains, on n'a déformé le matériau par laminage puis fait des recuits de recristallisation jusqu'à l'obtention des tailles des grains voulus. Les premiers essais de précipitation ont été réalisés après hypertrempe sans faire laminage; c'est-à-dire avec la taille du grain du matériau à l'état de réception. Le tableau 4.1 ci-dessous montre les résultats de mesure et de calcul pour la première série de traitements thermiques (à l'état de réception).

Tableau 4-1: valeurs de la taille moyenne des grains (en μm)

D1	800
D2	720
D3	760
D4	812
D5	822
D6	890
D7	875
D8	798
D9	674
D10	635
D MOYENNE	778,6

Après laminage et recuit à 600 °C pendant 15 mn suivi d'une trempe pour dissoudre les précipités préexistants, on mesure la taille moyenne du grain. Les résultats sont donnés dans le tableau 4.2 ci-dessous.

Tableau 4-2: valeurs de la taille des grains pour la série 2 d'expérience

D1	430
D2	412
D3	570
D4	610
D5	480
D6	430
D7	570
D8	540
D9	615
D10	640
D MOYENNE	529,7

Pour réduire d'avantage la taille des grains et pour éviter la rupture pendant le laminage à froid, on fait un laminage a chaud. Ici, on chauffe l'échantillon à 700 °C pendant 5 mn, pour éviter le grossissement des grains, et on lamine à chaud. Les résultats de mesure et de calcul sont donnés dans le tableau 4.3 ci-dessous.

Tableau 4-3: valeurs de la taille des grains pour la série 3 d'expérience (en μm)

D1	320
D2	240
D3	135
D4	125
D5	150
D6	80
D7	140
D8	75
D9	220
D10	307
D MOYENNE	179,2



Figure 4.2: Structure typique des échantillons de la série 3 utilisés grossissement X500.

L'analyse métallographique montre que la fraction des précipités est soit nul comme dans le premier cas ou faible pour les deux autres cas car ils ont subi des déformations par laminage

4.4. Cinétique de précipitation

L'étude de la cinétique est basée sur deux méthodes différentes. La première consiste à calculer le taux de phase précipité par la métallographie quantitative. Alors que la deuxième consiste à étudier l'évolution d'une propriété mécanique selon le temps de maintien. Dans le cas présent, l'évolution de la dureté a été choisie.

4.5. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour but, d'une part, de permettre la transformation des produits en homogénéisant la composition et la structure de fonderie et en supprimant l'érouissage dû aux déformations à froid. Et d'autre part, de conférer aux produits obtenus les caractéristiques nécessaires à leur mise en œuvre et à leur utilisation, caractéristiques mécaniques, caractéristiques de tenue à la corrosion, etc.

Les traitements thermiques objets de ce chapitre sont :

- le recuit d'homogénéisation
- le recuit de recristallisation
- le traitement de mise en solution suivi d'une trempe et d'un revenu de durcissement par précipitation.

4.5.1. Recuit de recristallisation

C'est un traitement dans la zone de recristallisation située au-dessous de la température de fusion ($T_r = 0.4T_f$). La structure distordue et érouillée par le travail mécanique à froid est remplacée par une nouvelle structure à grains fins équiaxes et libres de toute

dislocations. Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de R_m , R_e , H et d'une augmentation de $A\%$ et K .

La recristallisation est régit par les lois suivantes :

- La température de recristallisation s'abaisse quand le taux de déformation augmente.
- La taille du grain recristallisé diminue, pour une même température de recuit, si le taux de déformation augmente.
- La recristallisation ne débute pour une même température qu'à partir d'un taux critique de déformation. Il peut y avoir un grossissement des grains de recristallisation primaire par migration des joints de grains : les gros grains absorbant en général les petits. Ce phénomène est appelé recristallisation secondaire

Pour effectuer ce traitement, on a réglé la température du four à 500°C puis les échantillons vont subir un recuit de recristallisation pendant un temps variable de 60 secondes de plus chaque fois jusqu'à la recristallisation totale des grains.

Le four utilisé ayant une chambre de forme carré. Le chauffage est obtenu par effet Joule grâce à une résistance encastrée tout autour de la chambre dont la température maximale atteinte est de 1200°C. Le four est équipé d'un système de régulation assez précis, ainsi que d'une minuterie permettant de réaliser des traitements thermiques en pallier : c'est à dire des maintiens à températures constantes pendant des périodes de temps préalablement définies. Le four utilisé est montré en vue réelle dans la figure III.7 ci-dessus.

4.5.2. **Traitement thermique de mise en solution:**

On réalise les opérations suivantes :

- Un chauffage pour mettre en solution solide les éléments qui formeront la deuxième phase, chauffage qui est dit de « mise en solution ».
- Un refroidissement assez rapide dans l'eau pour empêcher la précipitation de la deuxième phase. Refroidissement qui est appelé « trempe ».
- Un réchauffage modéré pour provoquer une précipitation fine, chauffage qui est dit « revenu ».

a. Le chauffage ou traitement de mise en solution

On porte notre alliage à haute température égale à 600 °C pendant 1 heure pour provoquer une mise en solution des éléments susceptibles de former les précipités. Au chauffage il est nécessaire de limiter la température maximale à 600 °C. Celle-ci doit permettre de développer la transformation visée mais ne doit pas engendrer un grossissement des grains de l'alliage.

b. Le refroidissement par la trempe à l'eau

On effectue un refroidissement assez rapide à l'eau qui a pour objectif de conserver en solution hors équilibre les éléments précipitables. Il est à noter que l'état de surface de l'échantillon qu'on veut refroidir est un facteur important lors du refroidissement. C'est ainsi qu'une surface dépolie ou légèrement oxydée conduit à un refroidissement plus rapide qu'une surface polie. Par contre une couche épaisse d'oxyde ralentit très sensiblement le refroidissement. L'alliage reste en état de sursaturation à la température ambiante parce qu'à cette température l'agitation thermique et la diffusion qui permettraient la germination des précipités sont insuffisantes.

c. Le réchauffage ou traitement de revenu

Si l'on souhaite réaliser une précipitation pour obtenir un durcissement il faut faire un revenu à la température la plus basse possible. Cette opération consiste à réchauffer l'alliage à une température de 400 ° C en variant le temps de maintien. Ce traitement permet d'obtenir des précipités fins surtout au niveau des joints de grains.

4.6. calcul de la taille des grains en fonction du temps de maintien

Les résultats de calcul de la taille moyenne des grains après recristallisation primaire pour les trois barres utilisées pour l'étude de la cinétique de précipitation, sont montrés dans le tableau 4.4 ci-dessous. Les chiffres ont été arrondis pour obtenir des valeurs finies

Tableau 4-4: valeurs de la taille des grains en fonction de la température de maintien a 700 c

TEMP DE MAINTIEN EN MIN	TAILLE DES GRAINS (um)
7	180
15	530
30	780

D'après les chiffres mentionnés sur le tableau ci dessus on peut dire que la taille moyenne obtenue après recristallisation est une fonction du taux de déformation et de la température. Cette taille moyenne est d'autant plus petite, que le taux de déformation est important et que la température est basse. L'effet de l'écroutissage est caractérisé par l'augmentation du nombre de germes créé lors de la germination. Donc le nombre de grains formés par unité de volume sera important, par conséquent on aura à la fin de la recristallisation une structure à grains fins. La température influe également sur le mécanisme de recristallisation. La vitesse de recristallisation est lente si la température de recuit est basse. Donc les germes ne croissent pas rapidement car la diffusion est faible, par conséquent la structure à la fin de la recristallisation sera également plus fine. La figure IV.3 ci-dessous montre l'évolution de la taille des grains comme fonction du temps de maintien. Ces différentes structures sont utilisées pour analyser l'influence de la taille des grains sur la cinétique de précipitation de l'alliage étudié.

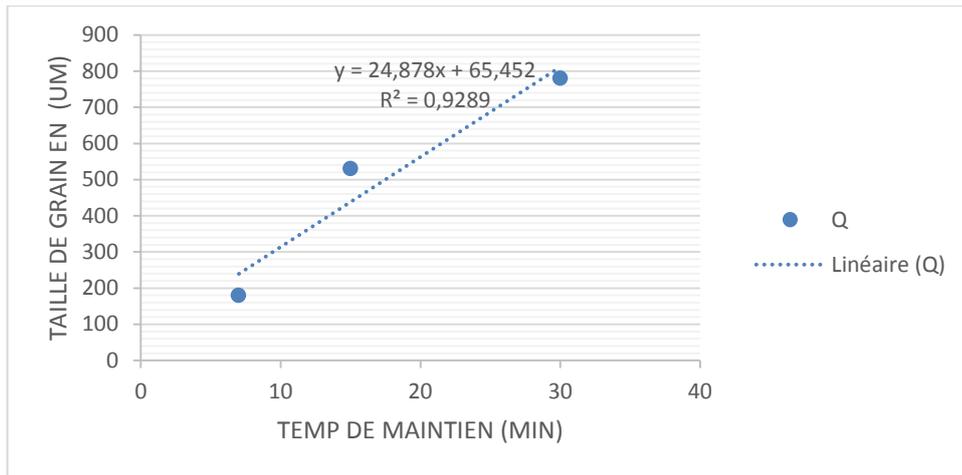


Figure 4.3 : Taille des grains en fonction du temps de maintien

4.7. Mesure et calcul de la dureté en fonction du temps de maintien pour les trois structures su-dessus mentionnées

Après polissage et finition des échantillons (pour éviter l'influence de la couche d'oxyde) sur l'alliage on obtient les valeurs de dureté présentées dans le tableau suivant :

Tableau 4-5: Valeurs de dureté pour l'échantillon dont la taille moyenne des grains est : 180 μm

Essai t de revenu (min)	ESSAI 1	ESSAI 2	ESSAI 3	MOYENNE
0	127,8	131,7	131,4	130,3
25	128,9	128,3	134,9	130,7
40	137,7	126,8	134,9	133,133333
120	142,1	144	136,3	140,8
180	140,2	145,6	143,4	143,066667

Nous remarquons que la valeur de la dureté croît en fonction du temps de maintien lors du revenu. Car la fraction de précipités augmente également avec le temps, ce qui provoque l'augmentation de la dureté du matériau. La figure 4.4 ci-dessous exprime cette augmentation en fonction du temps de maintien.

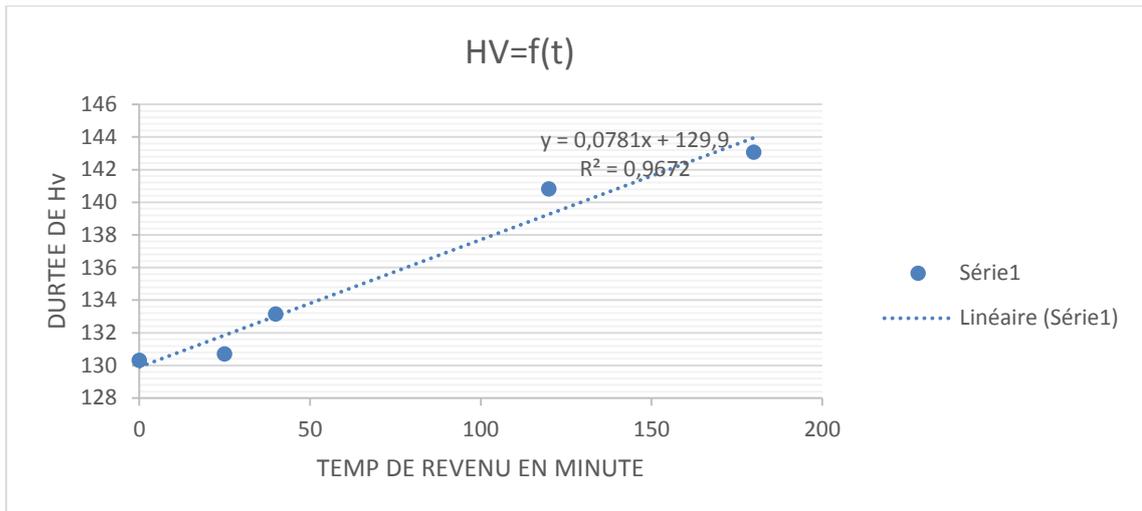


Figure 4.4: évolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égale à 180 μm

Pour la structure dont la taille moyenne des grains est 530 μm , on obtient les résultats montrés dans le tableau 4.6 suivant:

Tableau 4-6 : valeurs de dureté pour les échantillons dont la taille moyenne des grains est de 530 μm .

	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne
0	119	117,4	117,8	118,066667
50	122,5	127,3	126,2	125,3333333
75	131,9	130,1	129,4	130,466667
150	132	137,2	132,8	134
240	137,3	139,4	136,4	137,7
360	139,5	143	141,4	141,3

Après la mesure de la dureté, on montre l'évolution de cette dureté dans la figure 4.5 ci-dessous.

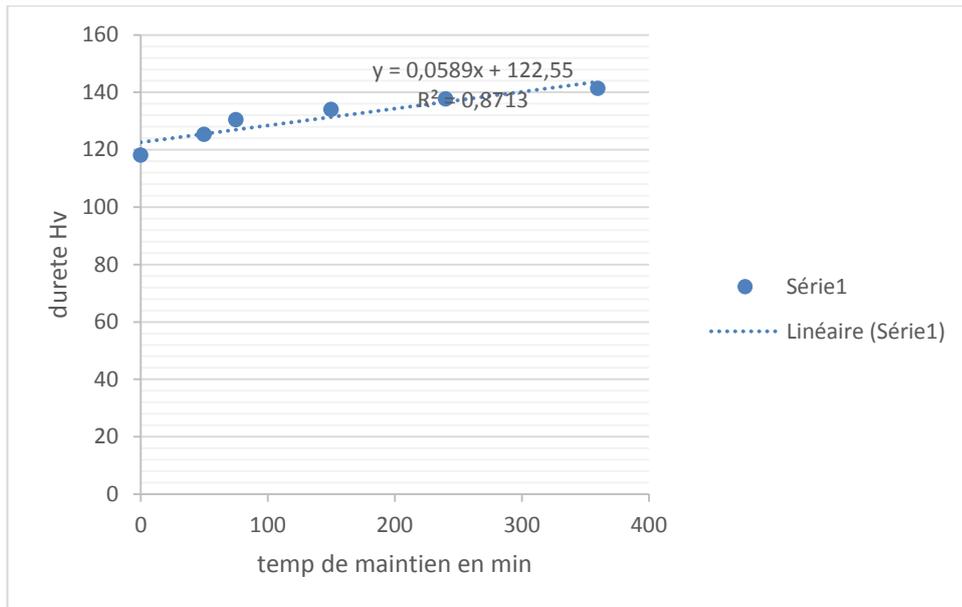


Figure 4.5 : Evolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égaux à 530 μm

Pour la structure du matériau dont la taille moyenne des grains est égale à 780 μm , on obtient les résultats suivants classés dans le tableau 4.7 ci-dessous.

Tableau 4-7 : valeurs de dureté pour les échantillons dont la taille moyenne des grains est de 780 μm

	<i>essai 1</i>	<i>essai 2</i>	<i>essai 3</i>	<i>moyenne</i>
0	122	124,2	120,8	122,33333
90	125,7	123,8	123,2	124,23333
150	128,8	125,6	132,4	128,93333
300	131,8	137,2	132,2	133,73333
480	138,3	135,6	138,4	137,43333
720	143,5	140,4	138,9	140,93333

Les résultats montrés dans le tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe d'évolution de la dureté comme fonction du temps de revenu comme le montre la figure 4.6 suivante.

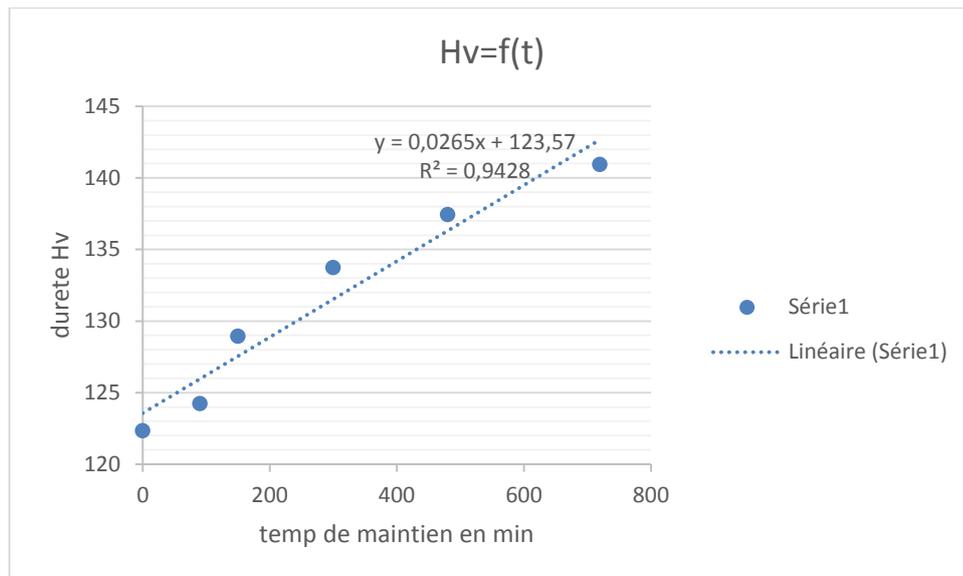


Figure 4.6 : Evolution de la dureté en fonction du temps de revenu pour le cas de la structure à taille moyenne des grains égaux à 780 μm

4.8. Commentaires et interprétations

Les figures ci-dessus expriment l'évolution de la dureté du matériau pour les trois types de structures étudiées qui ont des tailles moyennes de grains respectivement égales à 180, 530, et 780 μm . Comme remarque principale on constate que la dureté croit presque linéairement en fonction du temps de maintien. Pour une taille fine des grains la dureté augmente rapidement. Pour les premiers échantillons, les ébauches ont subies un traitement d'homogénéisation car durant le procédé de fabrication des baguettes de brasure, les ébauches sont fabriquées par coulée continue puis coupées aux dimensions voulues. Après la coulée continue et avant toute déformation on mesure la dureté juste avant l'homogénéisation. On trouve une valeur un peu supérieure à la valeur après le traitement d'homogénéisation, La différence entre ces deux valeurs est due au fait que la structure de coulée est très hétérogène. C'est une structure de type basaltique à forte variation granulométrique entre la surface extérieure et le cœur central, en plus des ségrégations et des contraintes résiduelles d'origine thermique (dislocations).

Tous ces phénomènes combinés font que le matériau est plus dur une fois homogénéisé aux conditions mentionnées ci-dessus. Les dislocations disparaissent et les grains sont plus homogènes. La chimie du matériau est uniforme à travers le matériau, d'où la chute de dureté observée avant la déformation par laminage. Durant la déformation, les grains s'allongent dans le sens du laminage. La densité de dislocation augmente d'où l'augmentation progressive de la dureté du matériau laminé à mesure que le nombre de passe augmente.

Cependant pour la troisième série d'échantillons le nombre de passes est plus grand. C'est ainsi qu'on remarque une augmentation rapide de la dureté. Cela peut s'expliquer par l'effet cumulatif des dislocations qui engendre une structure fine, mais aussi à la précipitation de phases plus dures qui apparaissent durant les recuits de recristallisation effectués. Durant le procédé de laminage, nous avons une déformation plastique qui est

à l'origine d'un mouvement de dislocations. Cette déformation provoque une modification générale de ses propriétés mécaniques. Car sous l'effet de l'écroutissage nous aurons une création d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles. Ce phénomène est appelé durcissement structural par écroutissage.

D'autre part l'importance du nombre des grains conduit à un grand nombre de joints des grains et ces derniers constituent un obstacle pour le mouvement des dislocations. De ce fait le durcissement obtenu sera plus important ce qui conduit à une augmentation des propriétés mécaniques du matériau lamine et en particulier sa dureté. Après la déformation, le matériau laminé subit un recuit de recristallisation toujours à 400 °C pour des périodes de temps différentes. Cette période est choisie telle que le matériau soit totalement recristallisé. A la fin de la recristallisation, l'échantillon est retiré du four puis laissé se refroidir à l'air jusqu'à l'ambiante.

4.9.Observation microscopique des différentes microstructures du matériau

Pour mieux comprendre les phénomènes qui se produisent dans le matériau, nous avons procédé au prélèvement d'un échantillon sur la barre étirée après chaque traitement de revenu.

. La série de micrographies montrées en figures ci-dessus illustre la microstructure du matériau. D'après ces micrographies, on constate que les précipitations des phases dures se font préférentiellement sur les joints de grains comme le montre la figure ??? On constate donc que lorsque la fraction des phases dures est grande,

.Ceci est parfaitement illustré par la figure

Cette figure montre la coalescence des particules de seconde phase dans le sens du laminage.

. Et lorsque les conditions de probabilité de rencontre de plusieurs particules sont réunies, celles-ci coalescent ensemble pour former une chaîne de particules et de porosités pour former un nid de microfissures à partir duquel se déclenche la grande fissure qui provoque la fracture catastrophique qui se produit durant l'étirage à froid chez AGENOR . Ce phénomène est parfaitement illustré par la figure ??? dans la section transversale avec un grossissement plus grand. Il faut rappeler ici, que l'interface matrice-précipité est très incohérente (faible), ce qui favorise l'initiation des fissures, leur coalescence et la rupture.

4.10. Analyse de la fraction des précipités

Pour les échantillons à tailles moyenne des grains =180um, les fractions des précipités sont montrées dans le tableau 4.8 ci-dessous.

Tableau 4-8 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains=180 μm

t	<i>surface des précipité</i>	<i>surface total</i>	Xv
0	47622	142	0,3
25	32567	1042	3,2
40	35761	5149	14,4
120	23543	6286	26,7
180	57632	16137	28

Les résultats de ces mesures sont tracés dans la figure ci-dessous.

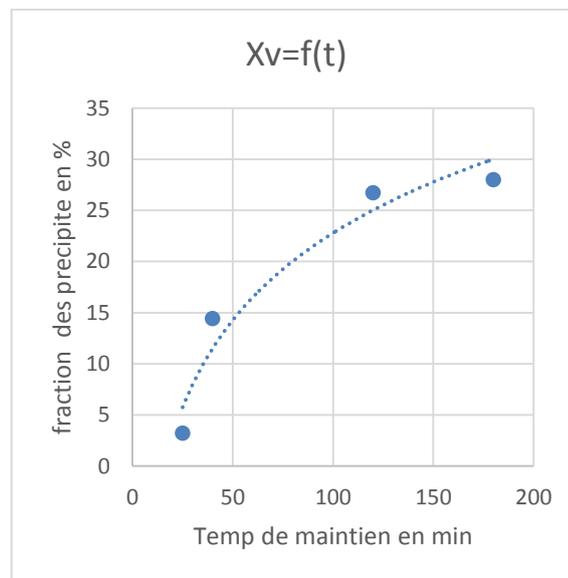


Figure 4.7: Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 180 μm

Pour les échantillons à tailles moyenne des grains = 580 μm , les fractions des précipités sont montrées dans le tableau 4.9 ci-dessous.

Tableau 4-9 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains = 580 μm .

t (min)	Xv(%)
50	0,18
75	2,56
150	11,83
240	27,2
360	30,4

Les résultats montrés dans le tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe d'évolution de la fraction volumique des précipités dans la figure 4.7 ci-dessous.

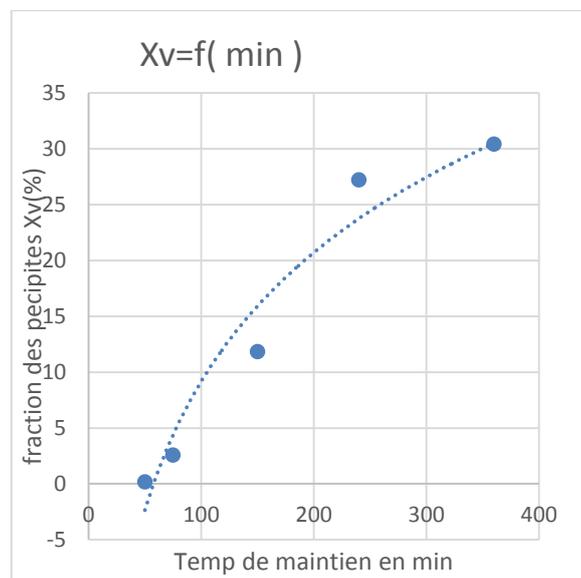


Figure 4.8 : Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 580 μm

Pour les échantillons à tailles moyenne des grains = 780 μm , les fractions des précipités sont montrées dans le tableau 4.10 ci-dessous.

Tableau 4-10 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités pour les échantillons à taille des grains = 780 μm .

T(min)	Xv(%)
90	1,2
150	3,6
300	16,3
480	25,9
720	28,4

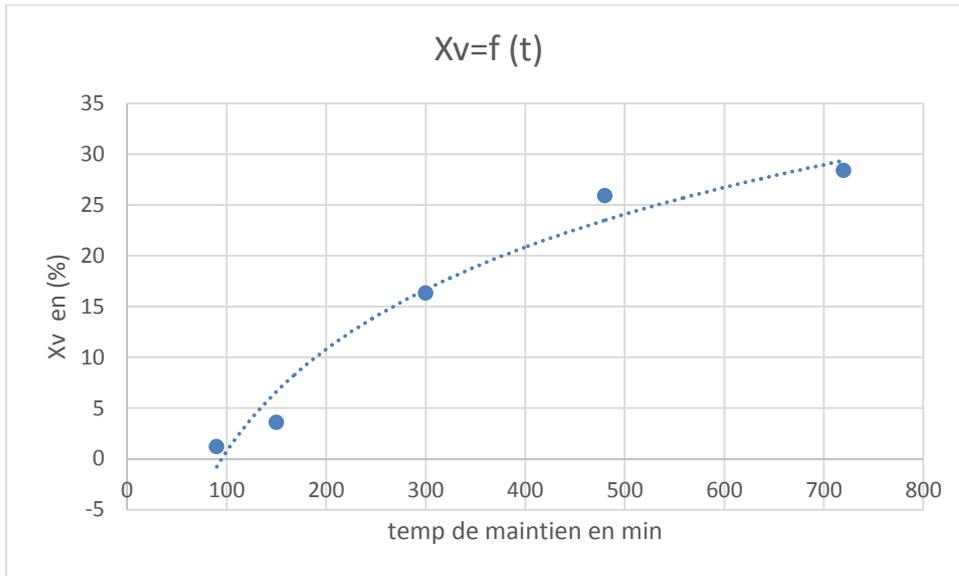


Figure 4.9: Evolution de la fraction de précipitation en fonction du temps de maintien pour le matériau à taille des grains initiaux égaux à 780 μm

4.11. Effet du temps de revenu sur la précipitation

Après avoir tracé les courbes de la précipitation illustrées dans les figures ci-dessus, On superpose les courbes d'une même température et on utilisant l'échelle logarithmique on aboutit aux courbes montrées dans la figure IV.8 ci-dessous. Les trois courbes montrent clairement que plus la taille des gains est fine plus les courbes de précipitation se déplacent vers la gauche, c'est-à-dire que la précipitation se fait rapidement. L'interface inter granulaire influence directement sur l'énergie emmagasinée. Plus le grain est fin, plus l'énergie associée à la jointure des grains est grande. C'est ainsi que l'énergie interfaciale influence sur la germination et particulièrement sur le nombre de germes créés. Plus cette énergie est importante plus le nombre de germes créés est grand. On constate donc que la précipitation se fait rapidement, pas en terme de la vitesse, mais en terme de la quantité des germes créés. Par ailleurs en analysant les microstructures des différents échantillons, on constate que les sites préférentiels de germination sont les points triples (l'intersection de trois joints de grains), car ils sont le siège de la plus haute énergie interfaciale dans la structure.

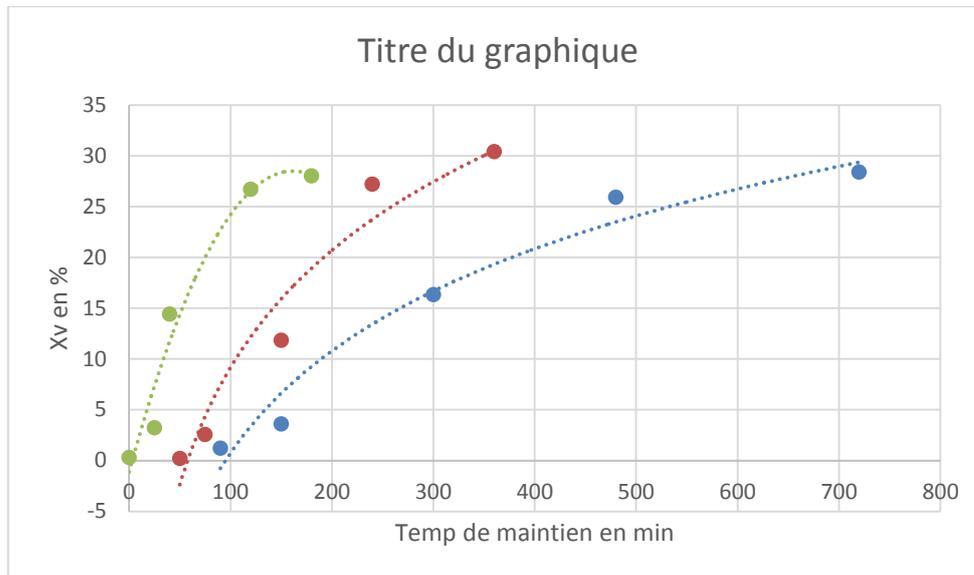


Figure 4.10: Evolution de la fraction de précipitation dans l'alliage étudié comme fonction de la taille des grains initiaux durant le revenu à T égale à 400 °C

4.12. Commentaires et interprétations

D'après la **figure 4.8**, on constate que la vitesse de précipitation augmente en fonction de la taille du grain initial et de la température. L'augmentation de la vitesse de précipitation en fonction de la température est due au fait que le mécanisme de la précipitation est un mécanisme diffusiel gouverné par la germination et croissance. Comme ces mécanismes sont thermiquement activés donc la vitesse de précipitation augmente au fur et à mesure que la température augmente. Par contre la diminution de la taille des grains initiaux conduit à une structure fine à haute énergie interfaciale, donc l'énergie emmagasinée augmente et par conséquent les sites de germination qui peuvent se créer deviennent plus importants alors, le temps nécessaire pour la précipitation d'un volume de Cristal donné devient plus court. Il y'a donc une relation entre la taille des grains et la fraction des précipités. Car l'apparition des précipités se fait essentiellement aux joints de grains. La surface totale des joints de grains est très importante pour une structure fine. L'apparition des précipités d'abord au niveau des joint de grains est due au fait que l'énergie de surface est très importante surtout dans les points triples.

Cinétique de précipitation :

Pour étudier la cinétique de précipitation on a calculé le taux de précipité pour tous les échantillons trempés à 600°C puis revenu à 400°C. Ces échantillons ont été revenus pendant des durées différentes. Sur ces échantillons nous avons mesuré les fractions des précipités ainsi que les duretés associées. Après le traitement d'image que nous avons fait par le logiciel de traitement d'image **J**, on a trouvé que le taux des précipités pour les échantillons trempés à 600°C et un traitement de revenu à 400°C est négligeable pour les premiers échantillons. Puis il croît avec l'augmentation du temps de maintien

Pour une taille moyenne des grains égale à 780 μm , on obtient une évolution de la dureté en fonction de la fraction des précipités comme le montre le tableau 4.11 ci-dessous.

Tableau 4-11 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. $T_r = 400^\circ\text{C}$; $d_o = 780 \mu\text{m}$

T(MIN)	HV	XV(%)
90	124,233333	1,2
150	128,933333	3,6
300	133,733333	16,3
480	137,433333	25,9
720	140,933333	28,4

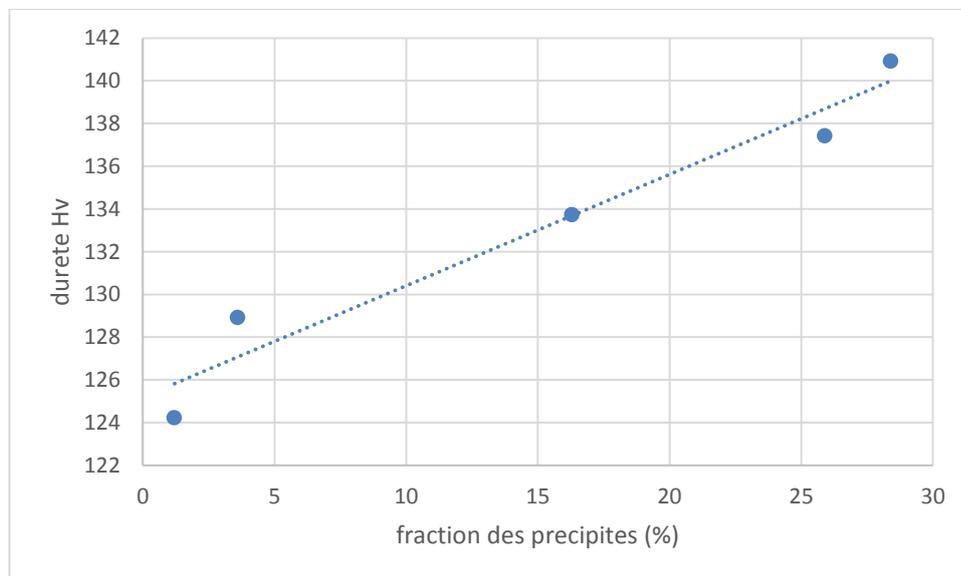


Figure 4.11 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités. $T_r = 400^\circ\text{C}$ et $d_o = 780 \mu\text{m}$

Pour une taille moyenne des grains égale à 530 μm , l'évolution de la dureté en fonction de la fraction des précipités est donnée dans le tableau 4.12 ci-dessous.

Tableau 4-12 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. $T_r = 400^\circ\text{C}$; $d_o = 530 \mu\text{m}$

t	Dureté (Hv)	Xv
50	125,333333	0,18
75	130,466667	2,56
150	134	11,83
240	137,7	27,2
360	141,3	30,4

Les résultats sont ensuite utilisés pour tracer la courbe d'évolution de la dureté comme le montre la figure 4.10 ci-dessous.

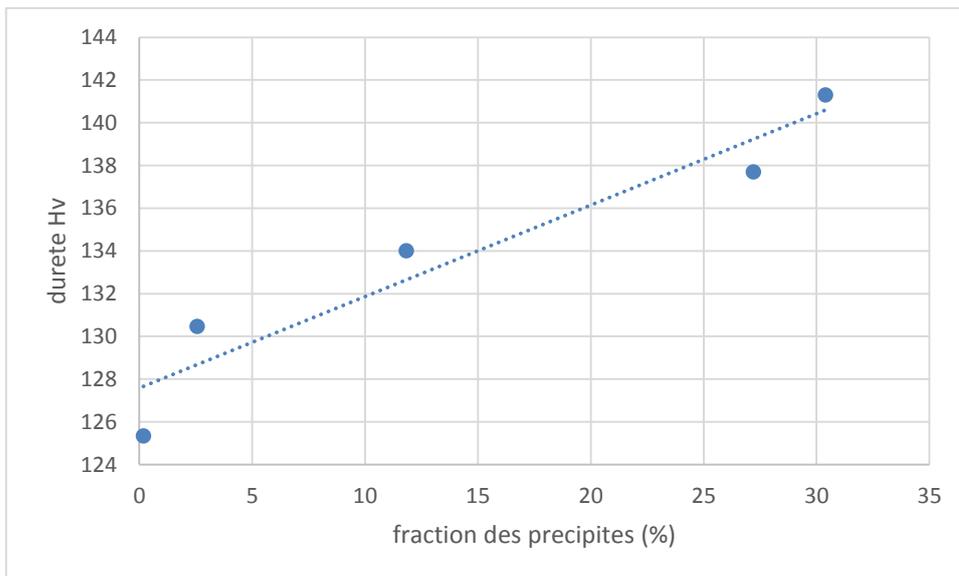


Figure 4.12 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités. $T_r=400\text{ }^\circ\text{C}$ et $d_0=530\text{ }\mu\text{m}$

Pour une taille moyenne des grains égale à $530\text{ }\mu\text{m}$ on obtient évolution de la dureté en fonction de la fraction des précipités comme le montre le tableau 4.13 ci-dessous.

Tableau 4-13 : dureté des échantillons après revenu en fonction de la fraction des précipités. $T_r = 400\text{ }^\circ\text{C}$; $d_0=180\text{ }\mu\text{m}$

T(min)	Hv	Xv(%)
0	130,3	0,3
25	130,7	3,2
40	133,133333	14,4
120	140,8	26,7
180	143,066667	28

Les résultats montrés dans le tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe d'évolution de la dureté comme le montre la figure 4.11 ci-dessous.

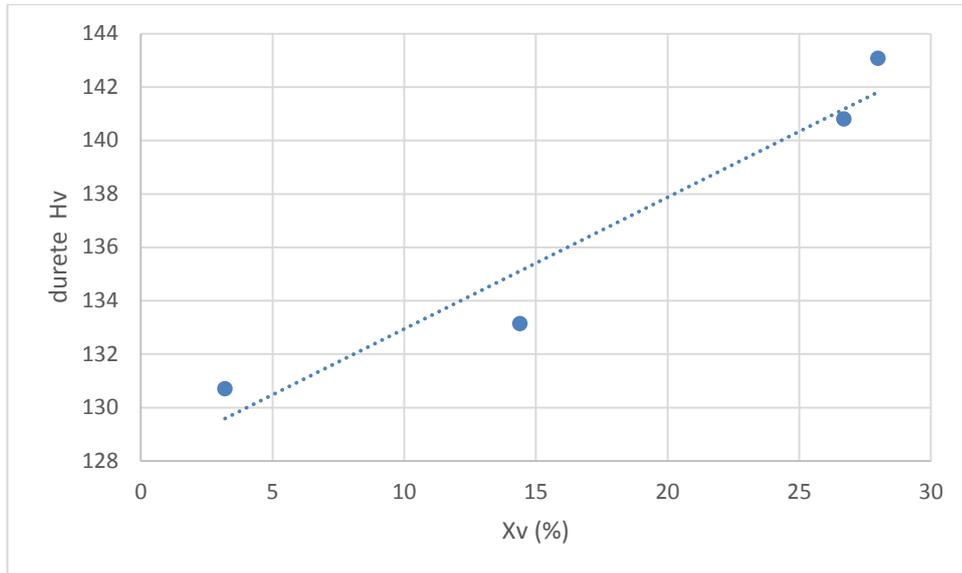


Figure 4.13 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités.
Tr=400 °C et $d_0=180 \mu\text{m}$

La superposition des trois graphes des figures précédentes nous permet d'apprécier l'influence de la taille des grains sur la cinétique de précipitation comme le montre la figure IV.14 ci-dessous.

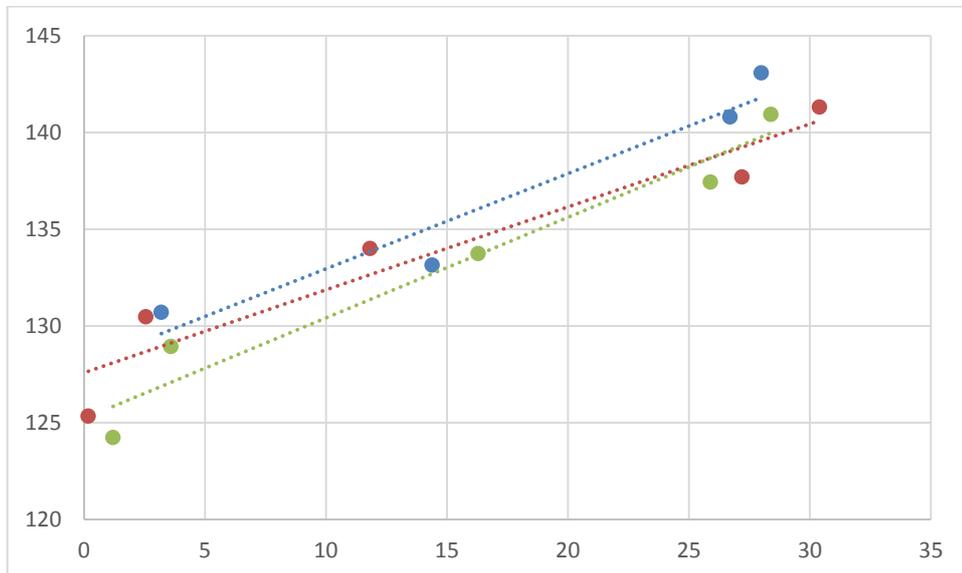


Figure 4.14 : Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la fraction des précipités à Tr=400 °C et $d_{01}=180 \mu\text{m}$; $d_{02}=530 \mu\text{m}$ et $d_{03}=780 \mu\text{m}$

4.13. Observations microscopique des différentes structures

Pour une taille moyenne des grains = 180 μm voilà l'évolution de la microstructure



Figure 4.15 : Microstructure de l'alliage après revenu à 400 °C pendant 25 min, G=500X

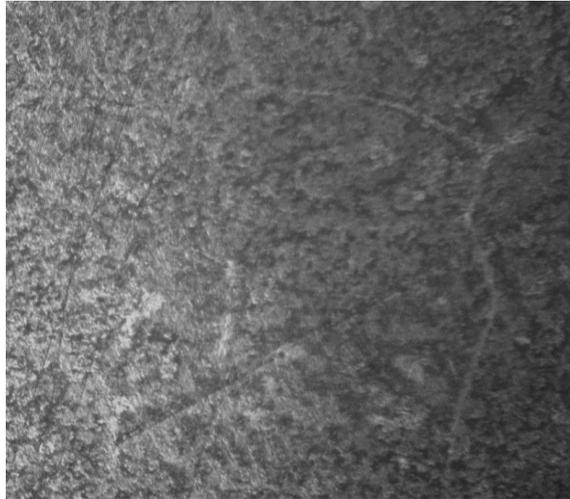


Figure 4.16 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 45 minutes. G=500X

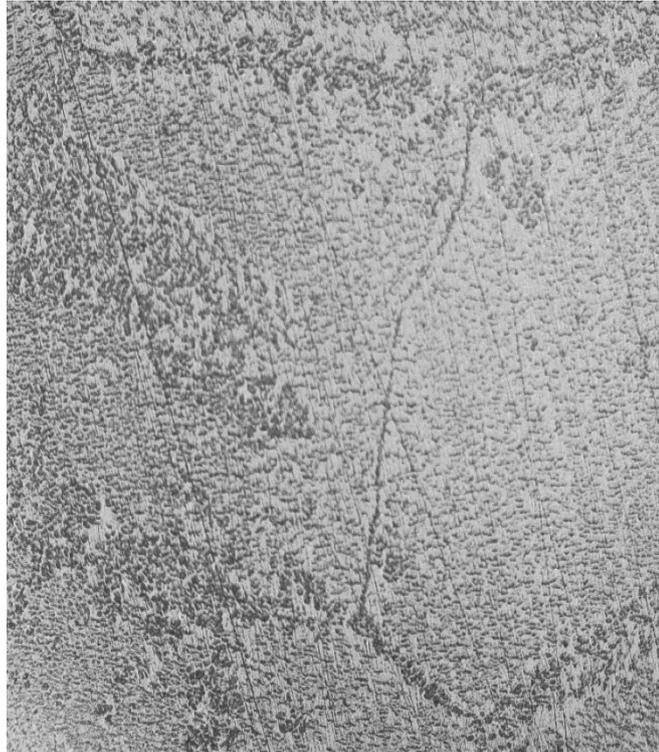


Figure 4.17 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 1h et 15 minutes.
G=X500

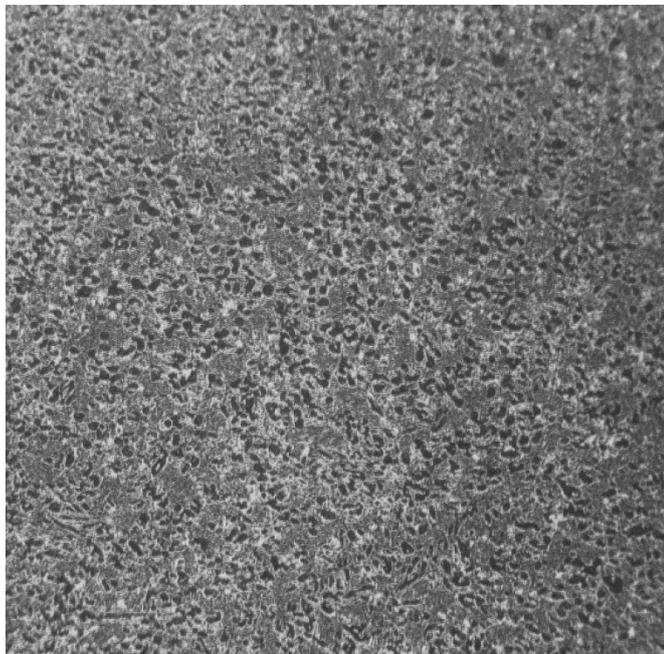


Figure 4.18 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures. G=500X

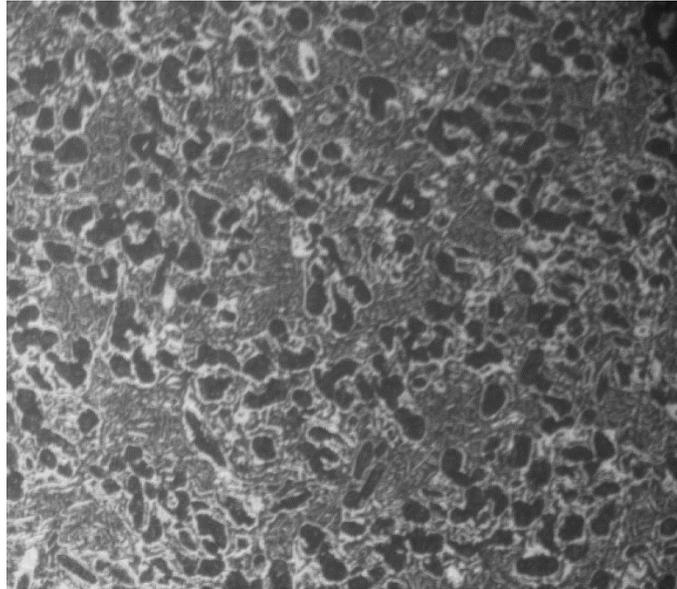


Figure 4.19 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 3 heures. G=500X

4.14. Interprétation des résultats obtenus par l'analyse d'image

Les figures représentent les résultats de traitement de revenu à 400°C après une trempe à 600°C pour les échantillons dont la taille moyenne des grains est 180 μm . On remarque après les traitements de revenus que le taux de la précipitation n'augmente qu'après un certain temps de maintien. On remarque aussi que le début de la germination commence au niveau des joints de grains, puis les germes croissent vers l'intérieur des grains jusqu'à la disparition totale des joint des grains et l'augmentation des taille des précipites par croissance

Pour une taille moyenne des grains égale à 530 μm voilà l'évolution de la microstructure



Figure 4.20: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 50 minutes. G=200

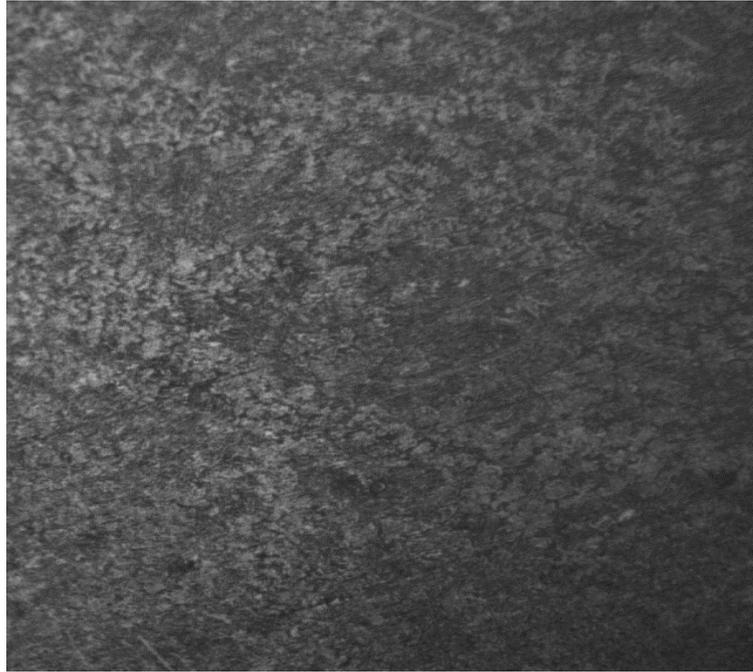


Figure 4.21 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 1 heure et 15 minutes.
G=X500

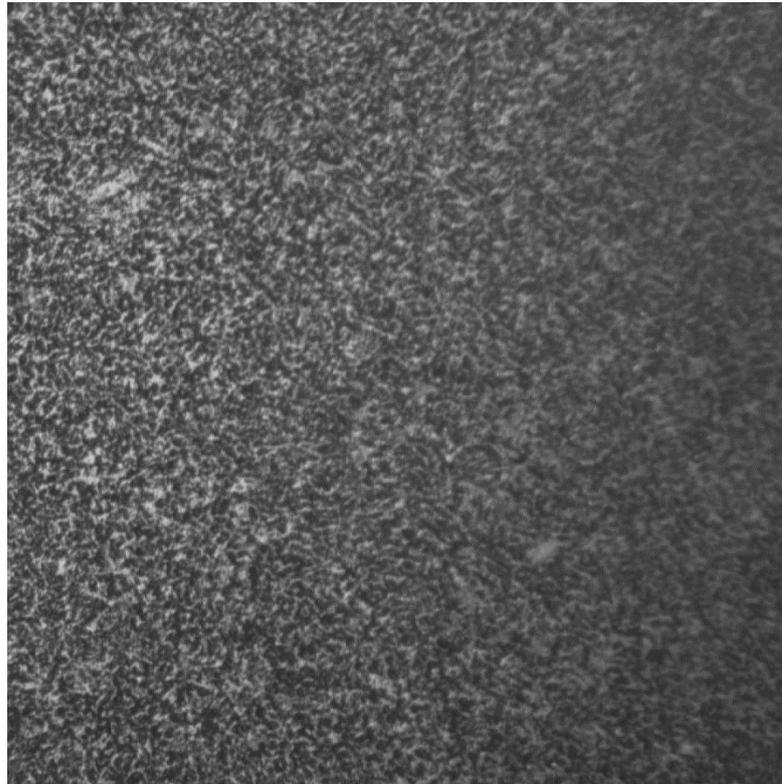


Figure 4.22 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures et 30 minutes.
G=500X

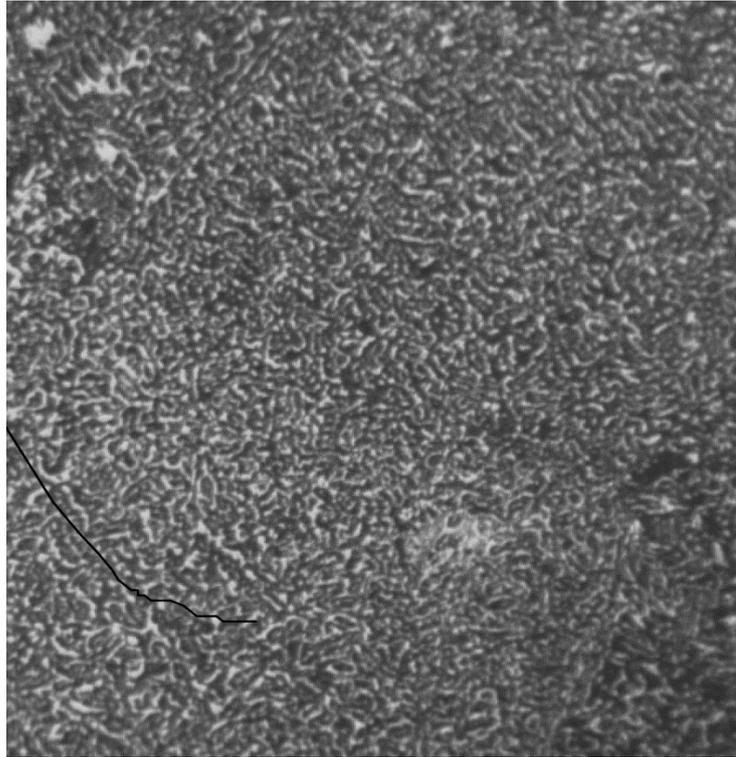


Figure 4.23 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 4 heures. G=200X

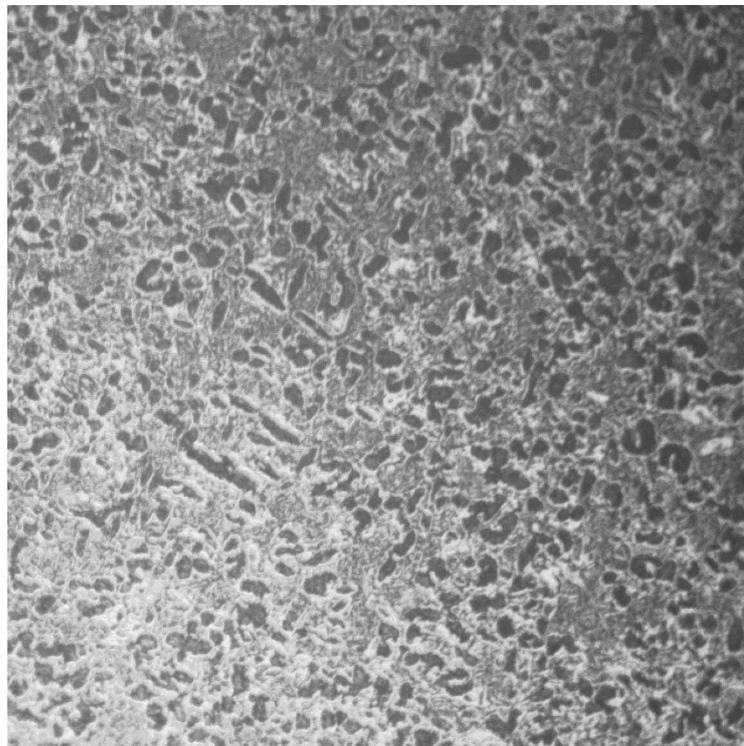


Figure 4.24: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 6 heures. G=500X 6 H

Pour les échantillons de Taille moyenne des grains égale à 780 μm , les micrographies correspondantes sont montrées ci-dessous.

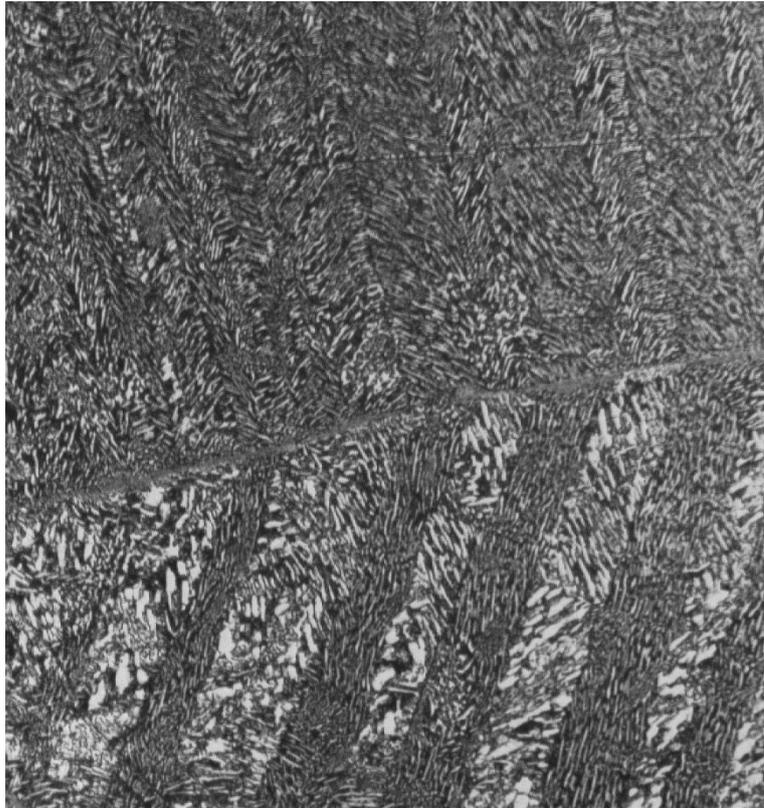


Figure 4.25 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 2 heures 30 minutes.
G=500X

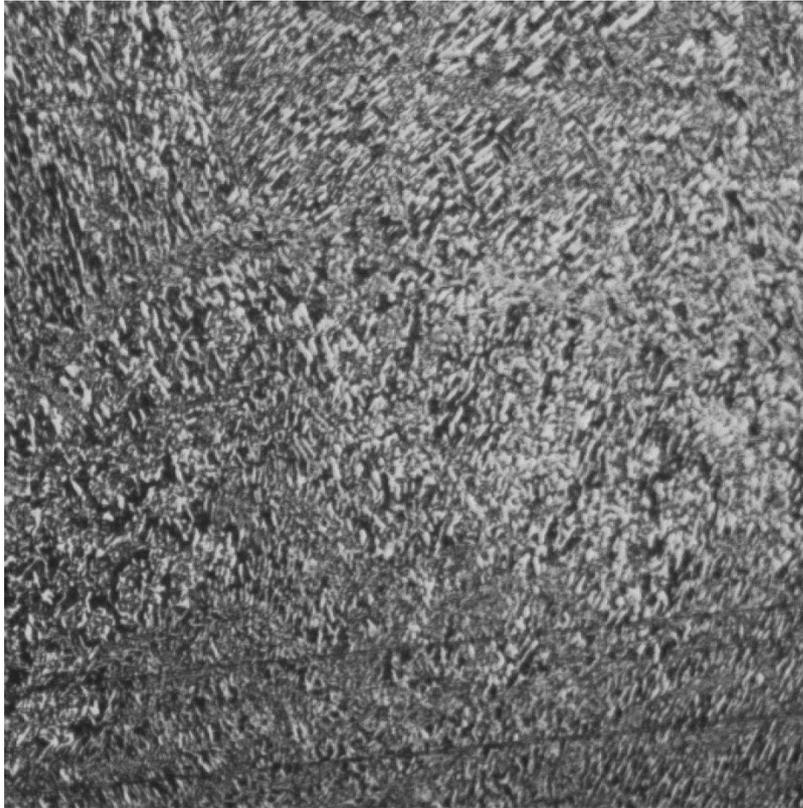


Figure 4.26: Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 5 heures. G=500X

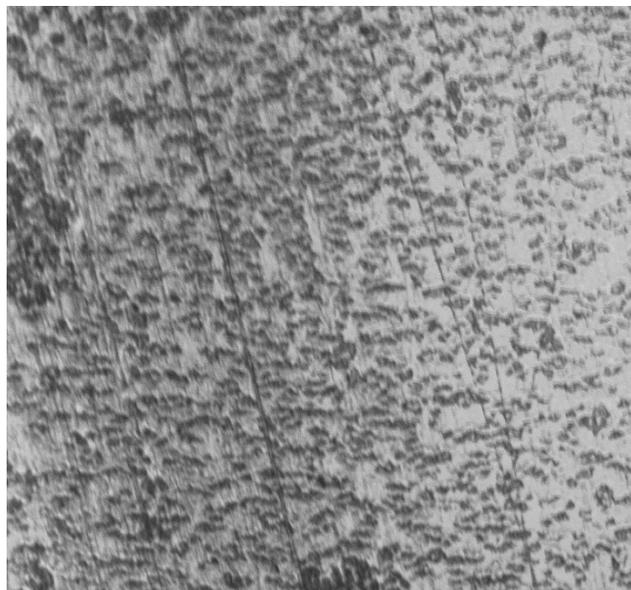


Figure 4.27 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 8 heures. G=500X

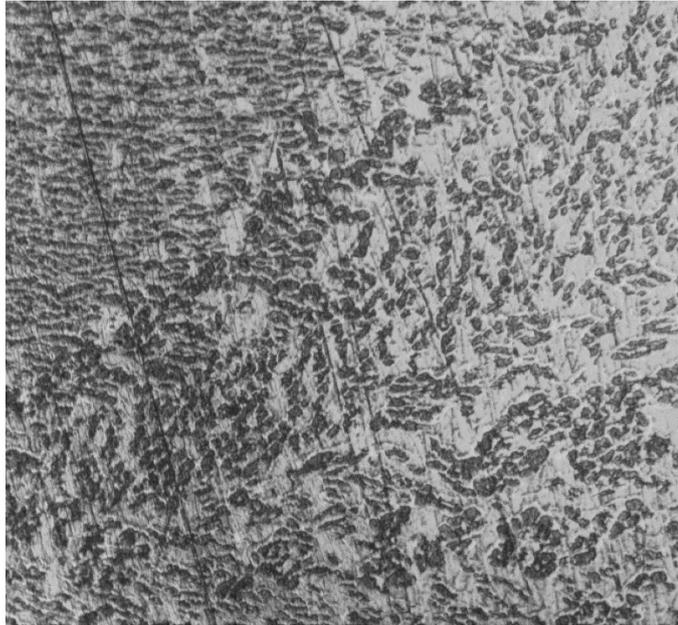


Figure 4.28 : Microstructure de l'alliage revenu à 400 °C pendant 12 heures. G=500X

Maintenant pour déterminer la cinétique de précipitation de cet alliage, on trace le graphe qui nous permet d'obtenir le temps pour une fraction (x) de précipitation. Ici on choisit une fraction de précipité égale à 20 %. Soit $x=0,2$ (20%). Les résultats sont donnés dans le tableau 4.14 ci-dessous

Tableau 4-14 : temps de maintien pour obtenir 20% de précipite en fonction de la taille des grains

taille des grains(um)	temps de maintien pour obtenir 20% de précipite (min)
180	80
530	192
780	378

Les résultats de ce tableau sont alors utilisés pour tracer la courbe d'évolution comme le montre la figure 4.29 ci-dessous.

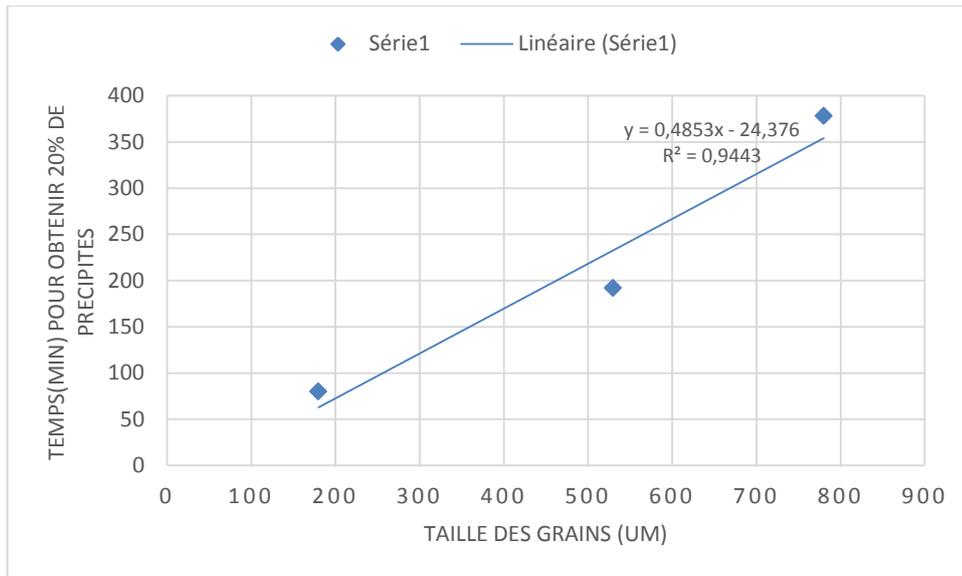


Figure 4.29: Evolution temps de revenu pour obtenir 20% de précipité en fonction de la taille des grains

Dans le tableau et le graphe montrés ci-dessus on montre que pour obtenir 20% de précipité il nécessite moins de temps de maintien si la taille des grains est petite et inversement si la taille du grain initial est plus grande. C'est ainsi que pour une taille de grain initiale égale à 180 μm , cela nécessite 80 min pour obtenir une fraction 20% de précipité. Pour une taille de grains plus grande il faut augmente le temps de maintien. C'est-à-dire que le temps pour obtenir une fraction (x) de précipité est proportionnel à la taille des grains initiaux.

Conclusion Générale

L'ensemble des résultats obtenus dans ce travail sur le déroulement de la recristallisation de l'alliage Ag-Cu-Zn-Sn ainsi que sur les facteurs qui peuvent influencer la cinétique de précipitation, nous permet de dire que :

1. La déformation par laminage à froid conduit à des changements structuraux importants qui influent sur les propriétés mécanique et physique par augmentation de la dureté et de la fraction de précipités.
2. La formation des précipités débute aux joints des grains à cause de la valeur élevée de l'énergie de surface.
3. La recristallisation est une fonction de la température et du taux de déformation. Elle est lente si la température du recuit est basse et vice-versa. La taille des grains obtenus après recristallisation est d'autant plus fine que le taux de déformation est grand et la température de recristallisation est basse.
4. La cinétique de précipitation est d'autant plus rapide que la taille des grains initiaux, est petites.

Propositions pour travaux ultérieurs

Nous proposons en complément de ce travail de :

1. Analyser l'influence du taux de déformations sur la cinétique de précipitation.
2. Combiner les résultats des deux études (celles de 2015 et 2016) pour dégager une loi physique exprimant la cinétique de précipitation de cet alliage comme fonction des variables expérimentales.
3. Vérifier avec AGENOR si les propositions faites dans les différents travaux de PFE ont apporté une solution au problème de rupture des baguettes de brasure fabriquées par cette entreprise.

Références bibliographiques

- [1] **J. Barralis, G. Mader.** Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.
- [2] **Michel Colombie et coll** , «matériaux métalliques», 2e édition, 2008
- [3] **Michel Dupeux** .« aide mémoire sciences des matériaux », édition Dunod, 2005
- [4] **Guy. DAVID.** Les aciers inoxydables. Techniques et documentations Lavoisier, Les éditions de physique, 1990.
- [5] **Quentin AUZOUX**, thèse doctoral, «Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire », l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris Spécialité “Sciences et Génie des Matériaux”, 2004
- [6] **P-J.CUNAT**, Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M 4540, 2003
- [7] **LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G**, Les aciers inoxydables, Les éditions de Physique, 1990
- [8] Technique de l'ingénieur : M4451 Les aciers inoxydables : résistance à la corrosion
- [9] **Alain Col**, «L'emboutissage des aciers »,édition Dunod, 2010
- [10] **William D. Callister, Jr.**«Matériaux Science and Engineering», 2007.
- [11] *Université pierre et Marie Curie*, «Licence de Mécanique et de Technologie Année
- [12].**M.D.HADID**, « Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électriques lors d'un revenu après tréfilage d'un alliage d'aluminium », Mémoire de Magister, Année 2012, ENP.
- [13]. **Guy SIMONNET.** « Tréfilage de l'acier ». *Technique de l'ingénieur*, réf M645,10 avril 1996.
- [14].**G.Béranger,G.Henry,G.Labbeet.P.Soulinac**«Les aciers spéciaux». Lavoisier,Paris.1997.
- [15]. **SCHEY, J. A.** *Tribology in metalworking: Friction, lubrication and wear.* Ed American society for metals, 1983, pp. 736.
- [16]. **DUBAR, L., DUBOIS, A. and DUBAR, M.** *Friction and wear phenomena in cold metal forming: an integrated approach. Proceedings of ICTMP, 2004.*
- [17]. **Jean-Charles DELOMEL.** « Résistivité des métaux et alliages ». *Technique del'ingénieur*, réf K 710v2, 10 avril 1996.
- [18] **Said Bensaada** « phénomènes de recristallisation de précipitation et de dissolution discontinue dans les alliages Ni-1.4 at.% In », thèse de doctorat, université El_Hadj lakhdar, BATNA
- [19] **Ansari Road**, Daryaganj material science ,2004 india NEW AGE INTERNATIONAL (P) LIMITED, PUBLISHERS4835/24, , New Delhi – 110002.
- [20] George E. Totten «steel heat treatment metallurgy and technologies», 2007
- [21] **I.MERDAS.**''Caractérisation structural et mécanique d'un fil d'acier après tréfilage''
'mémoire de fin d'étude. ENP Alger. (2009).
- [22] **H. Hu**, Proceedings of The Seventh Risø International Symposium, Edited by N.

Hansen, D. Jule Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986)