

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

16/88

وزارة التعليم و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

25X

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT METALLURGIE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ELABORATION DE MONOCRISTAUX D'ALUMINIUM

PAR RECRISTALLISATION APRES

DEFORMATION CRITIQUE

Proposé par :
DJIDJELI

Etudié par :
S. ABDI
T. BENAMEUR

Dirigé par :
DJIDJELI

PROMOTION : JUIN 88

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ELABORATION DE MONOCRISTAUX D'ALUMINIUM

PAR RECRISTALLISATION APRES

DEFORMATION CRITIQUE

Proposé par :

DJIDJELI

Etudié par :

S. ABDI

T. BENAMEUR

Dirigé par :

DJIDJELI

PROMOTION : JUIN 88

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

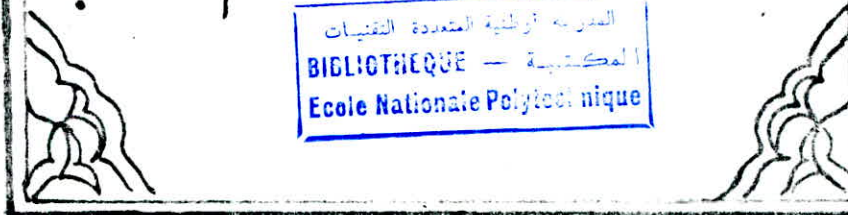


وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ

تَشْتَبِهُ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ

صَدَقَ اللَّهُ الْعَظِيمُ

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique



Dédicace

Je dédie ce modeste travail....

A mon père

A ma mère

A mes frères et soeurs

A mon cher Adèl

A ma famille et à tous les amis

S. ABDI

Je dédie ce modeste travail...

A mes chers parents

A mes frères et soeurs

A mes amis

A toute la famille.

T. BENAMEL.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHÈQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Remerciements

Nous exprimons nos vives gratitude....

A Monsieur DJIDJELI de sa précieuse aide dans l'accomplissement de ce modeste travail.

Nous tenons aussi à remercier :

M. ABDEL, chef de département.

M. OMER KHODJA du Lycée Beaulieu.

M. HOUATI MOHAMED ...

qui nous ont aidé de leurs conseils.

Ainsi que Monsieur le Président et les membres du jury.

Et enfin à tous ceux qui ont contribué à notre formation et à la réalisation de ce modeste travail.

Sommaire

INTRODUCTION	3
CHAPITRE I	
ÉCOULEMENT plastique et écrouissage	7
1. Écoulement plastique	8
2. Influence des joints de grains	9
3. Influence de la déformation par traction	
sur les cristallites	
4. Écrouissage et frottement intérieur	11
5. Effet pratique de l'écrouissage	12
CHAPITRE II	
Stades de recuit	14
1. Introduction	15
2. Restauration et annihilation de défauts	15
3. Polygonisation	18
4. Recristallisation primaire	19
5. Recristallisation secondaire	23
CHAPITRE III	
Textures de déformation et recristallisation	25
1. Origine de la texture	26
2. Texture de déformation	27
3. Orientations Préférentielles	27
4. Influence des caractéristiques	28
de la déformation sur la texture	

5. Texture de recristallisation	29
6. Theories des textures de croissance	30
CHAPITRE IV	
Phenomene de recristallisation dans la zone de deformation critique	32
1. Recristallisation dans la zone de deformation critique	33
2. Mecanisme de recristallisation après deformation critique	34
3. Croissance d'un cristal unique après deformation critique	35
4. Migration des joints intergranulaires	36
5. Parametres intervenant dans la migration	37
6. Force motrice de migration	39
7. Influence des impuretes sur la migration	42
CHAPITRE V	
matériau étudié et methodes experimentales	45
1. Caractéristiques physicochimiques de l'aluminium	46
2. Analyse chimique du matériau	47
3. Préparation des éprouvettes	48
4. Préparation de l'état énergétique des échantillons.....	49
5. Essai de traction et ecrouissage	52
6. Essai de microdurete	53
7. Preparation de monocristaux	54
8. Conditions optimales d'obtention de monocristaux	55
9. Essai de corrosion	57
CHAPITRE VI	
Resultats et interpretations	58

1. Caractéristiques de recristallisation sur	60
les éprouvettes trapézoïdales	
2. Cinétique de recristallisation après déformation	65
critique	
3. Etudes de comportements des grains en fonction	79
du temps	
4. Cycles thermiques utilisés	86
5. Essais de corrosion	90
6. Conclusion	100

Annexe

Nomenclature

- ρ : densité de dislocations
- $G, (\mu)$: module de cisaillement
- \mathbf{b} : vecteur de burgers
- θ : angle de désorientation
- r_c : rayon critique
- σ : tension superficielle
- F : force de migration
- L : longueur active (calibrée) de l'éprouvette trapézoïdale
- a : largeur de la section minimale de l'éprouvette trapézoïdale
- b : " " " " " maximale " " " " " " " " " " "
- D_i : constante de diffusion des impuretés
- Q_a : énergie d'activation
- C_{3s} : concentration des impuretés en solution solide
- U : énergie d'interaction entre les impuretés et le joint
- ΔG_v : énergie volumique
- ν : Coefficient de POISSON
- K : Facteur dépendant de plusieurs paramètres expérimentaux

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المطاطية
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Selon leur composition chimique et les cycles thermiques qu'ils ont subis les métaux sont malleables, durs ou mous, facile à fondre ou capable de résister à haute température et à la corrosion, mais pour de meilleures maîtrises des conditions optimales permettant l'obtention de produits de hautes qualités. Ces dernières années les métallurgistes ont constaté que les endroits où les plans d'atomes ne s'empilent pas parfaitement, jouent un rôle essentiel et déterminent les propriétés comme la ductilité, la fragilité et le comportement à des températures élevées et à partir de cette constatation étayée par la théorie ont conçu une nouvelle génération d'alliages métalliques en modifiant la répartition des défauts et des hétérogénéités de réseaux cristallins métalliques.

Autrefois, les métallurgistes déterminaient essentiellement par essais successifs, les ingrédients et les traitements produisant les meilleurs alliages. Au contraire, on crée actuellement des métaux de pointe en utilisant des techniques fondées sur une connaissance approfondie des microstructures et de la micromécanique pour répondre aux besoins de l'industrie moderne, tels que les filtres optiques les photoconducteurs dans l'industrie électronique, les aubes du turbo-réacteur dans l'aérodynamique.

Ainsi, l'élaboration des monocristaux de différents types

d'alliages par des techniques de transformation se subdivisent en deux catégories:

- Les méthodes de formation d'un cristal par solidification du liquide, appelées solidification dirigée, qui sont d'un emploi général et peuvent être appliquées aux métaux réfractaires qui consistent à avoir qu'un seul germe au contact du liquide au cours de toute sa cristallisation, parmi ces méthodes on distingue:

La méthode de CZOCHRALSKI, de BRIDJMAN, de BEAUJARD et la méthode de LACOMBE, qui utilisent des modèles de refroidissement différents.

- Les méthodes de génération de gros cristaux par recristallisation dans l'état solide qui s'appliquent aux métaux fusibles du type plomb, zinc, aluminium, étain.

Ces méthodes se subdivisent en deux types: méthode dynamique et méthode statique, qui utilisent respectivement un four à gradient de température, un four normal.

Notre étude s'intéresse au phénomène de recristallisation dans la zone de déformation critique comme processus caractérisé par des paramètres expérimentaux divers permettant de meilleures exploitations des résultats conduisant à la mise au point d'un cycle thermique à double intérêt; d'une part formation de monocristaux, d'autre part une étude expérimentale du mécanisme de migration des joints de grains, l'influence des impuretés sur cette migration et la croissa-

née orientée, l'utilisation du calcul numérique et programmes informatiques est nécessaire pour une bonne sélection des paramètres et une maîtrise du phénomène.

Nous avons utilisé l'aluminium de pureté 99,5% car il est fusible on peut lui appliquer la méthode de génération statique et le plus disponible au niveau du département.

Cependant, les propriétés mécaniques que présentent les monocristaux d'Aluminium ne sont pas intéressantes comme on l'obtient pour certains métaux, une augmentation de la résistance au fluage, de la résistance à la fatigue oligocyclique.

Nous avons jugé utile de réserver le premier chapitre à l'étude de l'écoulement plastique et son influence sur la germination, la vitesse de croissance des germes, les chapitres II, III, IV consacrés à la base théorique de notre étude, autrement dit, l'étude de la recristallisation dans les zones de déformation critique et les chapitres V, VI constituent l'étude expérimentale et quantitative et l'interprétation des phénomènes observés de cet mémoire.

PREMIERE

PARTIE

<< On fait de la science avec des faits,
comme on fait une maison avec des pi-
erres; mais une accumulation de faits
n'est pas plus une science qu'un tas
de pierres n'est une maison. >>

POINCARÉ

CHAPITRE 1

ECOULEMENT PLASTIQUE ET ECROUISSEGE

1.1-ECOULEMENT PLASTIQUE

La deformation plastique d'un cristal est due au mouvement de lamelles cristallines, le déplacement se produit le long d'un plan cristallographique, selon des directions de glissement.

Un grand nombre de recherches lui ont été consacrées dans les métaux c.f.c le plan de glissement est le plan du réseau dans lequel les atomes ont la plus grande densité de repartition.

Dans de nombreux cas, il est probable que le plan de glissement change lorsque la deformation se fait à une température anormalement élevée ou basse. Ces phénomènes ont été observés pour les métaux résumés dans le tableau ci dessous :

structure	métal	basse temperature		temperature élevée	
		plans	directions	plans	directions
c.f.c	Al	(111)	101	(100)	101
c.f.c	Cu	(111)	101	(100)	101
	Mo	(112)	111	(110)	111
c.c	W	(112)	111	(110)	111
	K	(123)	111	(123)	111

ANDRADE a lié la nature du plan de glissement au rapp-

ort entre la température de l'essai et la température de fusion.

Il est évident que la nature du plan de glissement est influencée par la température et la composition chimique.

1.1.1-LIGNES DE GLISSEMENT

La présence de ces lignes est due aux intersections des plans de glissement avec la surface du cristal, si la direction du glissement est parallèle à la surface, les lignes sont presque invisibles.

Si le glissement fait intervenir un seul système, les lignes peuvent être droites.

LACOMBE et BEAUJARD ont mis en évidence une ondulation accrue des lignes de glissement de l'Aluminium porté à 450 °C probablement due à l'action simultanée de plans (100) et (111), CAHN a mis en évidence des glissements croisés des plans (110) et (212) et (111), même à la température ambiante dans des tôles d'Aluminium.

1.2-INFLUENCE DES JOINTS DE GRAINS SUR L'ECOULEMENT PLASTIQUE

D'après ASTON en soumettant des éprouvettes d'Aluminium à gros grains, à des essais de traction, on peut mettre l'importance de la déformation à des distances variées d'un joint de grains.

On constate que la déformation est moins importante au

voisinage des joints qu'au centre des grains. En générale on tend vers une égalisation des déformations des deux côtés d'un joint, de sorte que la déformation soit au centre, si le grain voisin possède une limite élastique plus faible.

CHALMERE a conduit une intéressante expérience dans laquelle un longitudinal joint sépare deux cristaux. Les résultats obtenus ont montré que la cission critique dépendait de la différence d'orientation des deux cristaux elle est minimum lorsque l'orientation des deux réseaux est identique et maximum lorsque la désorientation est élevée, ce qui montre que lorsque les plans de glissement de deux cristaux adjacents ne sont pas parallèles. Il est difficile que le mouvement à l'intérieur d'un grain se propage au grain adjacent en traversant le joint.

1.2.1-INFLUENCE DE LA TAILLE SUR L'ÉCOULEMENT PLASTIQUE

Les métaux polycristallins opposent en générale plus de résistance à la déformation que les gros cristaux, ce fait a été particulièrement vérifié dans le cas de l'Aluminium à 0,5 % d'impuretés comme le montre la fig (2).

1.3-INFLUENCE DE LA DEFORMATION PAR TRACTION SUR LES CRISTALLITES

Lorsque une éprouvette de métal est soumise à un effort de traction, elle se divise en petits blocs parallèles aux plans de glissements et généralement obliques par rapport à la direction de l'effort. Les blocs sont soumis à un couple de rotations qui croît au fur et à mesure que l'effort croît, ceux qui sont situés à l'extrémité de l'éprouvette ne sont pas libres, alors que ceux qui se trouvent dans la région centrale peuvent pivoter plus librement, il en résulte une désorientation progressive des blocs de glissement depuis les extrémités jusqu'en son centre.

Deux grains voisins ont des orientations d'autant plus différentes que l'effort est plus grand. Lorsque tout glissement est bloqué, les tensions internes s'accumulent aux limites des cristallites et l'élasticité intrinsèque du bloc cristallin primitivement masquée par la plasticité réapparaît, le cristal qui était plastique au début de la déformation devient de plus en plus élastique.

1.4-ECROUISSAGE ET FROTTEMENT INTERIEUR

L'irréversibilité de la déformation d'un métal par traction se traduit par l'existence d'une surface qui mesure le travail mécanique que la machine d'essai a fourni et qui ne lui a pas été restituée bien que le métal soit revenu au repos.

Cette énergie fournie par la machine au métal est pour partie emmagasinée par le métal, l'autre transformée en chaleur par frottements.

L'énergie emmagasinée par le métal, crée à l'intérieur de celui-ci des tensions internes, qui vont s'accumuler pour une faible part entre les blocs de glissement et pour une grande part aux contours de grains où les déformations des différents cristaux viennent s'interférer.

L'énergie de frottements peut être mesurée par calorimétrie et l'énergie emmagasinée par le métal est donnée par la relation suivante:

$$E_c = E_t - E_f$$

et l'énergie totale n'est autre que :

$$E_t = \int_0^1 F \, dl$$

1.5-EFFET PRATIQUE DE L'ECROUISSAGE

La déformation plastique produit généralement une orientation d'ensemble provoquant de changements intrinsèques concernant la microstructure et la répartition des contraintes, les modifications structurales sont de deux sortes; purement cristallines et physico-chimiques, dans la première catégorie se rangent les phénomènes de glissement, pliage, de distorsion dans les cristaux.

Le cas de l'Aluminium (c.f.c), on a surtout les phénomènes de glissement selon les directions $\langle 101 \rangle$ dans les plans denses (111) qui se produisent lorsque la tension tangentielle au plan (111) atteint une valeur critique.

Ainsi l'écrouissage confère au métal une anisotropie plus ou moins marquée selon le degré de déformation et suivant que la direction de celui-ci est plus ou moins maintenue constante et uniforme.

L'anisotropie dépend aussi dans une large mesure d'autres facteurs qu'il est souvent difficile de les prévoir ou de les maintenir sous contrôle, diverses variables d'ordre thermique, physique, physico-chimique interviennent dans l'organisation cristalline.

CHAPITRE 2

S'TAIDES' DE RECUIT

1-INTRODUCTION

L'état de déformation à froid d'un métal est instable à toute température, du à une augmentation de l'énergie libre du métal provenant d'une concentration élevée de défauts, introduite par la déformation plastique. Cependant, il est nécessaire que l'activation thermique soit suffisante pour dépasser la barrière d'énergie potentielle.

Le retour à un état plus stable est accompagné d'un certain nombre de processus: réduction des défauts ponctuels, des dislocations, migration des joints de grains.

Le processus de recristallisation peut être contrôlé par le phénomène de germination et croissance cristalline et dépend ainsi du rapport entre le nombre de germes et la vitesse de recristallisation. Mais la recristallisation n'est pas finie au stade de la disparition de la structure déformée. Un chauffage à température élevée permet l'avancement du changement structural jusqu'au seul cristal.

Mais en réalité, le mécanisme d'obtention d'un monocristal par recristallisation n'est possible que si certaines conditions optimales de croissance d'un seul métal soient respectées.

2-PROCESSUS DE RECRISTALLISATION

2.1-RESTAURATION

Se déclenche par l'annihilation des défauts ponctuels et

un rearrangement des dislocations dans des configurations de moindre energie, (la mise en paroi des dislocations en sous joint de grain).

Pour certains métaux on peut mettre en evidence ce phénomène de restauration par la restauration des propriétés mecaniques ou par la mesure de la resistivité électrique.

2.1.1-RESTAURATION DES PROPRIETES MECANIKES

Les propriétés sont peu sensibles aux defauts ponctuels, pour les métaux à faible energie de defauts et la restauration des propriétés ne se produit qu'à des températures élevées, mais ceux à forte energie de defauts on constate une restauration notable qui se produit avant la recristallisation (cas d'Aluminium).

2.1.2-RESTAURATION DE LA STRUCTURE

La variation de la structure au cours de la restauration n'est observée que dans un certain nombre de métaux où se produit une restauration des propriétés mecaniques avant la recristallisation c'est à dire dans les métaux à forte energie de defaut d'empilement.

2.2-MECANISME DE RESTAURATION

Le mecanisme de restauration diffère selon que la déformation s'est produite par le jeu d'un seul système ou plusieurs systèmes de glissement.

2.2.1-CAS D'UN SEUL SYSTEME DE GLISSEMENT

Pour qu'un seul systeme de glissement soit actif et une simplification efficace des facteurs pouvant compliqués l'etude: on realise une experience par flexion d'un monocristal bien orienté.

Aprés deformation; un tel cristal renferme un excés de dislocations. Au cours du recuit trois processus vont se dérouler:

- Elimination des dislocations par annihilation mutuelle de dislocations de signe contraire. Leur repartition est homogène et leur densité ρ correspond à la courbure $1/R$ de l'échantillon suivant la relation:

$$\rho = 1/R.b$$

- Dans un second stade, à plus haute temperature, les dislocations coin de même signe se rearrangent en parois normales à leur vecteur de Burgers, donc aux plans de glissement, ce processus s'effectue par glissement et montée. Le cristal est alors formé de petits blocs légèrement desorientés, les uns par rapport aux autres c'est la POLYGONISATION.
- Dans un troisième stade, la dimension des sous blocs peut augmenter par coalescence de deux ou plusieurs parois, c'est un mecanisme de restauration par polygonisation .

2.2.2-CAS DE PLUSIEURS SYSTEMES DE GLISSEMENT

La restauration se poursuit par croissance des sous grains formés, due à une repartition des dislocations plus compliquées et à une fragmentation des grains.

2.3-POLYGONISATION

C'est une fragmentation des grains à cause d'un allignement des dislocations à l'intérieur des cristallites: elle est favorisée par la présence:

- De forte énergie de défauts dans les métaux.
- De faible déformation.
- Des impuretés qui peuvent gêner la montée des dislocations ce qui engendre une élévation de la température de polygonisation.

voir figure (1).

2.3.1-NATURE DES SOUS JOINTS DE GRAINS

Correspond à une faible désorientation de l'ordre de quelques degrés, ce joint est constitué par une famille de dislocation coins parallèles à l'axe de rotation de même vecteur de Burgers; l'angle de désorientation est θ (°) dont l'énergie de joint interfaciale obéit à la formule suivante:

(°) voir annexe.

$$E = b/d \cdot \frac{Gb}{4\pi(1-\nu)} (\ln b/r_0 - \ln \theta)$$

Ces joints apparaissent au cours de la redistribution des défauts linéaires dans des configurations de moindre énergie.

2.4-RECRISTALLISATION PRIMAIRE

La recristallisation primaire est le processus de formation et développement de nouveaux grains au dépend d'une matrice écrouie, dans les régions les plus perturbées où se concentre l'énergie de dislocations.

Le potentiel dont dérive la recristallisation primaire n'est autre que la variation d'énergie volumique emmagasinée au cours de la déformation plastique, qui crée un état de tension hétérogène, comprenant des germes potentiels qui seront absorbés par la croissance des germes.

L'énergie des dislocations introduite par la déformation est approximativement proportionnelle à $G \cdot b^2$, alors la relation est :

$$\Delta G = K_g \Delta \sigma \cdot G \cdot b^2$$

une estimation de la variation de l'énergie volumique et comme le rayon critique est donné par:

$$R_c = \frac{2\sigma}{\Delta G}$$

la recristallisation ne s'amorce que lorsque la taille des germes dépasse R_c .

2.4.1-CARACTERISTIQUES

- 1- La recristallisation ne se produit qu'après déformation critique.
- 2- Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée.
- 3- Plus la température de recristallisation est basse plus le temps de recuit est long.
- 4- Plus la dimension des grains initiaux est grande plus la déformation requise pour produire la recristallisation dans des conditions de température et de temps données est élevée.
- 5- Les nouveaux grains ne croissent pas au dépend de grains déformés d'orientation voisine.

2.5-MECANISME DE LA RECRISTALLISATION

On décompose la recristallisation en deux stades: germination et croissance, comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps.

2.5.1-GERMINATION

Des études plus récentes montrent que les germes de re-

crystallisation apparaissent préférentiellement dans les régions de forte déformation, telles que les croisements de bandes de glissement ou de bandes de déformation, notons qu'une d'écrouissage ne saurait par elle-même constituer un germe car celui-ci doit — pour ne pas disparaître — être limité par des parois bien définies et suffisamment mobiles, ce qui exige une désorientation assez forte entre germe et matrice écrouie. De plus sa taille doit être telle qu'au cours de sa croissance le gain d'énergie de distorsion élastique soit supérieur à la valeur d'énergie interfaciale; c'est d'ailleurs cette condition qui définit la taille critique du germe au-delà de laquelle la croissance est énergiquement possible.

2.5.2-CROISSANCE DES CELLULES

D'une part les parois des cellules s'affinent et se déplacent en balayant des dislocations, leur désorientation croît donc continuellement, il arrive un moment où par suite des courbures d'ensemble dans la région considérée, la cellule en croissance se trouve fortement désorientée par rapport à son voisinage.

D'autre part les limites entre certaines se désagrègent par annihilation partielle et réarrangement des dislocations de quelques parois, d'où formation d'une cellule plus grosse et plus désorientée, par rapport à ses

voisines. Par répétition ce processus pourrait conduire à des cellules qui atteindraient la dimension critique pour constituer des germes.

2.5.3-CROISSANCE

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

La vitesse de migration des parois dépend :

- De la désorientation du grain recristallisé par rapport à la matrice.
- De la pureté du métal.

2.6-RECRISTALLISATION SECONDAIRE ET CROISSANCE DES GRAINS

Les grains qui se développent croissent au dépend d'un entourage qui est apparemment dans le même état de perfection.

2.6.1-CROISSANCE DES GRAINS

Cette croissance se produit spontanément, lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cependant le métal n'est pas dans son état le plus stable, possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains. Pour comprendre le processus de grossissement des g-

rains.

L'équilibre statique est réalisé pour des cristaux de forme hexagonale telqu'aux points triples des joints, les trois forces interfaciales sont en équilibre.

Après recristallisation primaire le métal est constitué de grain de taille et de forme diverses. Aux points triples les joints ont tendance à former la configuration stable ce qui provoque une courbure de ces joints mais ceci accroît leur longueur; l'énergie interfaciale ne peut être réduite par diminution de longueur de joints que par le mouvement des points triples.

On note que le mouvement des joints a lieu dans la direction de leur centre de courbure.

2.6.2-RECRISTALLISATION SECONDAIRE

Un métal écroui, recuit à une température supérieure à sa température de recristallisation primaire, on observe parfois, au lieu d'une croissance régulière de grains de dimensions voisines, la croissance secondaire d'un petit nombre de grains qui envahissent la matrice; la recristallisation secondaire se produit donc si un petit nombre de grains ont pu atteindre cette taille critique, ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité de ceux-ci; telle que l'existence de textures (joints de faible desorientat-

ion peu mobile) ou des précipités fins, dispersés qui bloquent les joints.

La recristallisation secondaire ne se produit qu'au dessus d'une température critique bien définie, le grain est d'autant plus gros que la température de recuit est plus voisine de ce point critique.

CHAPITRE 3

TEXTURES DE DEFORMATION ET RECRISTALLISATION

3.1-ORIGINE DE LA TEXTURE

Il est difficile d'éviter la présence de toute TEXTURE après solidification ou écrouissage, tous les métaux passent par l'état liquide et en se solidifiant que leurs premières orientations préférentielles prennent naissance et qui seront à l'origine de toute influence sur les textures ultérieures.

Dans la littérature, on trouve que l'expérience a montré que dans tous les métaux de structure C.F.C on obtient une texture $\langle 001 \rangle$ autrement dit une texture de fibres $\langle 001 \rangle$ parallèles à l'écoulement de la chaleur (plan $\langle 001 \rangle$ parallèle à la paroi de la lingotière).

Egalement, le glissement imposé tend à amener les directions de glissement dans chaque grain dans la direction de la contrainte et à la suite des diverses rotations de grains consécutives au glissement, une texture peut se résulter. Ainsi dans le cas de nos échantillons (Aluminium à 0,5 % d'impuretés). La proportion des composants $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ des textures dépend de la texture initiale, du mode de déformation et d'autres paramètres expérimentaux.

Les textures observées aux figures (10A1) est une étude comparative entre deux échantillons ayant subi même cycle et mode de déformation, mais de texture initiale différente, sur la migration des joints de grains et l'aptitude du métal à la déformation.

3.2-TEXTURE DE DEFORMATION

La déformation des divers grains est accompagnée d'une rotation de leur réseau cristallin vers un certain nombre de positions stables, ces positions stables sont les orientations préférentielles de la texture de déformation. D'un matériau à un autre ces orientations dépendent de plusieurs facteurs:

- 1- Des conditions dans lesquelles est faite la déformation (vitesse, température, nature des systèmes de glissement, Maclage...etc).
- 2- Types de déformation (laminage, traction, tréfilage...)?
- 3- Position initiale des grains.

3.3-ORIENTATIONS PREFERENTIELLES

Dans le trièdre de directions principales, la déformation E peut être caractérisée par le tenseur \bar{E} .

$$\bar{E} = \begin{bmatrix} E_1 & 0 & 0 \\ 0 & E_2 & 0 \\ 0 & 0 & E_3 \end{bmatrix}$$

Aux déformations axymétriques et pour matériau isotrope, cas de nos échantillons:

$$E_2 = E_3 = -E_1 / 2$$

La matrice devient:

$$\bar{E} = E_1 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0,5 & 0 \\ 0 & 0 & -0,5 \end{bmatrix} (*)$$

Pour tous les matériaux polycristallins, il se développe

* Voir Annexe 3

une texture de fibres c'est à dire qu'au cours de la déformation plastique, les grains tournent de façon à ce qu'une ou plusieurs directions qui s'alignent parallèlement à l'axe de symétrie de déformation. Dans les métaux C.F.C, cas de nos échantillons. La texture est composée de ces fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$, la proportion relative de ces deux fibres est fonction entre autre de la nature du matériau et les conditions opératoires: vitesse de déformation et température.

(voir étude expérimentale pour plus de détail).

3.4-INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE LA DEFORMATION PLASTIQUE SUR LA TEXTURE

Pour une déformation de type donné faite dans des conditions de température et vitesse, la texture dépend de l'amplitude de la déformation et la texture initiale.

3.4.1-AMPLITUDE DE DEFORMATION

Plus la déformation est importante plus la dispersion autour des orientation stables est étroite, il existe cependant des exceptions en particulier lorsqu'à partir d'une certaine amplitude de déformation, on assiste à une modification de la nature du mécanisme de déformation (apparition de Maclage, formation de bandes de déformation qui est à l'origine d'un changement

dans la nature des orientations stables.

3.4.2-TEXTURE INITIALE

Pour une déformation d'amplitude donnée des différences de texture initiale se traduisent dans la texture de déformation de deux manières:

intensités relatives différentes des orientations stables entre elles.

3.5-TEXTURE DE RECRISTALLISATION

Au cours du recuit la microstructure, en particulier la texture de déformation est modifiée. Le changement reste faible tant que les germes sont faiblement désorientés par rapport au grain écroui où ils se sont formés, le contrôle des orientations préférentielles s'effectue par contrôle des écrouissages à froid et à chaud et des cycles de recuit, de la pureté du métal, de la composition de l'alliage.

Une texture de déformation bien développée donne habituellement une texture de recristallisation finement définie; ainsi par l'emploi de divers cycles de laminage simples ou croisés et de recuit, on a pu développer d'importantes textures, voir fig (13).

3.6-THEORIES DES TEXTURES DE RECRISTALLISATION

Une meilleure théorie des textures de recristallisation basée sur le principe que certaines orientations se développent dans le métal déformé, plus rapidement dans certaines directions que dans d'autres, le déplacement des atomes de la matrice déformée vers le nouveau grain s'effectue lentement lorsque le nouveau grain possède approximativement la même orientation que la matrice, et rapidement lorsque la désorientation est plus importante ce point de vue a été adopté par Beck et ses collaborateurs.

Un facteur important régissant la texture de recristallisation est la vitesse de croissance, mais insuffisant pour expliquer des anomalies rencontrées dans les textures de déformation et recristallisation.

Il est également certain que la recristallisation s'effectue parfois avec modification de l'orientation des nouveaux grains, cette modification est telle que la texture de déformation persiste, cas de l'Aluminium laminé.

Kronberg en étudiant la croissance des grains a noté la position des atomes, dans des grains se rencontrent suivant un des joints favorisés et qu'une partie des atomes n'ont pas à se déplacer lorsque le joint se met en mouvement.

3.7-THEORIES DES TEXTURES DE CROISSANCE

Les textures qui se développent au cours de la croissance des grains dans les métaux recristallisés sont dues à

la croissance préférentielle des grains possédant une certaine orientation par rapport à leurs voisins. La vitesse de croissance dépend des orientations (comme l'a montré l'étude expérimentale faite sur l'Aluminium à 0,5% d'impuretés) voir figure (6).

D'autre part Wilson a montré qu'une grande mobilité est associée aux joints qui marquent une rotation de 30° à 40° autour de $\langle 111 \rangle$.

CHAPITRE 4

PHENOMENE DE
RECRISTALLISATION
APRES DEFORMATION
CRITIQUE

4.1-RECRISTALLISATION DANS LA ZONE DE DEFORMATION CRITIQUE

La déformation critique E_{cr} est la valeur minimale de déformation qui provoque l'apparition de germes de la recristallisation primaire, ainsi l'effet de la déformation critique sur les courbes de la fig(37)diffère selon que l'échantillon est un polycristal ou monocristal car avec ce dernier la déformation critique correspond à la diminution de la taille moyenne des grains.

En réalité le grossissement de grains est du principalement soit aux petits nombres de germes formés ou au développement de quelques grains au dépend des autres. En fait chaque système (métal ou alliage) est caractérisé par des paramètres particuliers en conséquence une déformation critique bien déterminée. Le tableau ci-dessous contenant des données concernant la déformation critique et le rapport \bar{D}_{cr}/\bar{D}_0 de la taille des grains recristallisés.

Métal	\bar{D}_0 (μm)	type de déformation	T t $^{\circ}\text{C}$ h	E_{cr} %	\bar{D}_{cr}/\bar{D}_0
Fe	60	laminage	800	5,5	9
Fe + Si	120	laminage	900	8,5	13
Ti + 0,2Fe	20	laminage	600	12	8
Ti + 0,08% C	20	laminage	650	10	8
Cu + 0,05 Cr	70	laminage	1000	18	8

En générale, si le temps de recuit est maintenu pour tous les essais entre 1 à 2h et la température de recuit ne dépassant pas $0,9.T_f$, le rapport de croissance des grains est entre 4 à 10 fois. Il a été constaté que E_{cr} dépend de plusieurs facteurs y compris les conditions de déformation, recuit, la nature et la pureté du métal...etc

Le cas de fig(37) on observe aucun changement jusqu'à la déformation critique où il ya une augmentation asymptotique de la taille du grain et au dessus de cette déformation la taille diminue et ceci suppose que la transformation s'accompagne d'une faible germination.

D'autre part les interactions impuretés - joints de grains jouent un rôle intéressant dans la croissance d'un cristal unique, autrement dit sur la cinétique et l'état de surface des germes de recristallisation.

4.2-MECANISME DE LA RECRISTALLISATION APRES DEFORMATION CRITIQUE

Dans la littérature Russe, on trouve deux explications du mecanisme de recristallisation après déformation critique, l'une proposée par Steinberg et G.Masing que la recristallisation après déformation critique ne diffère pas en principe de la recristallisation après forte déformation et s'obtient par formation de germes à partir de la matrice écrouie et la structure à gros grains est due au faible nombre de germes.

L'autre par D.Jaffery et E.Savitsky : les gros cristaux sont obtenus par croissance de quelques grains au dépend des autres, une observation directe du mécanisme après légère déformation concluant que le grossissement des germes est lié au temps d'incubation. Effectivement plus la déformation est faible plus que le temps d'incubation est long voir figure (2).

La longue durée d'incubation dans la recristallisation critique n'est pas une explication suffisante du mécanisme en raison d'une insuffisance des données expérimentales sur le changement structural au cours de faibles déformations.

D'autre part le changement structural par de faibles déformations possède quelques caractéristiques intervenant au cours du mécanisme de recristallisation critique principalement on distingue :

- La nature hétérogène de la déformation et l'effet de la vitesse de déformation sur cette hétérogénéité.
- croissance rapide de grains avec une période d'incubation dont la durée dépend de la température, ainsi pour l'aluminium la durée d'incubation durant le recuit à 400 °C est trois fois plus lente qu'à 500 °C.
- Après la période d'incubation, les gros cristaux obtenus par la migration de leurs joints vers leurs **centros** de courbure ou loin vers un équilibre plus stable.

La corrélation entre la direction de migration du joint et position du centre de courbure provenant de l'existence d'un état énergétique plus stable, la différence d'énergie volumique du grain adjacent influe sur la nature de migration de joints .

4.3-CROISSANCE D'UN CRISTAL UNIQUE PAR RECRISTALLISATION

APRES DEFORMATION CRITIQUE

Dans les alliages à une seule phase, résulte de la recristallisation après déformation critique généralement une augmentation de la taille du grain de l'ordre de 6 à 10 fois. La croissance d'un cristal par cette méthode est caractérisée par un long temps de maintien et de faible vitesse de croissance et haute température de recuit, mais la préparation de monocristaux par recuit présente plusieurs avantages par rapport à la méthode liquide - solide parmi lesquels est la possibilité d'obtenir un monocristal, en forme soit de plaques minces, fils, également une composition homogène.

D'autre part cette méthode de transformation n'est pas applicable dans tous les cas; ainsi la formation de monocristaux avec orientation voulue ou de pièces monocristallines est difficile à réaliser.

4.4--MIGRATION DES JOINTS INTERGRANULAIRES

La migration à l'échelle atomique d'un certain nombre d'atomes dont l'arrangement correspondait au réseau de l'un des cristaux vont se trouver disposés suivant le réseau de l'autre. Il n'ya pas généralement de transport de matière à grande distance, mais une réorganisation de ces atomes pour que la migration se produise spontanément, il faut qu'il existe une force motrice, c'est à dire que le déplacement des joints se traduit par une réduction de l'énergie libre du métal. Il faut que la température soit élevée (mobilité atomique) pour que le phénomène ait lieu.

Très schématiquement, on pourra poser entre la vitesse de migration V et la force motrice F une relation d'après O. Dimitrov du type :

$$V = F \cdot M$$

qui constitue en fait une définition de la mobilité intergranulaire M du joint de grains et plus précisément les calculs de Cahn basés sur le fait que le joint migre en entraînant avec lui un nuage d'impuretés montre que la vitesse de migration obéit à une loi du type :

$$V = F \cdot \lambda \cdot 1/C_{SS} \cdot D_i/KT \cdot \exp(-U/KT)$$

Ainsi le joint joue un rôle de catalyseur permettant la disparition des défauts reticulaires en excès dans le métal qu'il balaye, en laissant derrière lui un métal plus parfait et ce processus qui se produit lors de la recristallisation est l'un des plus importants, le fait que le métal traversé par le joint change d'orientation qui se traduit par un effet important sur la texture, effet qui peut être souhaité (cas Fe+ 3% Si pour minimiser les pertes par hysteresis du courant et de nos échantillons) ou au contraire indésirable. Également la migration des joints joue un rôle fondamental dans des phénomènes tels que le fluage, ou la fatigue à haute température, cas des aubes monocristallines.

4.5- PARAMETRES INTERVENANT DANS LA MIGRATION DES JOINTS

- La migration est d'autant plus rapide que la force est plus grande.
- La température détermine la vitesse avec laquelle se produit la migration en influençant sur l'énergie d'activation. Ici encore l'expérience montre que cette grandeur est variable.
- L'orientation relative des cristaux en présence, ainsi que l'orientation du plan de joint ont une influence marquée sur la migration.

Au cours de la recristallisation l'effet d'orientation

a des conséquences pour les textures du métal, puisque les différences de vitesse de migration vont intervenir dans la compétition entre les cristaux en cours de croissance.

-Présence en solution d'éléments étrangers, et particulièrement lorsqu'ils sont en solution solide, provoquant un ralentissement de la migration des joints (cas dans l'expérience effectuée sur deux échantillons d'Aluminium l'un à 0,5% d'impuretés l'autre à 0,1%) voir figure (10).

4.6--FORCE MOTRICE DE MIGRATION

Les forces qui s'exercent sur le joint des grains sont d'origine physico-thermodynamique c'est à dire provenant des phénomènes qui provoquent une diminution de l'énergie libre et d'autres facteurs extérieurs.

Le terme motrice demande d'ailleurs à être précisé dans la mesure où lorsque plusieurs de ces forces agissent simultanément, certaines peuvent s'exercer en sens opposé de la force motrice principale.

Ainsi, l'énergie interfaciale des joints constitue la force motrice pour le grossissement des grains d'un métal, recristallisé; au contraire au cours de la recristallisation, cette énergie interfaciale agit en sens opposé à la force motrice principale, due à la disparition

des défauts de structure présents dans le métal écroui .

4.6.1-FORCE DUE A L'ELIMINATION DE DEFAUTS DE STRUCTURE

Le passage du joint de grains dans un métal permet un réarrangement de la structure qui conduit à l'élimination d'une grande partie des défauts reticulaires présents dans le cristal qui disparaît, l'abaissement de l'énergie libre qui en résulte se traduit par l'existence d'une force motrice appliquée au joint, il faut remarquer que la nature et la concentration des défauts présents peuvent agir sur la migration des joints par leur effet non seulement sur la force motrice, mais éventuellement aussi sur la mobilité.

4.6.2-DEFAUTS RETICULAIRES INTRODUITS PAR DEFORMATION

PLASTIQUE

Au cours de la déformation plastique, une partie de l'énergie dépensée est emmagasinée sous forme de dislocations et la disparition de ces défauts permet la migration des joints de grains.

Le cas le plus important où ce phénomène se produit est celui de la recristallisation primaire.

D'après O.Dimitrov; la force motrice peut prendre des valeurs dans une large gamme; cependant elle ne varie

pas trop dans l'espace lorsque la densité de dislocations est inhomogène, ou dans le temps lorsqu'une restauration intervient pendant le recuit, en même temps que la recristallisation.

Les études par microscopie optique montrent que pour de faibles déformations, le joint ne migre pas vers la zone de déformation maximale, mais vers son centre de courbure, voir figure (12).

La déformation intérieure donc non pas en apportant une force motrice, qui devrait provoquer un déplacement vers la partie la plus comprimée mais en augmentant la mobilité du joint de grains.

D'après Ogawa (12) interprète cette augmentation de mobilité comme étant due à une autodiffusion accélérée dans le joint, conséquence de l'absorption de défauts réticulaires créés par la déformation.

4.6.3--JOINTS DE GRAINS

Une certaine énergie interfaciale étant associée à l'existence d'un joint de grains, celui-ci aura tendance à minimiser l'énergie totale en se rapprochant autant que possible d'une surface plane; c'est à dire en migrant vers son centre de courbure (phénomène observé au cours du traitement sur des échantillons, voir fig(12)).

4.7-INFLUENCE DES IMPURETES SUR LA MIGRATION DES JOINTS DE GRAINS DANS LA RECRISTALLISATION DE L'ALUMINIUM

L'influence des éléments étrangers en solution solide est extrêmement importante et dans de nombreux cas, c'est elle qui détermine en fait les caractéristiques de la migration du joint, une des manifestations de cet effet est le ralentissement de la recristallisation après écrouissage.

D'après l'étude de R. Boutin sur l'Aluminium, le Fer a une action retardatrice et la quantité de fer présente en solution solide a une influence sur la migration des joints de grains; "en effet en examinant la structure par microscopie électronique, on constate la présence de fins précipités correspondant à la phase Al_3Fe ".

La quantité et la forme des précipités dépendent de la concentration en fer de la solution solide.

Au cours de sa migration, le joint laisse derrière lui une concentration en fer en solution solide inférieure à la concentration de la matrice, cette différence de concentration correspond à un enrichissement du joint en atomes de fer qui est vraisemblablement resorbée par la formation et la croissance des précipités d' Al_3Fe .

Alors qu'au contraire le Beryllium augmente la vitesse de migration des joints de grains par précipitation

du fer en solution solide en éliminant ainsi la ségrégation du fer à la fois sur les parois de dislocations et sur les joints de grains.

En effet le coefficient de diffusion du fer dans l'Aluminium est faible ce qui explique le ralentissement important de la vitesse de migration des joints de grains.

La plupart des éléments diffusant plus lentement que le fer sont sans effet sur la vitesse de migration comme Ti, Cr, Mo et même ce qui diffusent plus rapidement comme Zn, Ga, Co, car ils ne peuvent pas ralentir la migration.

L'absence de ralentissement constaté avec les éléments diffusant lentement ne peut s'interpréter que si l'on admet :

- Que les interactions entre impuretés - joints ou sous joints de grains sont faibles et éventuellement, aucune ségrégation.
- Ou que les atomes de fer ségrégués aux joints empêchent la ségrégation des autres atomes [10] .

DEUXIEME

PARTIE

« Est précise la mesure approchée
qui diffère peu de la mesure
exacte. »

LALANDE

CHAPITRE 5

MATERIAUL ETUDIE

ET

METHODES'

EXPERIMENTALES'

A- MATERIAU D'ETUDE

5.1-CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'ALUMINIUM

L'Aluminium obtenu presque pur par électrolyse, fond à 658°C et bout vers 1800 °C.

A la température ambiante, il cristallise dans le système cubique à faces centrées; de masse volumique 2,7kg/dm³; son coefficient de dilatation linéaire est de $23.10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$; son module d'young est 6600 hbar; sa conductibilité électrique représente deux tiers de celle du cuivre.

Il est très malléable et ductile, la plasticité dépasse 50 % sur feuilles recuites, mais sa résistance à la traction est très faible environ de 5 hbar.

Il résiste très bien à la corrosion atmosphérique. En revanche, il est peu résistant à l'eau distillée à haute température.

5.2-MATERIAU A ETUDIER

Le matériau étudié est de l'Aluminium industriel, provenant du magasin de L'E.N.P sous forme de tôles minces de 1mm d'épaisseur, ce matériau est obtenu par laminage à froid.

5.3-PRINCIPE D'OBTENTION DES TÔLES

Le métal à laminer est soumis à une force \vec{F} horizontale et normale aux axes du laminoir, des réactions verticales et directement opposées \vec{R} , $-\vec{R}$ et des forces de frottements

opposées à F.

Les forces sont symétriques par rapport au plan vertical et au plan horizontal, voir figure (2).

5.4-ANALYSE CHIMIQUE DU MATERIAU

Le matériau est analysé au laboratoire de chimie à l'intérieur de L'E . N . P ; afin de connaître les impuretés qui existent dans l'Aluminium. Le résultat d'analyse a donné deux éléments principaux : le "Fer" et le "Silicium" et quelques éléments tels que : "Cu", "Mn", "Mg" avec une très petite quantité.

L'analyse chimique de ce matériau a donné la composition suivante :

Fe : 0,25% , Si : 0,15% et Cu,Mn,Mg : 0,01%

à partir de cette analyse on peut dire que le matériau d'étude est de l'Aluminium industriel de titre 99,5% .

B- PREPARATION DU REACTIF D'ATTAQUE

On a utilisé deux types de réactifs chimiques de composition :

Premier réactif : HNO_3 : 1 volume
 HCL : 3 volumes
 H_2O : 1 volume

Deuxième réactif : HF : 0,5% en masse

HCL : 1,5% en masse
 HNO₃ : 2,5% en masse
 H₂O : 95,5% en masse

Ces deux réactifs sont adressés à la structure macrographique.

La réaction du réactif avec le métal est exothermique dont le deuxième est plus efficace.

C - PREPARATION DES EPROUVETTES

Dans notre étude, on a utilisé deux types d'éprouvettes, éprouvette rectangulaire et trapézoïdale.

1- EPROUVETTE RECTANGULAIRE

- Les éprouvettes sont usinées à l'état écroui, par une machine de fraisage, puis rectifiées à la main, par une lime demi ronde, afin d'avoir la symétrie nécessaire.

Les différentes dimensions de l'éprouvette à section rectangulaire ont été déterminées en utilisant la NFO3- 251 (longueur, largeur, épaisseur).

- Dans notre étude, les résultats obtenus sont les suivants:

constante	section	longueur	largeur	longueur calibrée	longueur totale
K	S ₀ (mm)	L ₀ (mm)	l ₀ (mm)	L _c (mm)	Lt(mm)
8,11	20	36	20	76	156

avec : e (épaisseur de la tôle) = 1mm .

$$S_0 = l_0 \cdot e$$

2- EPROUVETTE TRAPEZOIDALE

- L'usinage de l'éprouvette se fait de la même manière que pour l'éprouvette rectangulaire.

La forme et les dimensions de l'éprouvette sont prises à partir des conditions de l'expérience, telles que l'éprouvette possède deux sections terminales S_0 , S_n

avec S_0 , S_n voir figure (32).

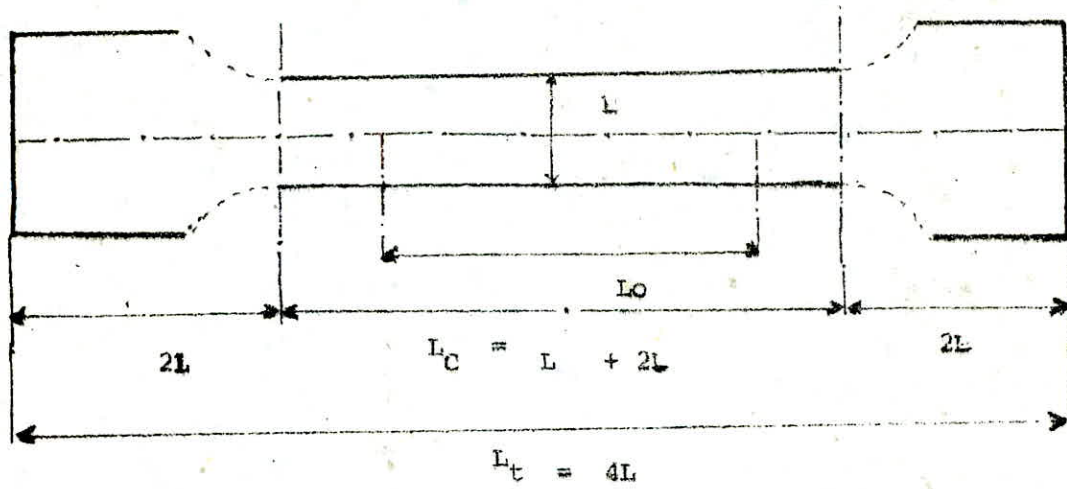
- La longueur calibrée qui contient les différentes sections entre S_0 et S_n a été choisie après un calcul théorique définissant les deux limites supérieure et inférieure de l'allongement voulu (°).

D- PREPARATION DE L'ETAT ENERGITIQUE DE L'ECHANTILLON

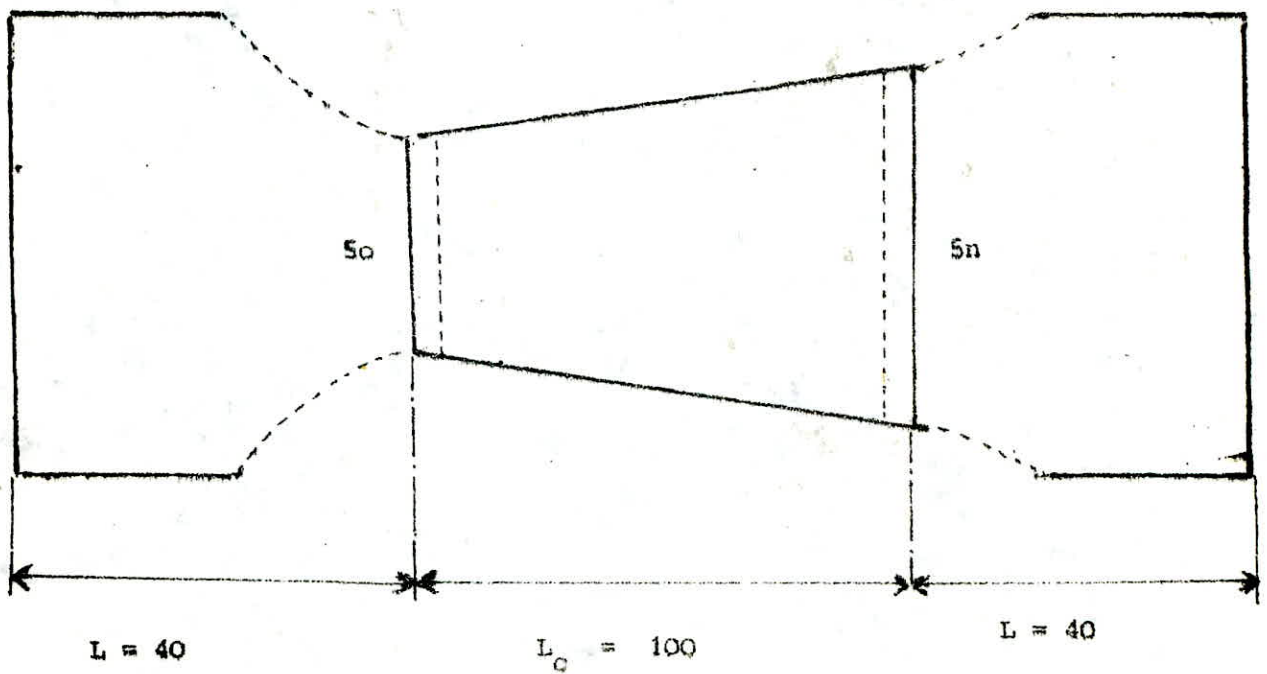
Les métaux se trouvent sous la forme de petits cristaux et dont les orientations relatives peuvent être soit distribuées au hasard, soit imposées par une loi d'orientation privilégiée, ils sont séparés par des joints très marqués, lorsqu'ils ont des orientations différentes et atténués lorsque leurs orientations sont très voisines, ou lorsqu'ils sont en position de macles pratiquement, on peut considérer l'homogénéité comme statiquement réalisée lorsque l'essai que l'on fait, porte sur plusieurs cristaux

(°) voir annexe 1

Fig : 34



EPROUVETTE RECTANGULAIRE



EPROUVETTE TRAPEZOÏDALE

dans la plus courte dimension de l'échantillon, la déformation d'un agrégat polycristallin exalte son hétérogénéité, pour cela on fait un recuit d'homogénéisation à la température $T = 600^{\circ}\text{C}$ pendant un maintien de 30 minutes, mais si le temps de recuit dépasse les 30 mn, le métal perd son aptitude à la déformation et provoque l'apparition de la POLYGONISATION Fig (1) .

E / -- TECHNIQUES ET METHODES EXPERIMENTALES

E.1-ESSAI DE TRACTION ET ECROUISSAGE

Le type de deformation utilisé au cours de nos essais c'est l'ecrouissage par traction .

le contrôle de la vitesse de deformation et la charge appliquée nous a facilité les conditions optimales permettant l'obtention de resultats satisfaisants au cours des essais.

-la machine de traction utilisée est du type AMSLER

-temperature de l'essai est fixée à 25 °C .

E.2-DETERMINATION DE L'ECROUISSAGE CRITIQUE :

L'ecrouissage critique peut être déterminé par deux methodes:

a-la première / consiste à prendre une serie d'eprouvettes rectangulaires , que nous les soumettons à des deformations , chacune ayant subi un allongement différent allant de 1% à 10% , apres un recuit de 30' à la temperature 600 °C
Nous evaluons ensuite les diamètres moyens des grains sur chacune de ces eprouvettes; de la courbe de variation du diamètre de grains en fonction du taux de deformation on determine l'ecrouissage critique.

b-la deuxième / est plus simple, efficace et on peut déterminer en une seule experience l'ecrouissage critique, consiste à utiliser une eprouvette trapezoïdale de sections terminales S_0 et S_n tellesque l'ecrouissage en une section

plane de l'éprouvette soit proportionnel à l'abscisse X de cette section dans l'échantillon Fig(32)

E.3-ESSAI DE MICRODURETE

Nous avons utilisé au cours de nos expériences la microdureté vickers pour mettre en évidence la restauration et la variation des propriétés mécaniques de l'aluminium à 0.5% d'impuretés ; elle se base sur la pénétration d'un pénétrateur de forme pyramidale.

la charge utilisée P = 50 g

F-PREPARATION DE MONOCRISTAUX

A partir de l'état solide, il existe deux méthodes principales d'obtention de monocristaux :

1-METHODE DYNAMIQUE

Se déroule dans un four spécial qui est subdivisé en trois zones de températures différentes, c'est le four tubulaire à gradient de température.

Le métal déformé repose sur une plaque réfractaire liée à une chaîne, roule sur une poulie qui permet à l'échantillon de se déplacer le long des trois zones de chauffage, au cours du déplacement de l'échantillon à travers les zones, le germe se développe en envahissant toute la matrice.

2-METHODE STATIQUE

Si simple soit elle, mais on obtient de bons résultats après une sélection convenable des conditions permettant l'obtention de monocristaux.

Initialement le métal doit subir une déformation critique (traction) condition nécessaire mais n'est pas suffisante, ensuite on porte l'échantillon à une température constante à travers toute la chambre de chauffage; afin d'avoir une atmosphère homogène.

Par cette méthode, on peut élaborer des monocristaux de dimensions variables, tout dépend des facteurs métallu-

rgiques choisis et du type de cycles thermiques , les températures de recristallisation sont liées à leurs températures de fusion et pour que la vitesse de recristallisation soit suffisamment élevée, l'aluminium est traité à 600 °C .

3-CONDITIONS OPTIMALES

la vitesse de chauffage est de 10°C/mn , montée maintenue au cours des essais.

3.1- deformation:

la deformation doit être précise et fixée à 2,8% pour avoir le minimum de germes actifs.

3.2- vitesse de deformation:

la vitesse doit être maintenue constante au cours des essais car une augmentation ou diminution de cette dernière peut provoquer la diminution ou l'augmentation de la valeur de deformation critique.

3.3- effort appliqué

l'effort nécessaire pour la traction est déterminé à partir de l'étude analytique faite sur l'éprouvette trapezoïdale (*)

(*) voir Annexe 1

3.4- Temperature et temps de maintien

Il doit exister un compromis entre temps et température, d'une part avoir une vitesse de recristallisation élevée d'autre part la croissance voulue et on dispose d'une courte durée de traitement avant l'apparition et la coalescence de précipités $F_e Al_3$, $M_n Al_3$.

3.5- Choix entre cycles Thermiques

à partir des expériences effectuées (Fig 7,30), nous avons essayé de mettre au point un cycle thermique convenable , en utilisant les paramètres trouvés.

F.1--ESSAIS DE CORROSION

Les essais de corrosion effectués sur les échantillons élaborés ont été utilisés pour mettre en évidence l'influence d'une part de l'état de surface, d'autre part le nombre de grains sur l'intensité de corrosion.

F.1.1--MODE OPERATOIRE

1--DESCRIPTION DES ECHANTILLONS

Pour minimiser l'influence de plusieurs facteurs pouvant intervenir durant les essais et pour un contrôle efficace des conditions de travail. Nous avons fixé arbitrairement :

- a- La dimension des échantillons à 40.10.1 mm .
- b- Temps de mise en solution à 15 mn .

2--DESCRIPTION DU MONTAGE

Pour la réalisation de ce montage, on a utilisé une cellule électrolytique, composée de :

- a- Electrode de verre (cathode de la cellule) .
- b- Electrode d'Aluminium .
- c- Un millivoltmètre .
- d- Un générateur .

voir figure (17) .

dans deux milieux : milieu acide à 0,02% HCL, milieu salé à 5% NaCL (en masse).

CHAPITRE 6

RESULTS

ET

INTERPRETATIONS

6.1-EXPLOITATION DES RESULTATS OBTENUS DE L'EPROUVETTE TRAPEZOIDALE

Pour pouvoir définir les conditions optimales nécessaires à l'élaboration de monocristaux, nous avons utilisé des éprouvettes de forme particulière dont la section varie le long de la longueur active, dans le but de déterminer avec une certaine précision, l'écrouissage critique et d'aboutir en utilisant toujours ce même type d'éprouvette à définir les cycles thermiques efficaces et convenables.

Mais le contrôle de l'effort appliqué sur la variation de la dimension du grain en fonction de la déformation, et la prévision de la taille des grains après une telle contrainte nécessite une étude analytique assez commode, et proche de la valeur expérimentale obtenue, présentée sur les figures(21_a,21_b) et développée dans l'annexe 1 .

Cependant, au cours des traitements thermiques effectués sur des échantillons de forme rectangulaire ayant subi une déformation critique, on rencontre des phénomènes tels que en premier lieu présence de peu de germes potentiels provoqués par la déformation critique, la germination et la recristallisation primaire, présentés sur les figures(22,24) , l'influence des impuretés sur l'évolution de la taille des grains et l'influence des textures de déformation sur la migration et croissance des grains.

A/- ETUDE DES CARACTERISTIQUES DE RECRISTALLISATION SUR

L'EPROUVETTE TRAPEZOIDALE

Tableau 1: Détermination de l'ecrouissage critique.

N° De Bande	1	2	3	4	5	6	7
n_L	2	3	7	12	14	17	20
n_{L_1}	2,5	4	9	10	16	19	20
n_{L_2}	2	3	8	12	17	18	19
n_{L_3}	2,33	3	8	12	15	18	19
d	0,85	0,6	0,25	0,16	0,13	0,11	0,10
$\Delta L/L_0\%$	2,80	4,10	4,50	6,93	7,66	8,89	9,96

$N_{L_1}, N_{L_2}, N_{L_3}$ NOMBRE DE GRAINS RESPECTIVEMENT POUR : L_1, L_2, L_3

(N_L) : NOMBRE MOYEN DE GRAINS

(d) : TAILLE MOYENNE DU GRAIN

(N_L) : $n_{L_1} + n_{L_2} + n_{L_3} / 3$ POUR $L_1 = L_2 = L_3 = 2 \text{ Cm}$

(d) : L_1 / N_L

Fig 21a: Paramètres De Traction

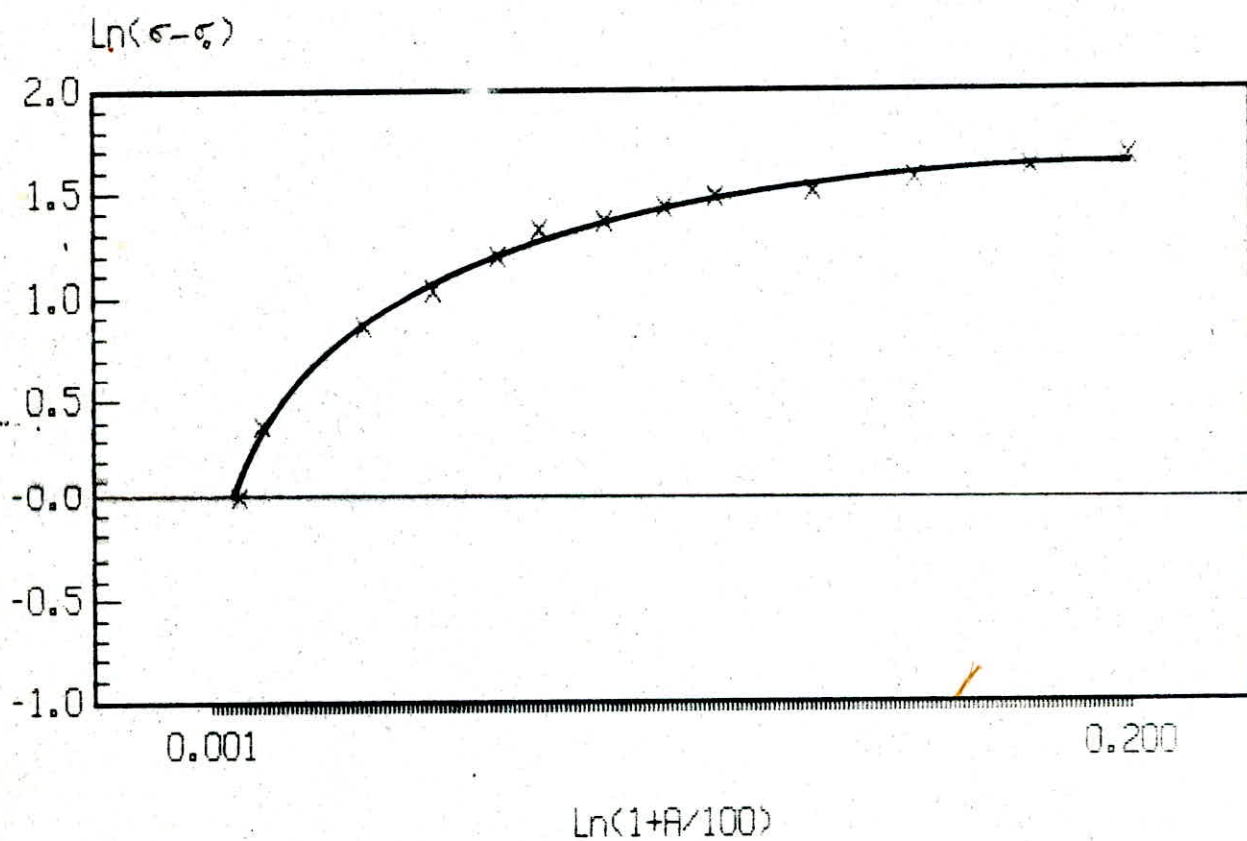
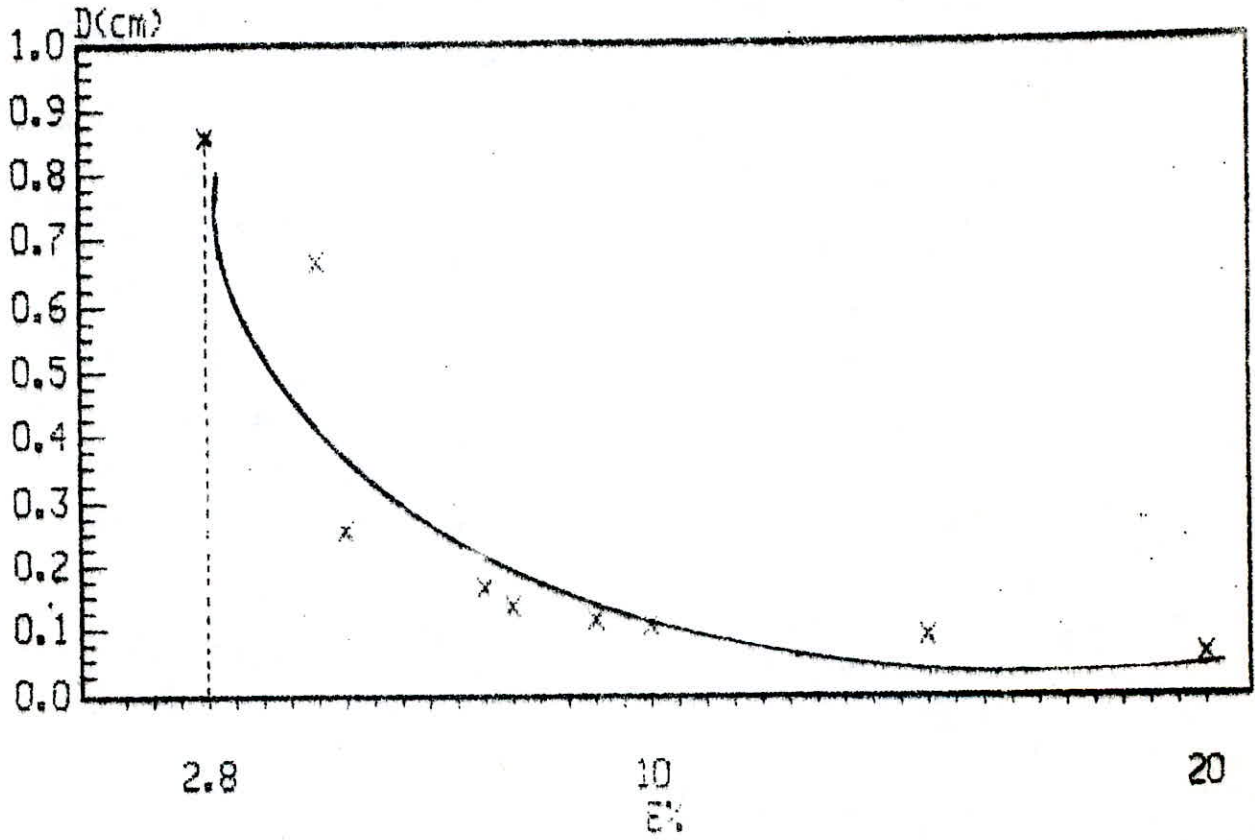


Fig21_b :

Diametre du grain en fonction de E%



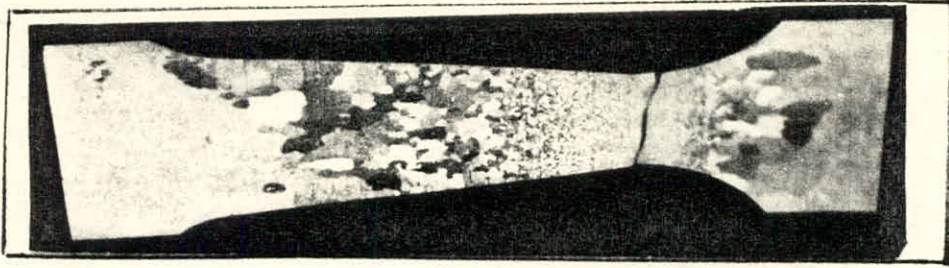


Fig2: Epreuve trapezoidale
Variations des dimensions de grains en
fonction de la section de l'eprouvette

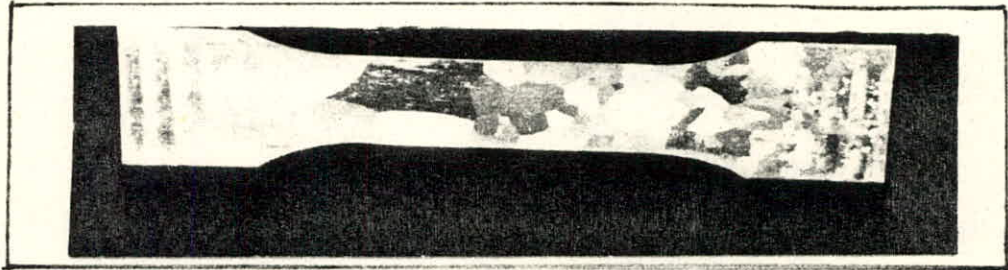


Fig3: Recristallisation après deformation critique
d'une eprouvette à $T = 600^{\circ}\text{C}$ pour $t = 30\text{mn}$

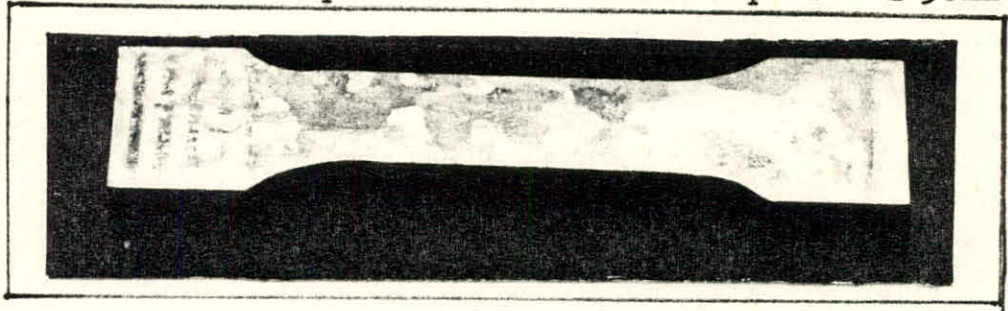


Fig4: Recristallisation après deformation critique
d'une eprouvette à $T = 620^{\circ}\text{C}$ pour $t = 30\text{mn}$

Pour déterminer l'écrouissage critique de l'Aluminium à 0,5% d'impuretés, nous avons fait notre étude sur des éprouvettes trapézoïdales, sur lesquelles on a appliqué un effort constant, bien défini et après un recuit de 30' à la température de 600 C, la mesure de la taille des grains a été effectuée par la méthode: "scanning par ligne" et l'évaluation de la déformation de la taille mesurée a été déterminée à partir de l'étude analytique déjà faite à l'annexe 1, ce qui nous a permis d'obtenir le graphe représenté sur la figure(21_b).

La diminution de la taille des grains présentée sur la fig(21_b), s'explique par l'augmentation des sites de germination grâce aux différents types de défauts provoqués par l'augmentation de la déformation permanente, mais au voisinage de la déformation critique il ya peu de places où la structure et l'orientation sont différentes de la matrice, plus une longue période d'incubation, ce qui est à l'origine de l'apparition d'une répartition non homogène de la morphologie de recristallisation; ceux-ci est illustré sur la figure(3).

A.1/- CINETIQUE DE RECRISTALLISATION APRES DEFORMATION

CRITIQUE

TABEAU 1' : Variation de la fraction recristallisée à T= 600 °C en fonction du temps.

t(mn)	2	6	10	15	20	25	30
f %	0,005	0,69	6,59	34,14	60,52	18,33	100

TABEAU 1' b : Variation de la f% pour 30' de maintien en fonction de la temperature

T (K°)	573	623	673	723	773	823	873
1/T (K ⁻¹)	0,0017	0,0016	0,0015	0,0014	0,0013	0,0012	0,0011
lnln ($\frac{1}{1-f}$)	/	/	-5,938	-2,030	/	/	2,22
f %	/	/	0,26	12,3	/	/	100

Fig22 Cinétique de recristallisation
Après déformation critique

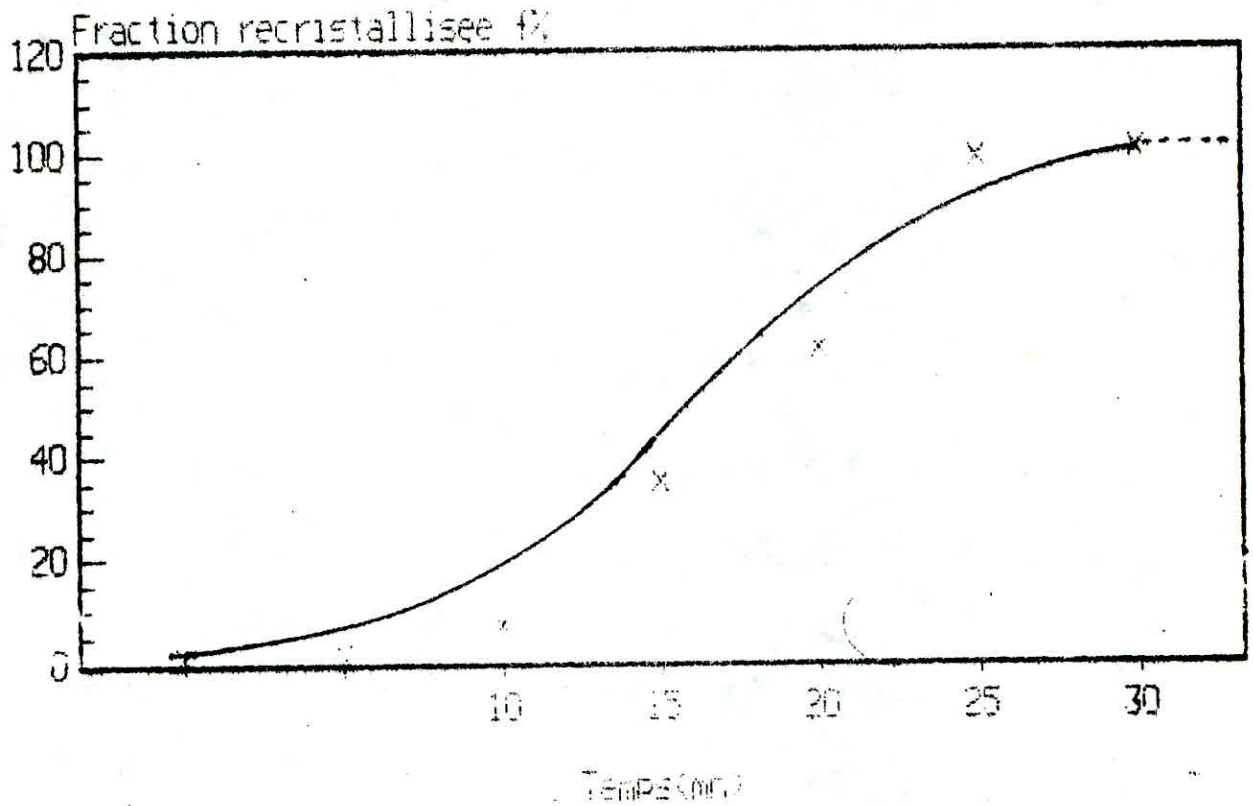
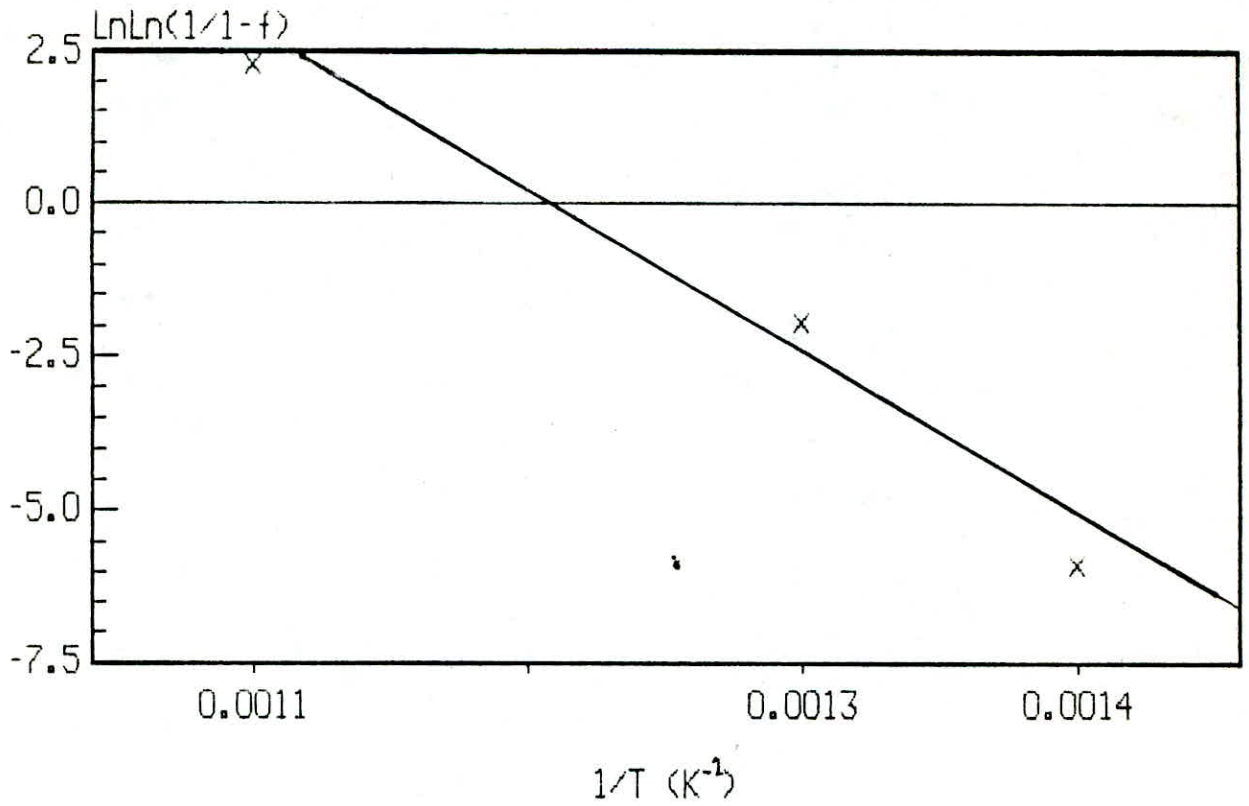
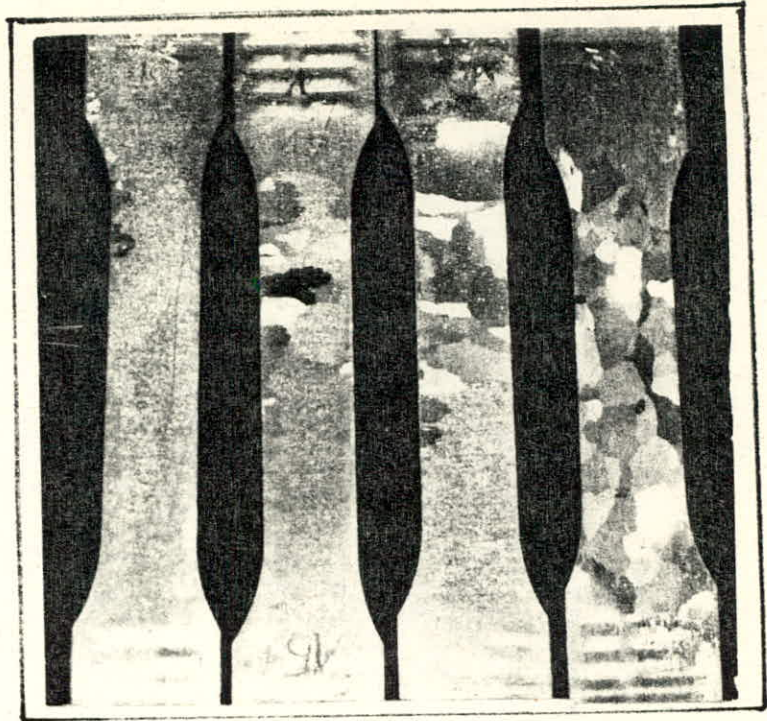


Fig24: Cinetique de recristallisation
Après deformation critique

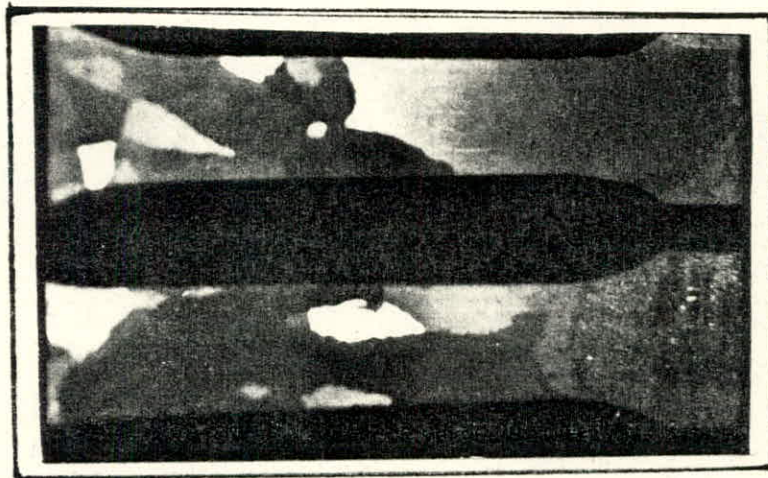




a b c d

Fig5: Cinétique de recristallisation après def-
ormation critique à T:600 °C pendant :

a) 10' b) 15' c) 20' d) 30'



Croissance de grains

Une fois l'écrouissage critique déterminé, nous avons passé à l'étude de la cinétique de recristallisation, pour cela nous avons utilisé des éprouvettes de forme rectangulaire satisfaisantes aux conditions de déformation, qu'on a traité; d'une part en fixant la température de recuit à 600 °C et en étudiant la variation de fraction recristallisée en fonction du temps(fig:5) ce qui nous a donné les valeurs du tableau(1'a), d'autre part en fixant le temps de maintien à 30' et en faisant varier la température de façon à déterminer la fraction recristallisée correspondante; ce qui nous a permis de tracer les courbes(fig:22,24).

La longue durée d'incubation remarquable est due à la grande dimension des grains au voisinage de la déformation critique et aux basses températures de traitement thermique, ce qui impose une barrière d'énergie libre difficilement franchie.

Pour assurer une recristallisation, il suffit que la différence entre l'état recristallisé(T:600 °C,t:30') et l'état énergétique du cristal déformé soit suffisante pour dépasser cette barrière, cependant la déformation critique est incapable de provoquer seule la transition, ce qui nécessite l'apport d'énergie;d'où la longue période d'incubation.

Tableau 2 : variation de la microdureté en fonction des paramètres de la recristallisation.

Hv	24,1	26,6	26,9	30,1	30,5	31	32,5	35
Nbre DE GRAINS/Cm ²	3	5	22	41	50	77	90	135
d(Cm)	0,85	0,66	0,25	0,16	0,13	0,11	0,10	0,08
X(Cm)	2	4	4,5	5	5,5	6	6,5	7

Le nombre de grains/cm² est déterminé par la méthode
"scanning par ligne"

Fig33. Influence des parametres de recri-
stallisation sur la Micro durete

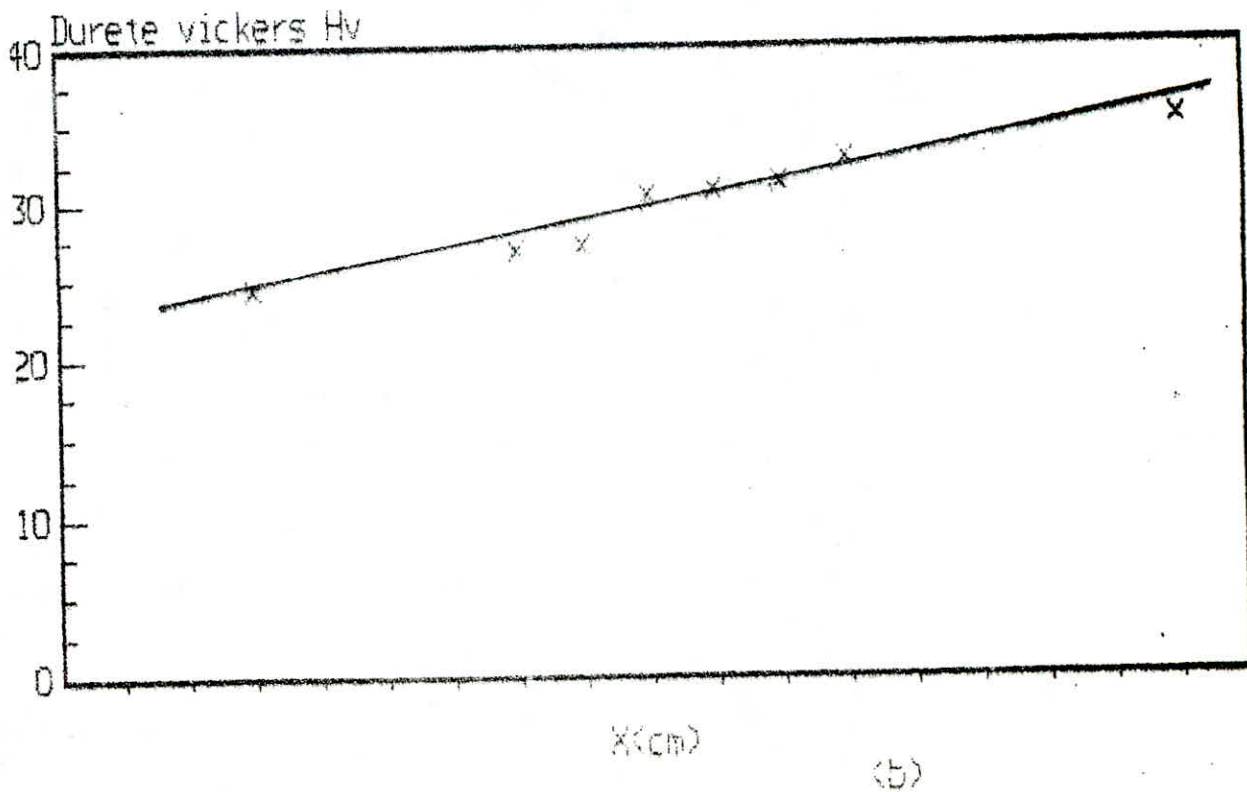
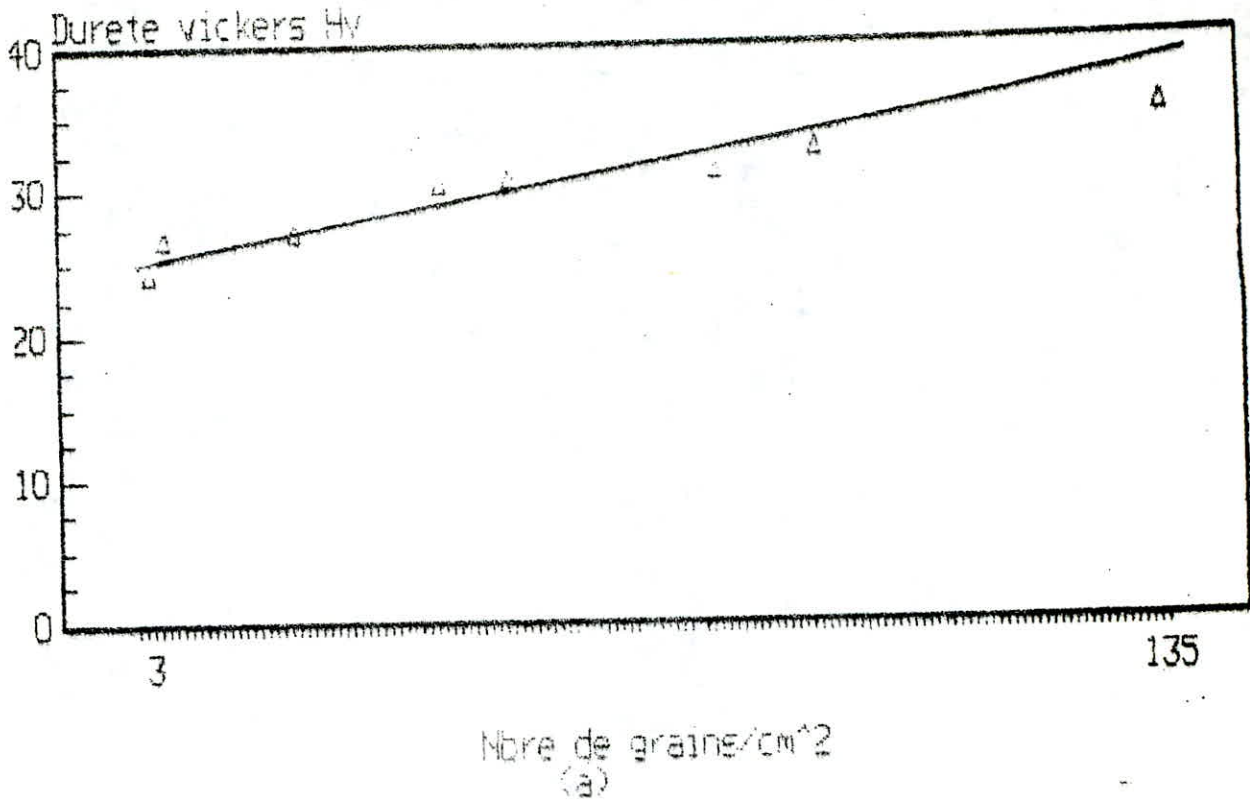
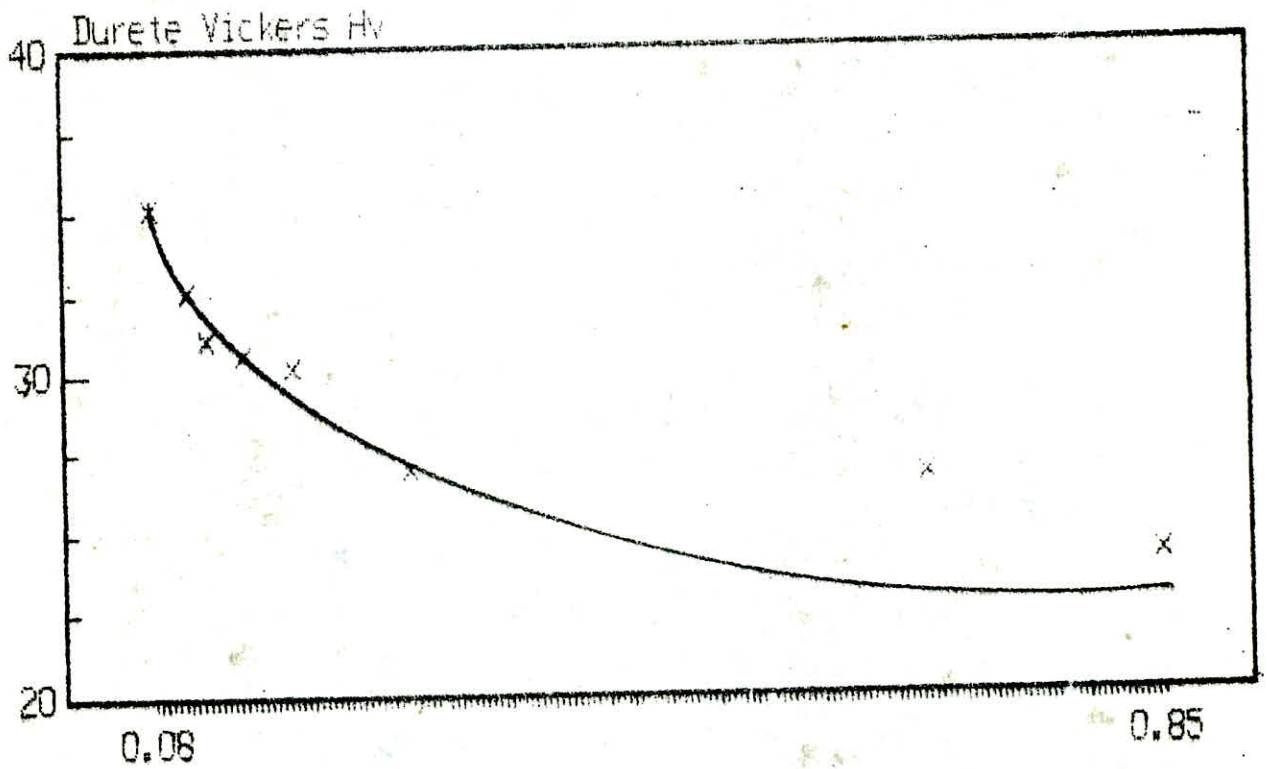


Fig 33 : Variation de la microdureté en fonction de la taille des cristaux

(c)



Dcristal

B/- INFLUENCE DU TEMPS ET TEMPERATURE SUR LA DURETE DE

L'ALUMINIUM A 0.5% D'IMPURETES

Tableau 4₂ à T:200 °C

N° d'eprouv.	1	2	3	4	5	6	7
t(mn)	5'	10'	15'	30'	60'	120'	180'
Hv	26,20	26,15	26,10	26	25,80	25,30	24

Tableau 4₁ à T:400 °C

N° d'eprouv.	1	2	3	4	5	6	7
t(mn)	5'	10'	15'	30'	60'	120'	180'
Hv	25,9	25,5	24	23,5	23,1	22,5	21,5

Tableau 4₃ à T: 600 °C

N° d'eprouv.	1	2	3	4	5	6	7
t(mn)	5'	10'	15'	30'	60'	120'	180'
Hv	25	24,3	23	21,5	20,5	20	19,7

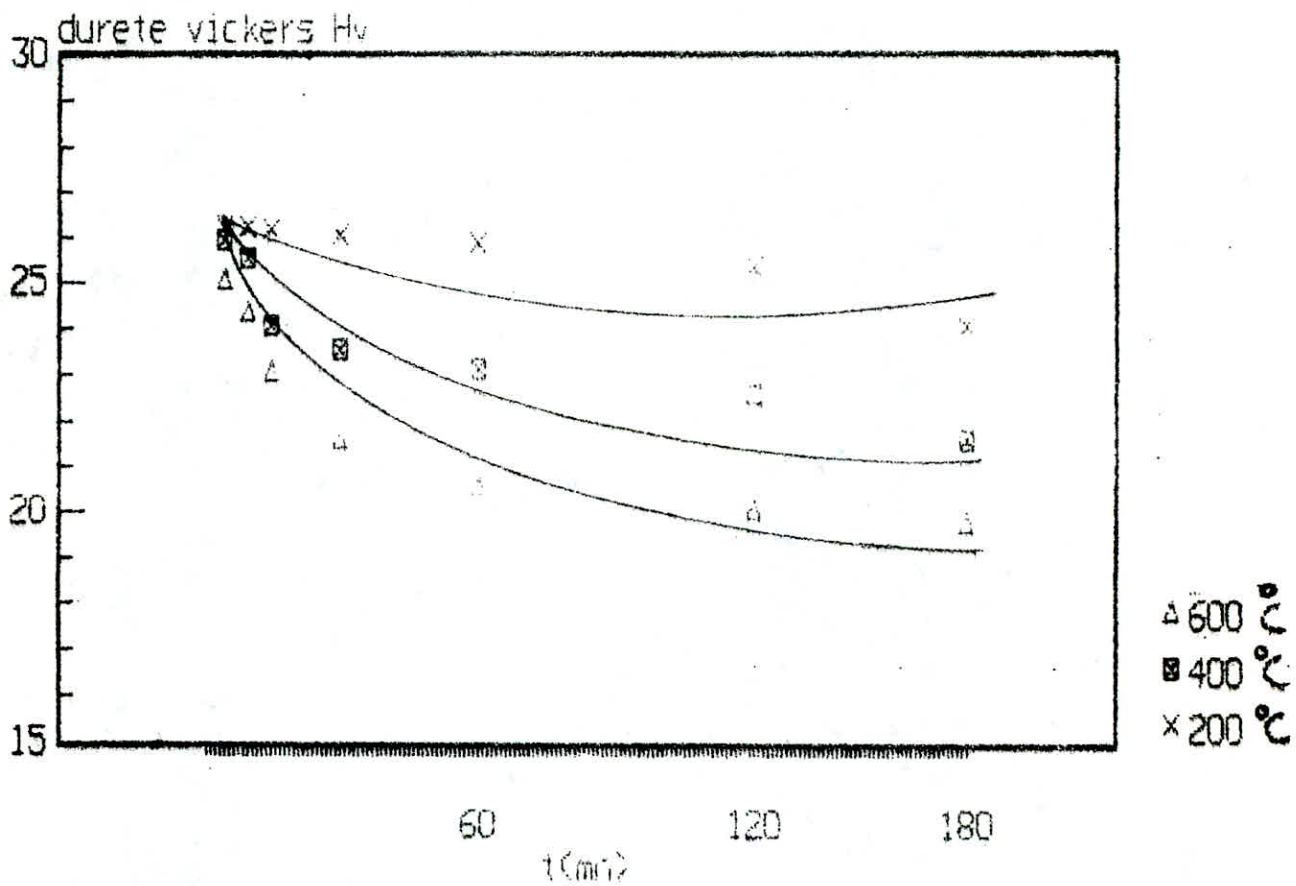


Fig35: Influence du temps et de la temperature sur la microdureté

Afin d'étudier l'influence des paramètres de recristallisation sur la variation de Microdureté, des essais ont été faits sur des éprouvettes trapézoïdales, recuites à 600 °C pendant 30', chaque mesure présentée sur le tableau 2 est la moyenne de plusieurs valeurs relevées sur différentes plages de l'éprouvette, également le nombre de grains a été déterminé par la méthode de "scanning par ligne", ainsi le tracé des caractéristiques; nombre de grains/cm², dimension de grains en fonction de la microdureté fig(33 a,c), permet de constater une augmentation linéaire entre la microdureté et le nombre de grains /cm² cette proportionnalité s'explique par le fait que l'augmentation du nombre de grains n'est qu'une augmentation de joints et une diminution de la taille des grains, ce qui assure d'une part une cohésion intergranulaire et évidemment ces joints constituent un obstacle devant la propagation de microfissures.

D'autre part la température de recuit et le temps de maintien influent sur la variation de microdureté; en effet en élevant la température, en fixant le temps ou réciproquement, on obtient une diminution de la microdureté (fig:35).

On déduit des graphes tracés, que les monocristaux d'Aluminium possèdent la plus faible valeur de microdureté.

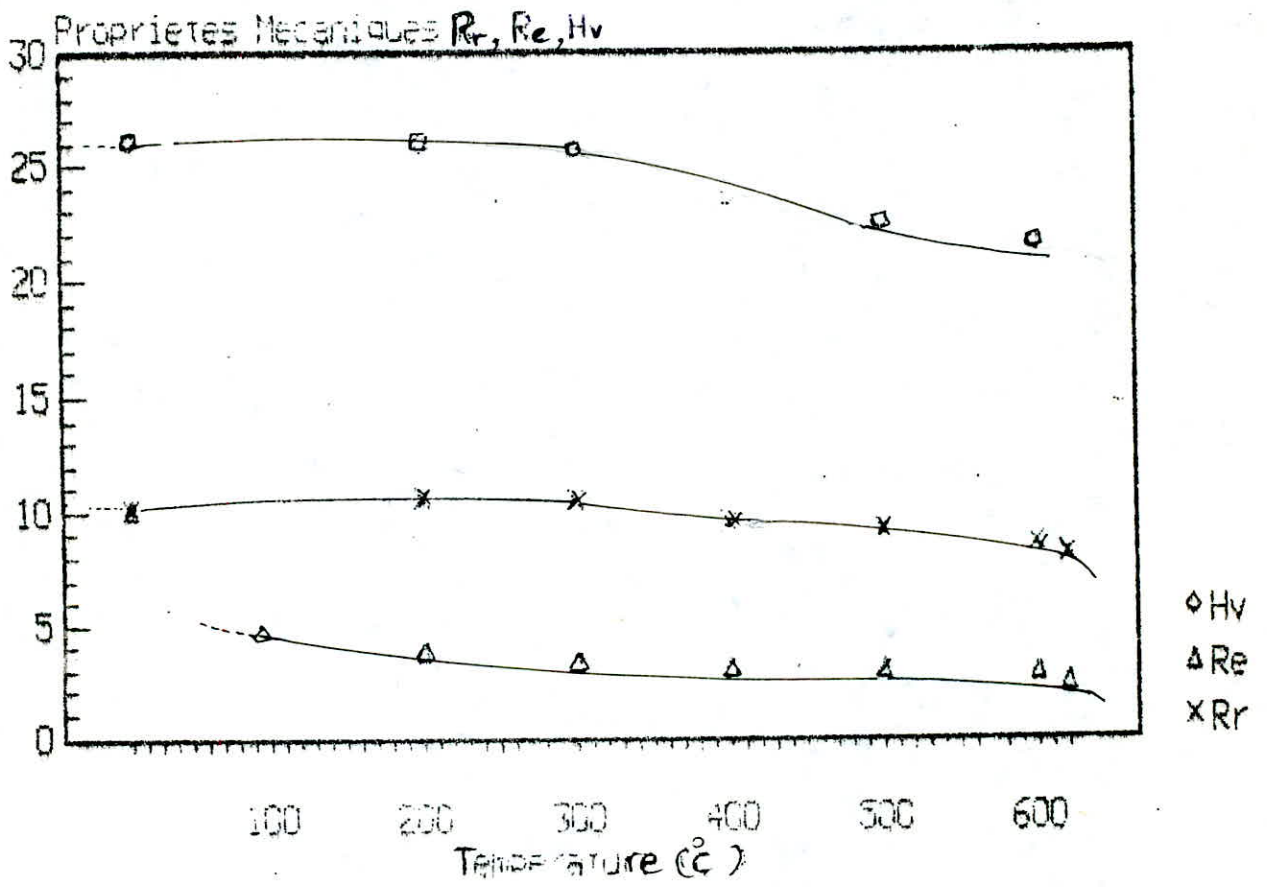
c/- ETUDE DES STADES DE RECUIT DANS LA ZONE DE DEFORMATION

CRITIQUE.

Tableau 3 /-Variation des propriétés mécaniques au cours des stades de recuit

N° d'eprouv.	1	2	3	4	5	6	7
T° (°C) écroui		200°	300°	400°	500°	600°	620°
R _r daN/mm ²	-	10,5	10,2	9,4	9	8,5	8
R ₀ daN/mm ²	-	3,7	3,5	3,2	3	2,8	-
Hv	26,2	25,8	25,5	23,4	22,3	21,4	20,5
A %	-	37	39	40	41,5	-	-

Fig 1_e : Influence du chauffage sur
La structure



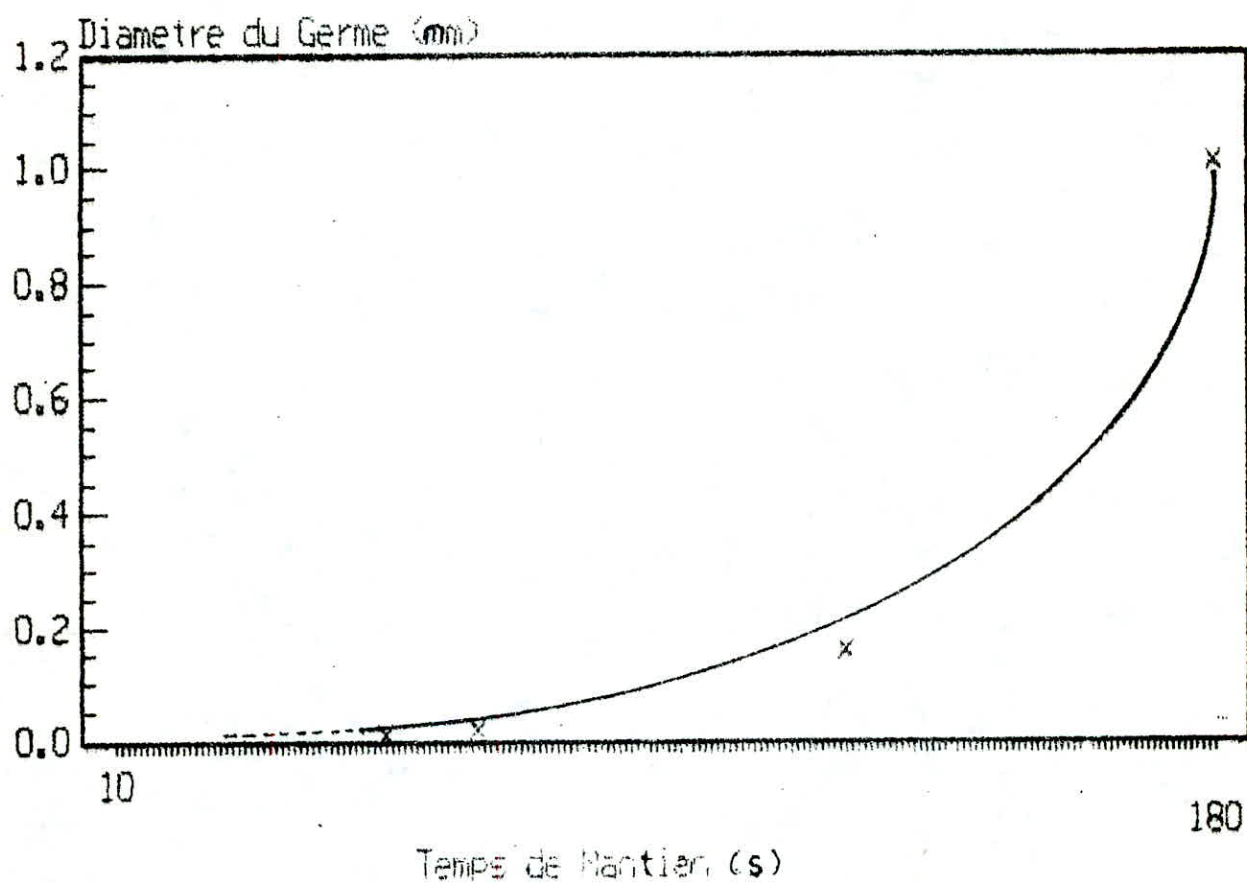
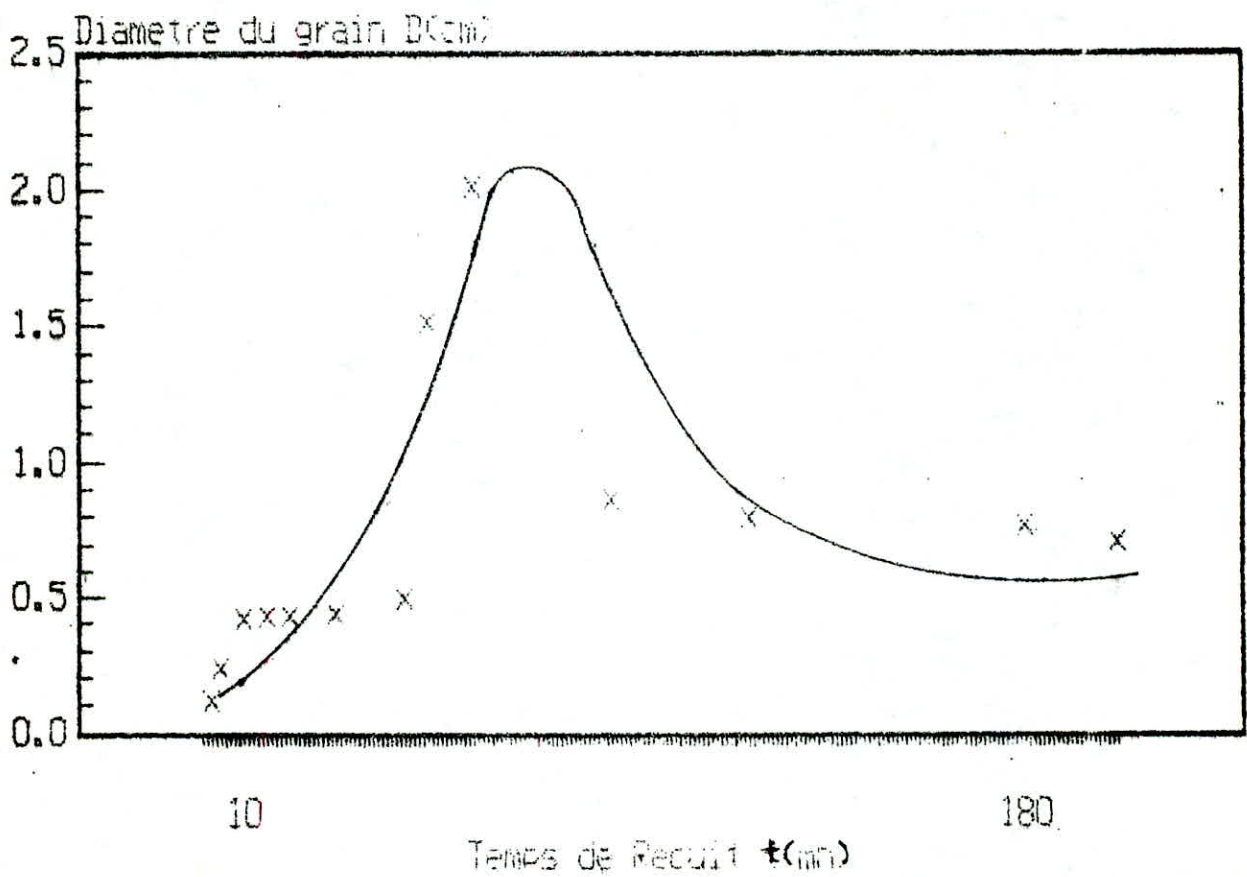


Fig 6.1 : Temps d'incubation & germination

Fig 6.2 : Influence de la précipitation sur la croissance
Des grains



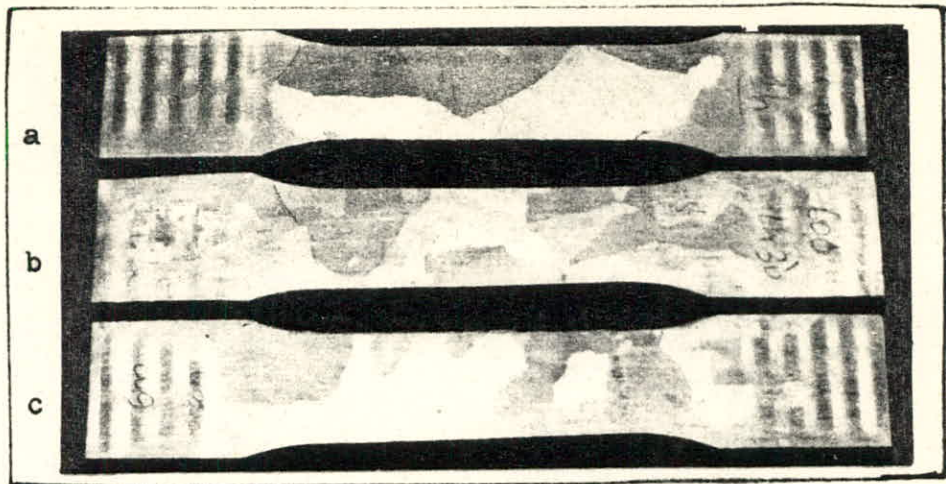


Fig8: Phénomène de précipitation

a) Recuit à $T:600$ pour $t:60'$ b,c) concassage du grain pour $t \geq 90mn$

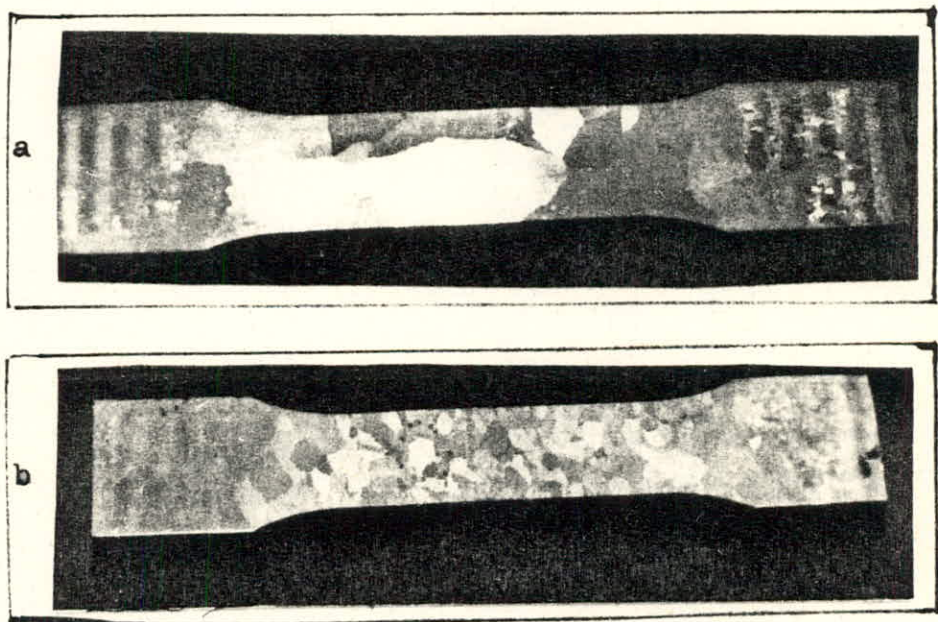


Fig9: Etat de surface et points triples

a) Etat anormal b) Equilibre stable du à la formation d'angle de 120°

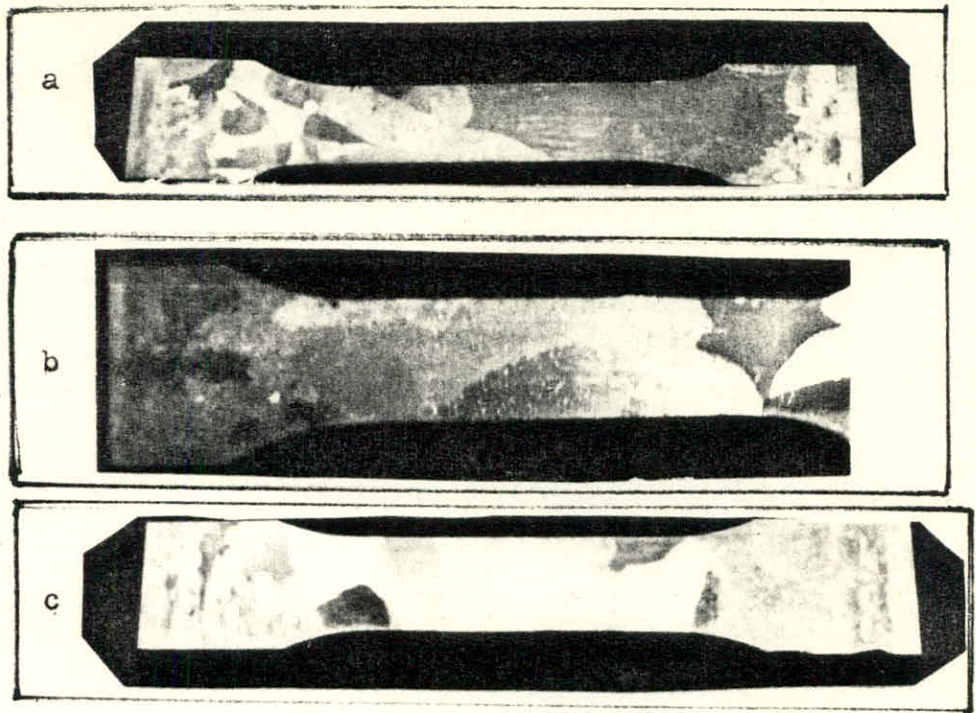


Fig10: Influence des impuretés sur la migration des joints de grains

- a, b) Eprouvettes d'Aluminium à 0,5% d'impuretés
 c) Eprouvette d'Aluminium à 0,1% d'impuretés

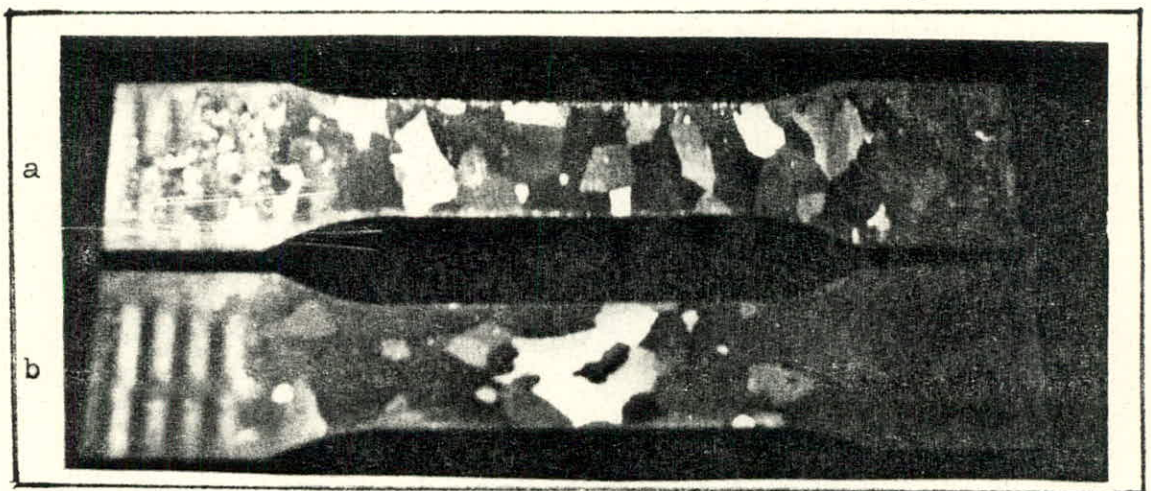


Fig11: Influence de la temperature de recuit sur la croissance du grain

- a) Maintien de 30' à 620 °C
 b) Maintien de 60' à 620 °C

Les mesures effectuées par microscope optique sur des échantillons, nous ont permis de suivre le développement de germes; on a constaté qu'après une période de 45" à la température de 600 °C, la taille du germe atteint une dimension de 0,01mm(fig:6.1) et au fur et à mesure que le temps de maintien augmente, la taille également augmente jusqu'à un temps au voisinage de 70mn au delà de cette limite la taille diminue pour arriver à une valeur plus ou moins constante(fig:6.2), le phénomène métallurgique intervenant au cours de la diminution n'est que la précipitation d'un composé binaire Fe,Al sous forme de fins précipités intercrystallins, qui après un temps d'homogénéisation freine la recristallisation et évite l'apparition de textures.

D'autre part des anomalies autre que la précipitation gênent la croissance d'un cristal unique telles que; le degré de pureté élevé des échantillons(fig:10c), formation de points triples(fig:9b), excès de température(fig:11) et zone dont le taux en Fe et Si moins élevé présente un éclat anormal(fig:9a).

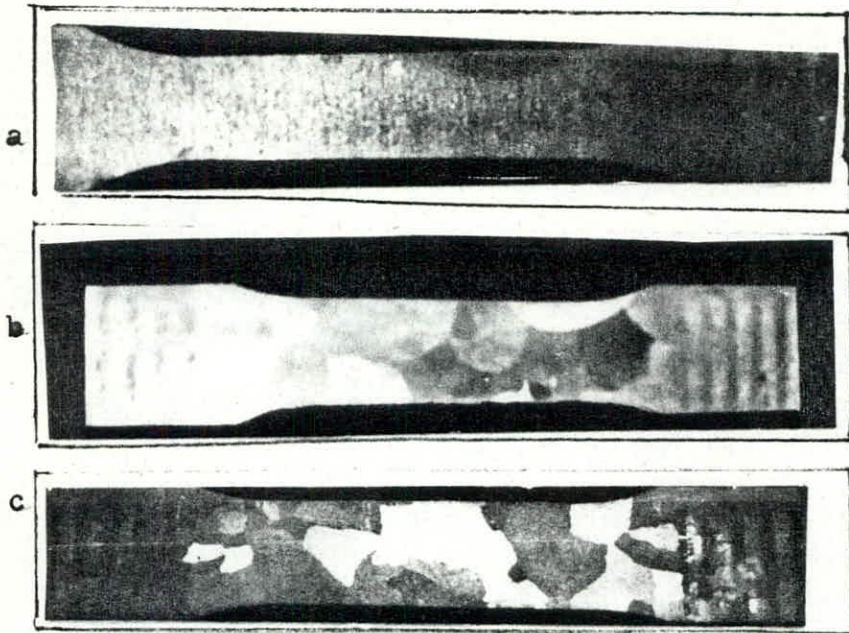
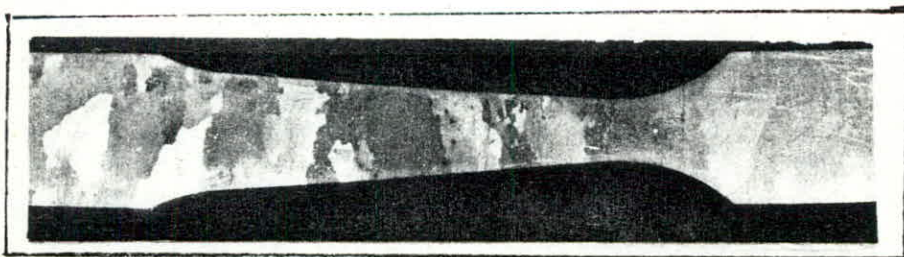


Fig1: Stades de recuit
 a) Restauration b) Recristallisation primaire
 c) Recristallisation secondaire



d) Polygonisation

En s'intéressant au changement structural après deformation critique de la matrice, qui se déroule au cours du phénomène de recristallisation, on a prévu des éprouvettes recuites à différentes températures de 200 °C jusqu'à 620 °C (fig:1a), les résultats de la fig(1e) montre que dans le premier stade de recristallisation (restauration) se présente une sensibilité de la limite élastique à la variation de température dans l'intervalle de 150 °C à 300 °C, ainsi que l'existence du phénomène de polygonisation en présence de certaines conditions expérimentales.

Le second stade est caractérisé par un changement morphologique des grains, au cours duquel on remarque une diminution des propriétés mécaniques (Hv, Rr, Re) dans le domaine de 350 °C à 500 °C (fig:1b).

Alors que dans le dernier stade, stade de la croissance exagérée, on assiste à une diminution continue des propriétés mécaniques (fig:1c).

La sensibilité de la limite élastique observée au premier stade est due d'une part à une redistribution de défauts et d'autre part au fait que l'Aluminium est classé parmi les éléments à forte énergie de défauts d'empilement, par contre la diminution des propriétés mécaniques durant les deux derniers stades est essentiellement liée à une augmentation des dimensions des grains.

D/ ETUDE DU COMPORTEMENT DES GRAINS EN FONCTION DU TEMPS

Tableau 5: Determination du temps d'incubation

t(s)	30	45	60	120	180
d(mm)	-	0,001	0,01	0,15	1

Tableau 6: Evolution du grain en fonction du temps

N° d'eprou.	1	2	3	4	5	6
t(mn)	3	5	10	15	20	30
d(cm)	0,1	0,221	0,400	0,410	0,415	0,420
N° d'eprou.	7	8	9	10	11	12
t(mn)	45	50	60	90	120	180
d(cm)	0,481	1,500	2,000	0,850	0,780	0,750

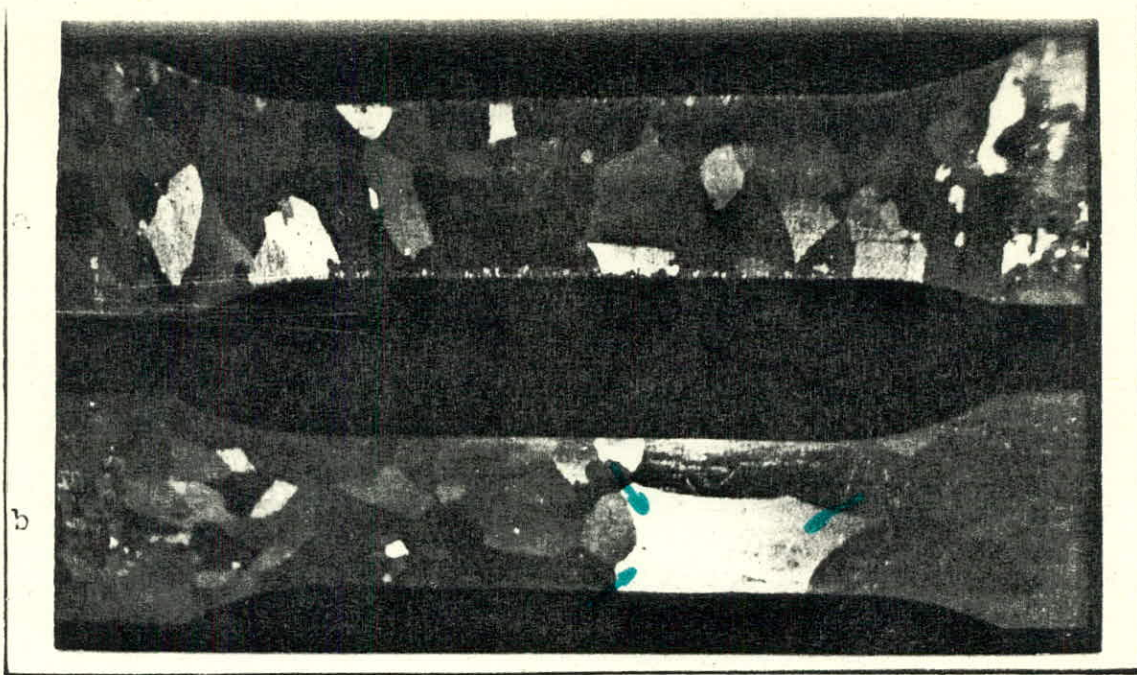


Fig6: Influence de la croissance orientée sur la germination et croissance de grains pour un recuit à T:600 °C pour t:30'

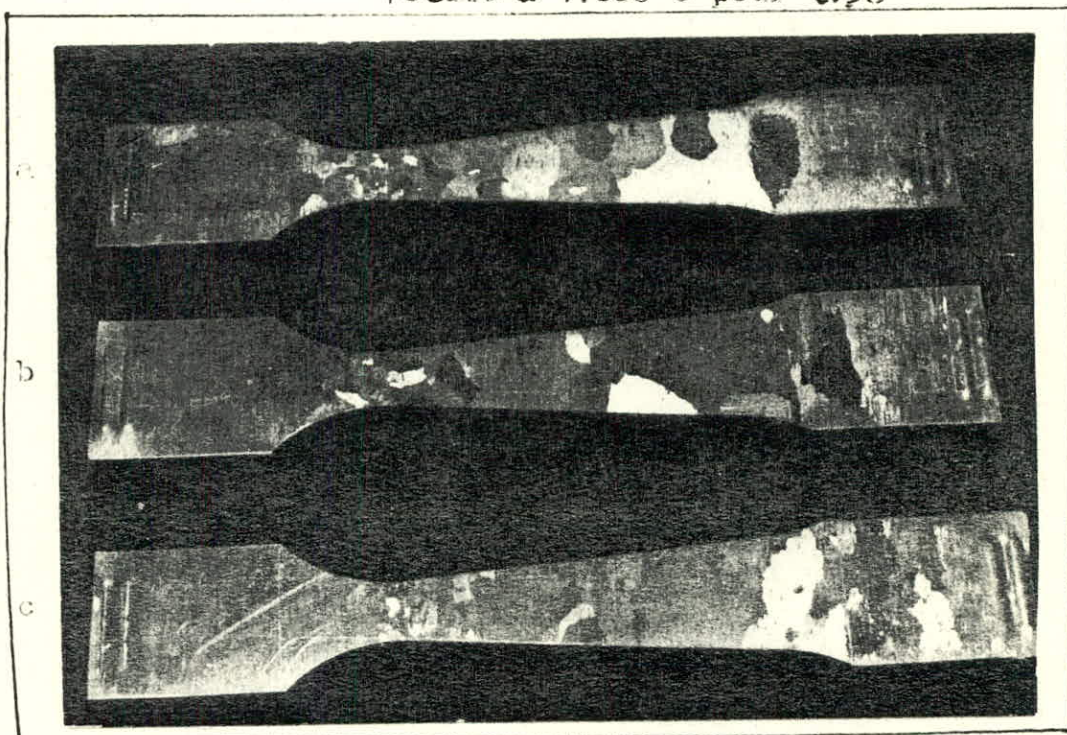


Fig7: Evolution de la taille de grains au cours
 a) Normalisation à T:600 °C, t:30' b) à T:600 °C, t:30' plus 30' à 620 °C c) à T:600 °C , t : 60'

Le chauffage à de telle temperature(600 °C) augmente la mobilité des impuretés dans le matériau qui forme un nuage autour des joints, provoquant la formation de points triples, mais aussi l'absence de ces impuretés rend la vitesse de migration des joints plus faible(fig:10c), d'autres phénomènes favorisent le développement de monocristaux telque la croissance orientée(fig:6b), qui s'explique par le fait que le grain développé présente l'orientation d'une texture de croissance.

W- CYCLES THERMIQUES UTILISES

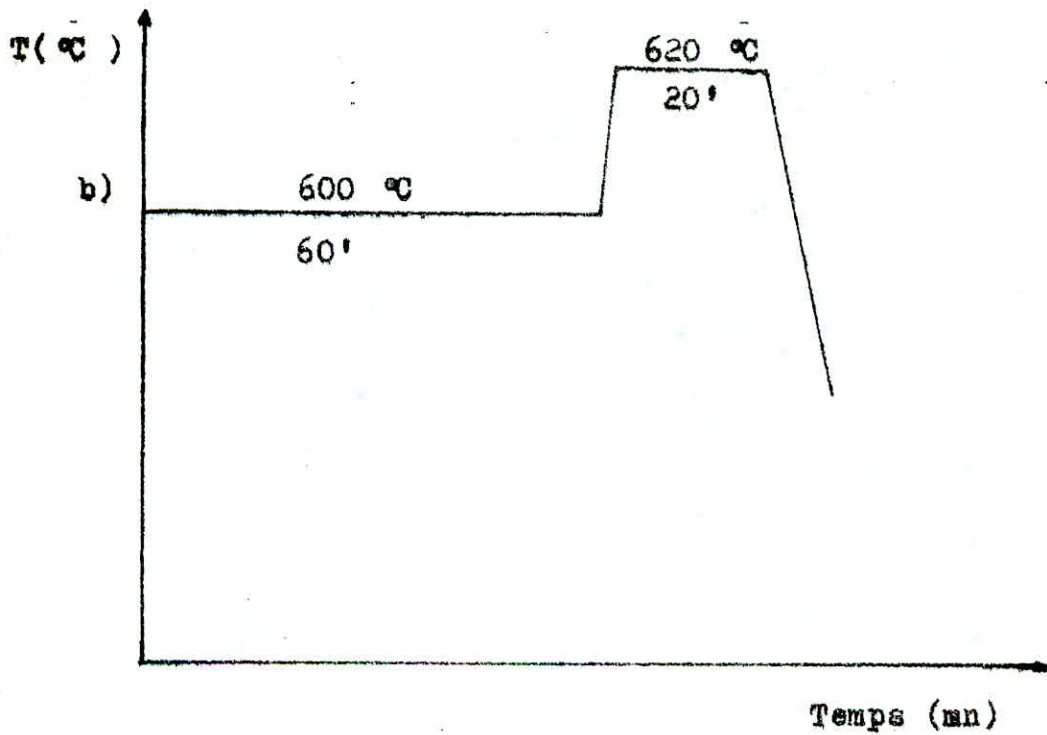
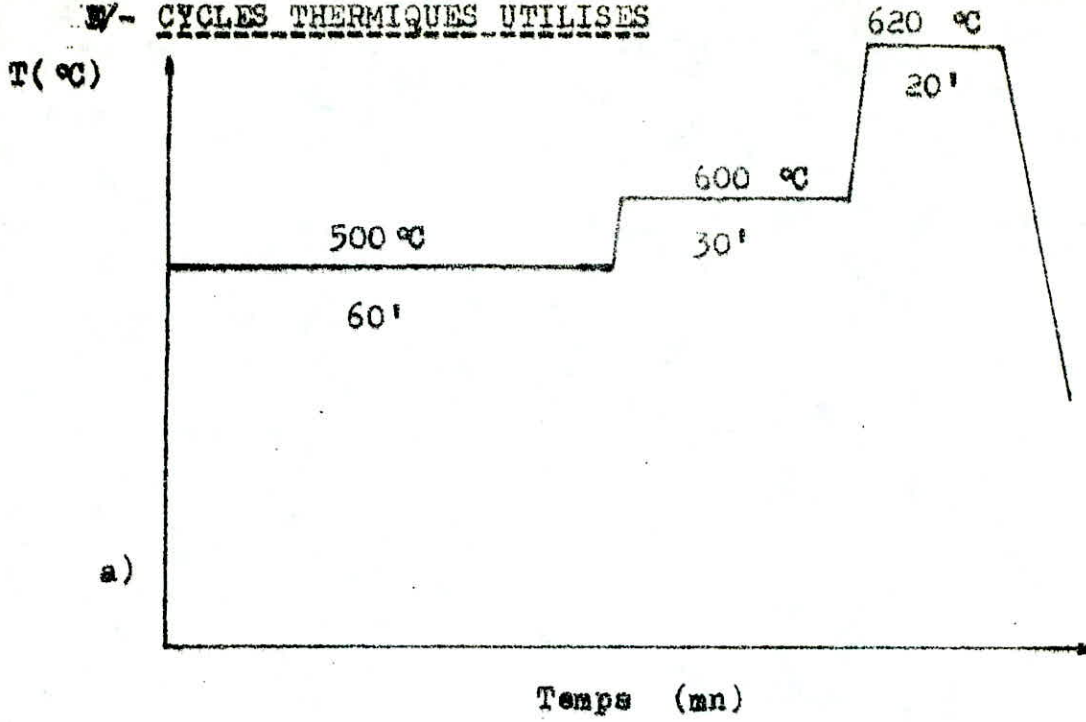


Fig 30 : Comparaison entre cycles .

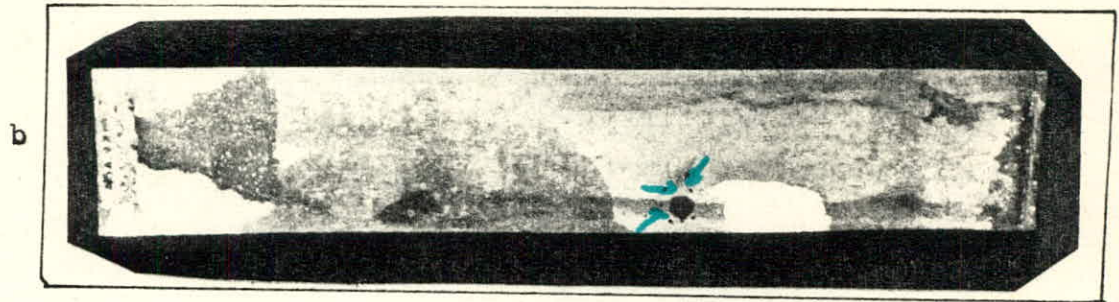
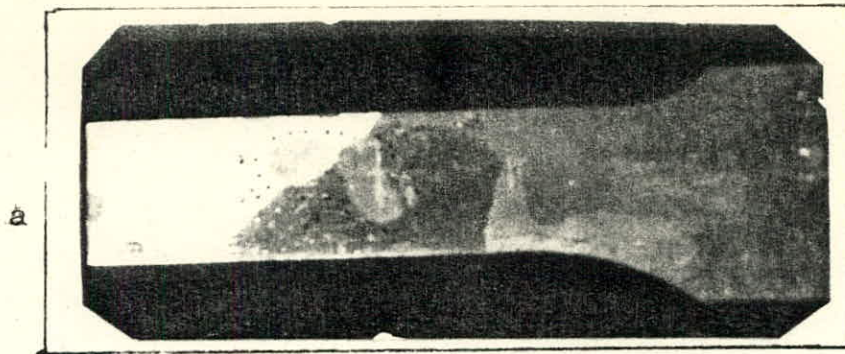


Fig12: Mecanisme de migration des joints

a) Aux joints de grains b) Vers le centre de courbure

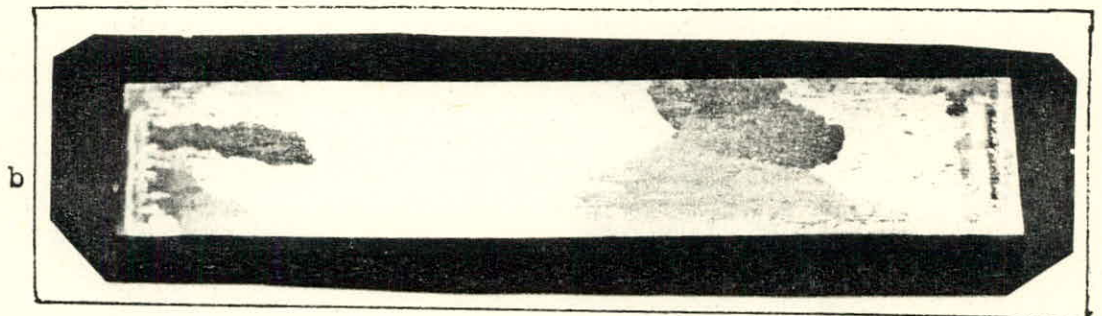


Fig13: Migration de joints et croissance orientée

a, b) Meme echantillon, face (a) croissance plus rapide que la face (b)

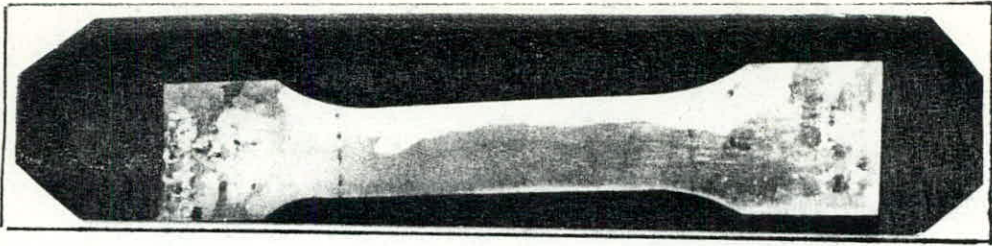


Fig14: Croissance d'un bicristal à partir
maintien de 50' à 600 °C et 10' à 620 °C

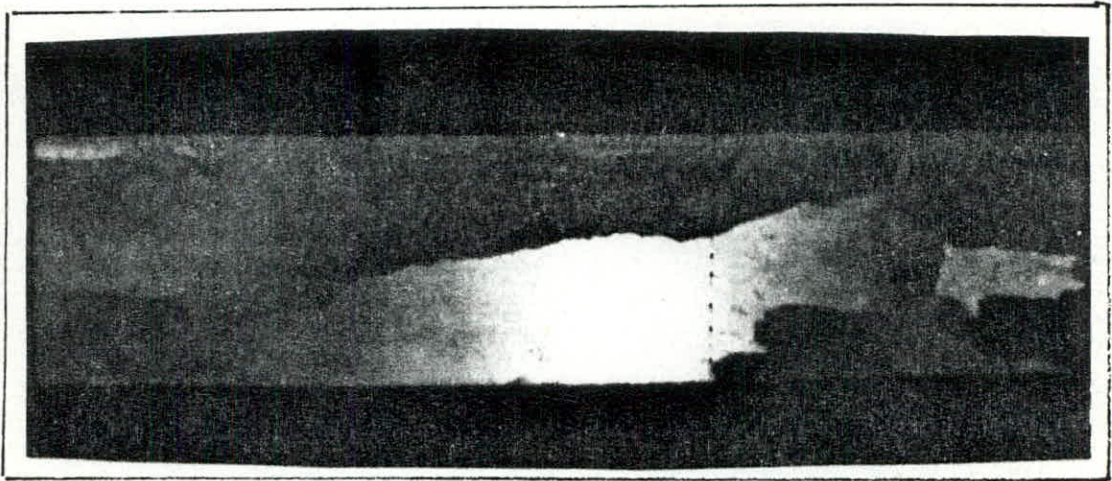


Fig15: Croissance de très gros cristaux à
partir d'un cycle thermique adéquat

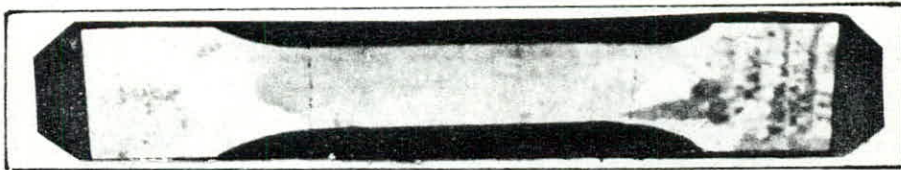


Fig16: Croissance d'un cristal unique à
partir d'un recuit convenable

A la recherche d'un cycle convenable, à l'élaboration de monocristaux, plusieurs cycles thermiques ont été proposés sur la base des conditions de germination et de croissance (fig:7,1c).

Ainsi, la Fig:30 présente une comparaison entre deux cycles thermiques. En pratique les résultats donnés par le cycle (fig: 30b) sont les meilleurs, du fait qu'en premier cycle (fig:30a), la taille de grains après un maintien de 60' à 500 °C, puis de 30' à 600 °C est supérieure à celle du deuxième cycle, mais après un maintien de 20' à 620 °C, la taille diminue à cause d'une précipitation (FeAl_3 , MnAl)... composés ternaire Fe, Al et Si), car le temps optimum de maintien à haute température (600-620 °C) est limité à 85'.

En suivant l'évolution du grain au cycle thermique choisi, on observe Fig:12b que le joint a tendance à minimiser l'énergie totale en se **rapprochant** autant que possible d'une surface plane, c'est à dire en migrant vers son centre de courbure, due au déplacement inégal des atomes dans les deux directions (déplacement d'atomes se trouvant sur joint concave, d'autres sur joint convexe).

Il apparaît que les impuretés peuvent agir à la fois en solution solide en formant autour des joints une atmosphère d'impuretés migrant avec le joint et sous forme de précipités qui ancrent fortement les joints (fig:13 a,b), et ceux-ci grâce à

l'agitation thermique qui augmente la mobilité de ces impuretés .

En poursuivant le recuit, la croissance d'un bicristal est obtenue après un maintien de 50' à 600 °C et 10' à 620 °C et la croissance d'un monocristal est obtenue à partir de 60' de maintien à 600 °C et 20' à 620 °C.

E /- ESSAIS DE CORROSION

Tableau 7: Milieu acide à 0.002% HCl

Classes de tension(mV)	Echantillons	Nbre de grains	Classes de grains	Tension en (mV)	V (mV)
540 - 580	3	3	1 - 2	660	1
580 - 600	2	2	2 - 3	680	10
600 - 620	-	-	3 - 4	580	10
620 - 640	-	-	4 - 5	540	4
640 - 660	2	1	-	-	-
660 - 680	1	1	-	-	-

Tableau 8: Milieu salé à 5% NaCl

Classes de tension (mV)	Echantillons	Nbre de grains
760 - 740	1	1
740 - 720	2	3
720 - 710	3	4
700 - 580	1	5

Fig 26: Essais de corrosion
dans un milieu sale à 5% NaCl

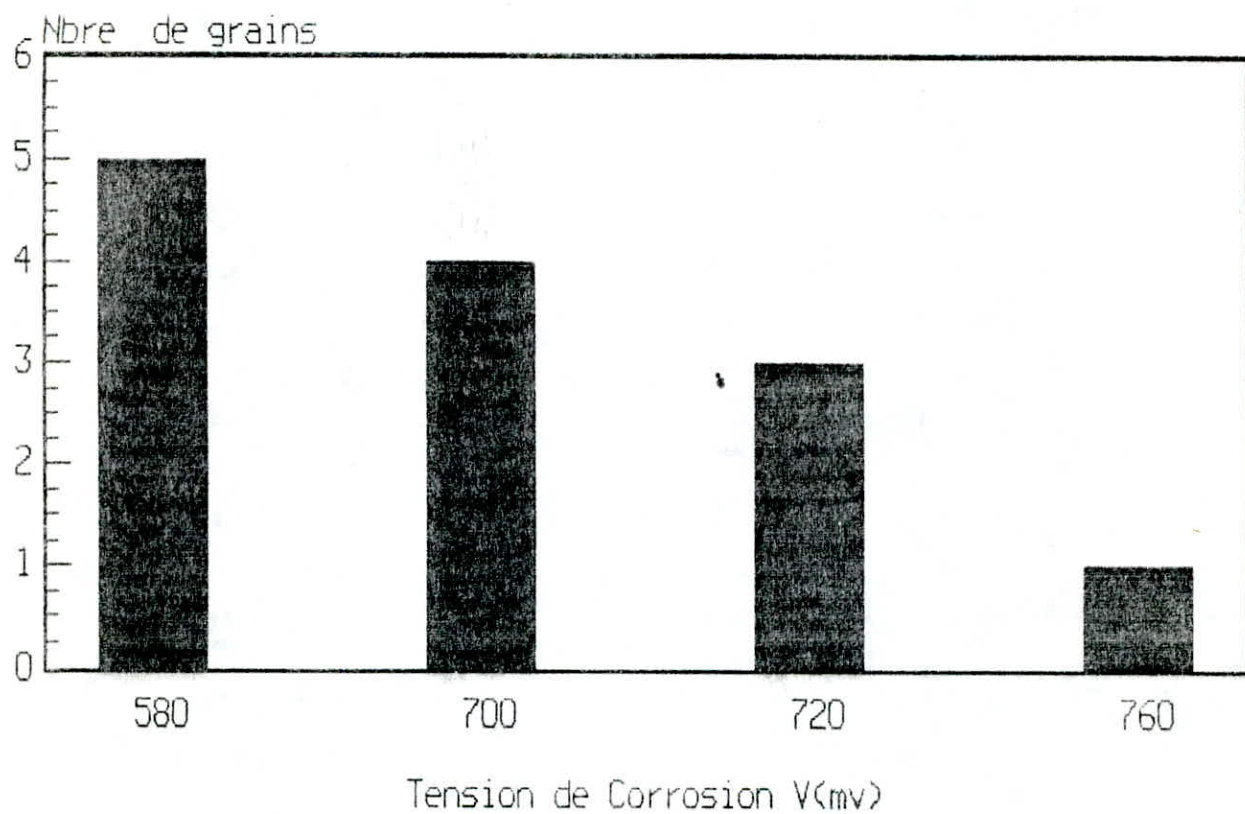
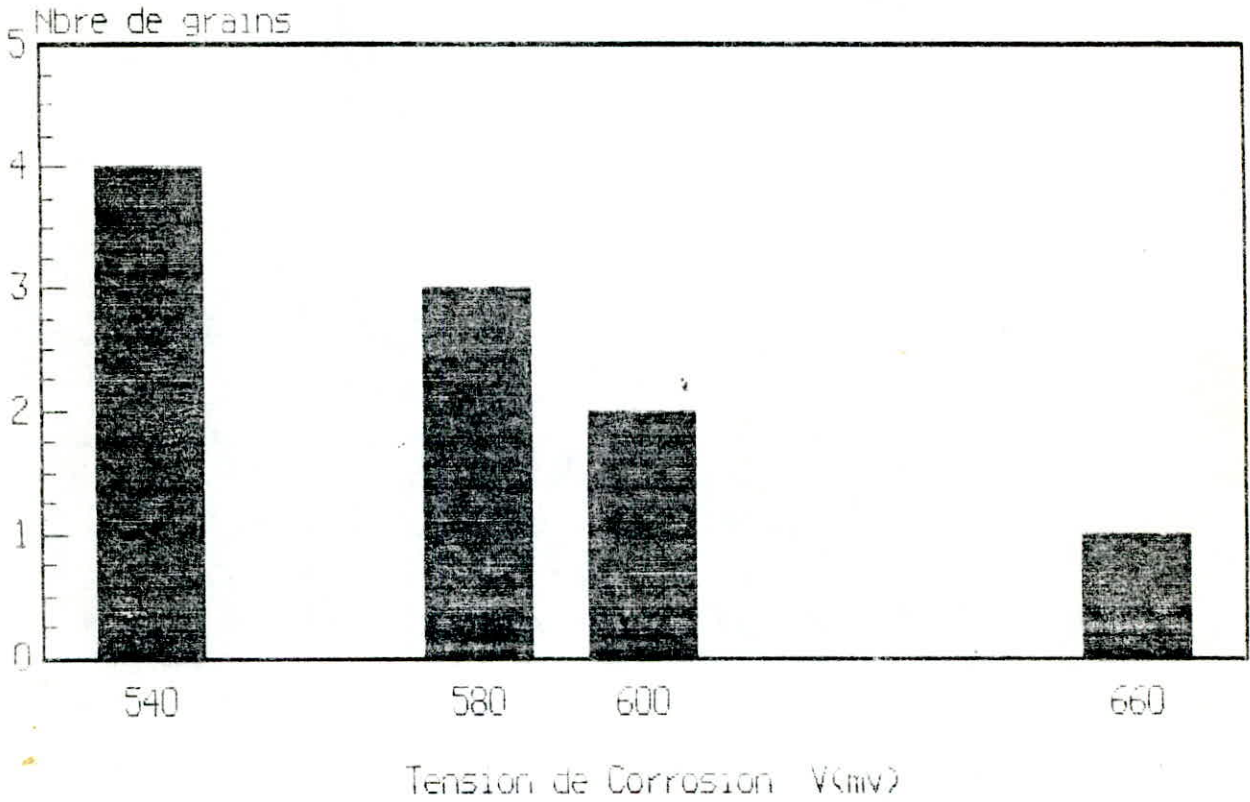


Fig 28 Essais de corrosion
dans un milieu acide à 0.002% HCl



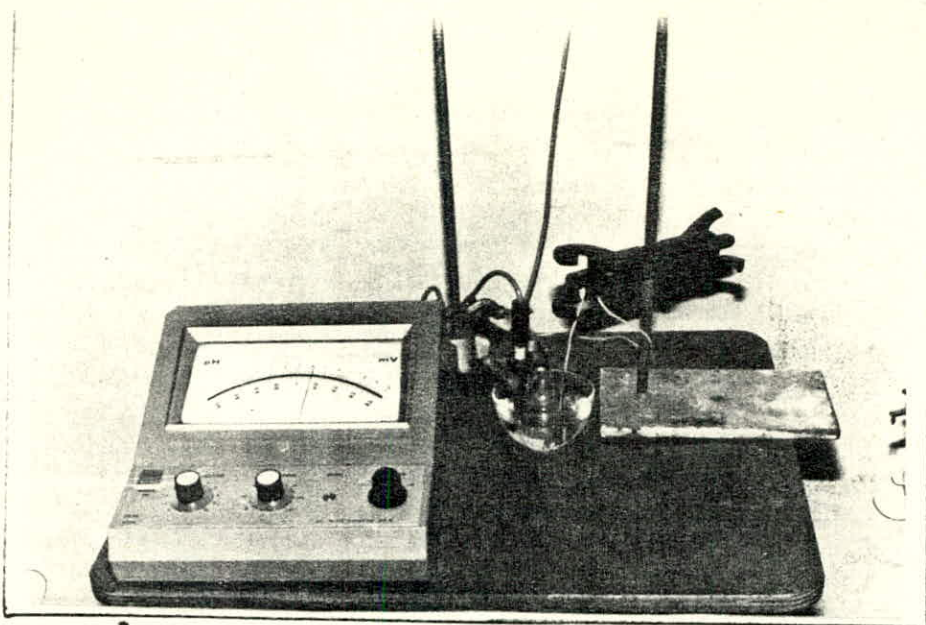


Fig17: Montage utilisé au cours
des tests corrosifs

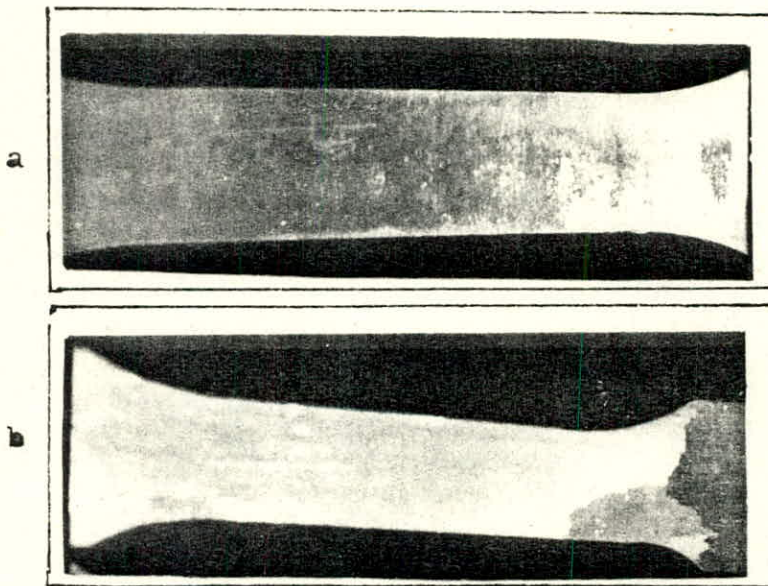


Fig18: Monocristaux dont l'état de surface est
a) imparfait b) plus ou moins parfait

Les essais de corrosion dans deux milieux; l'un acide l'autre salé à 5% de NaCl sur des échantillons monocristallins et polycristallins constituent un test efficace de l'influence de joints et l'état de surface sur la résistance à la corrosion.

Les valeurs des tableaux 7 et 8 ont été déterminées à partir de la lecture directe sur le millivoltmètre après immersion de l'échantillon, et un séjour de 15mn dans la solution (fig:17).

Ainsi, on constate qu'avec l'augmentation du nombre de grains la tension de corrosion diminue autrement dit l'aptitude à la corrosion augmente, on remarque également que la tension de corrosion est très sensible à l'état de surface, soit qu'elle est parfaite en présentant une surface saine, dans ce cas la tension augmente avec la diminution du nombre de grains, ou diminue lorsque la surface est imparfaite (fig:18).

La diminution de la tension en fonction de l'augmentation du nombre de grains (fig:26,28) s'explique par le fait que le joint - grain jouent le rôle de micropiles, ce qui altère les propriétés du matériau.

F I G U R E S

F I G U R E S

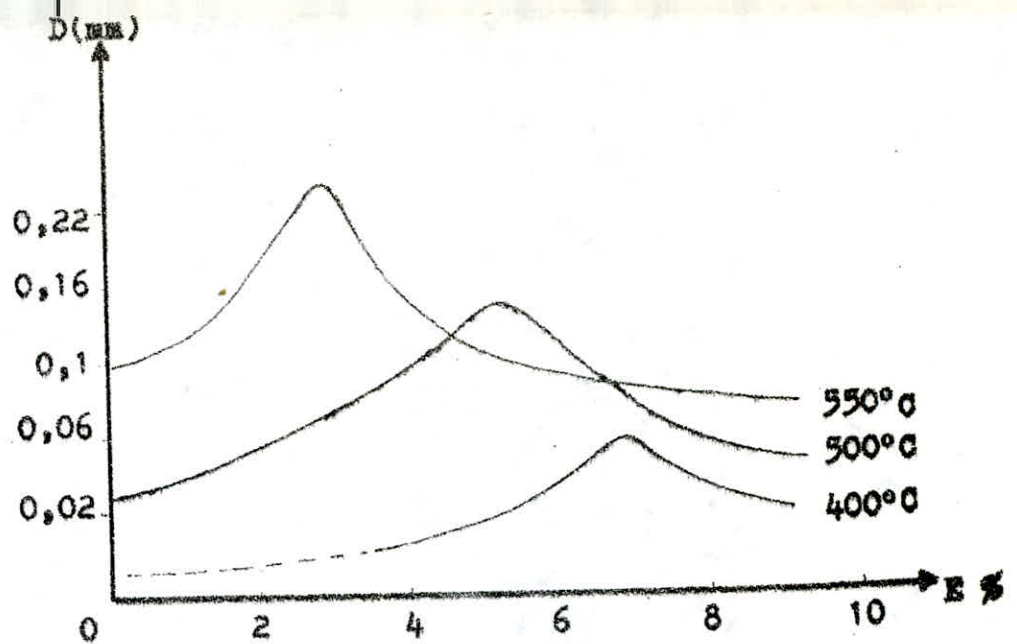


Fig36: Influence du degré de déformation et la température sur la taille des grains après recristallisation
(d'après GORELIK p:230)

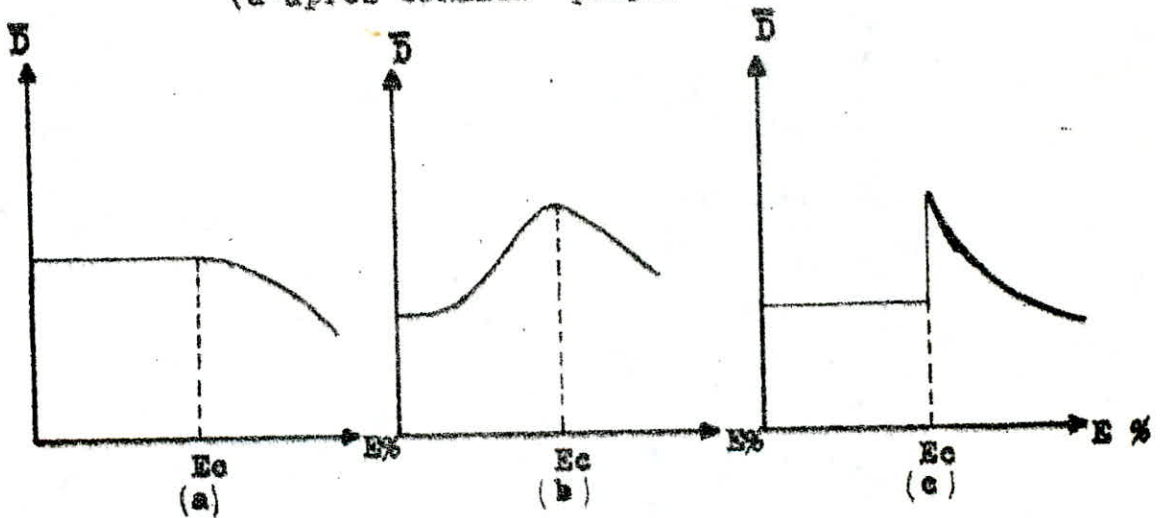


Fig37: Variation de la taille du grain au cours de la recristallisation après déformation critique

a: pour monocristal b,c: pour un polycristal
(d'après GORELIK p:231)

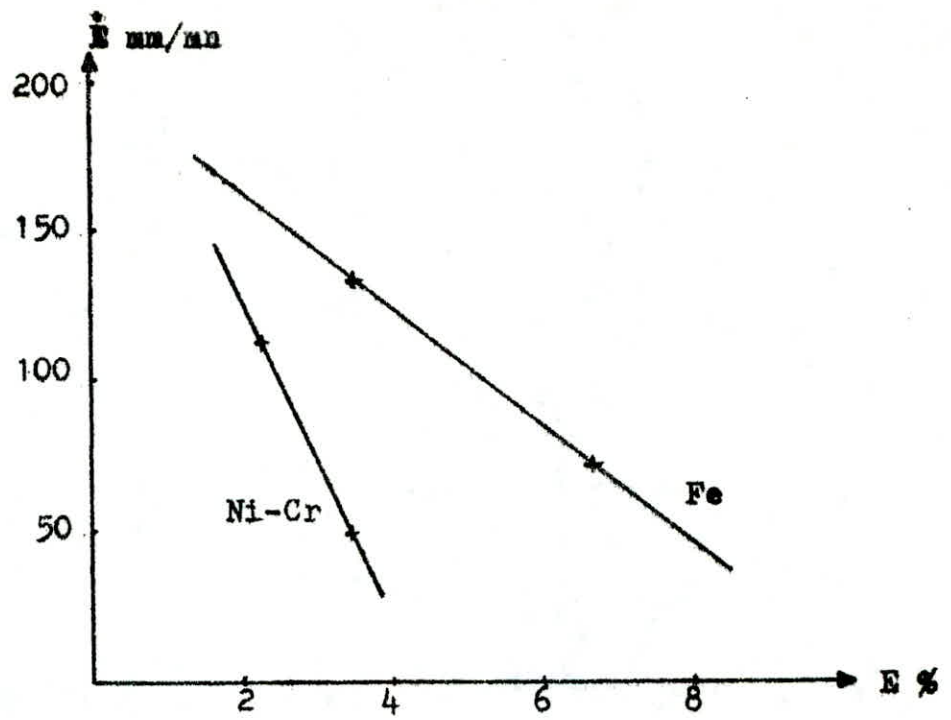


Fig38: Influence de la vitesse de deformation sur la deformation critique

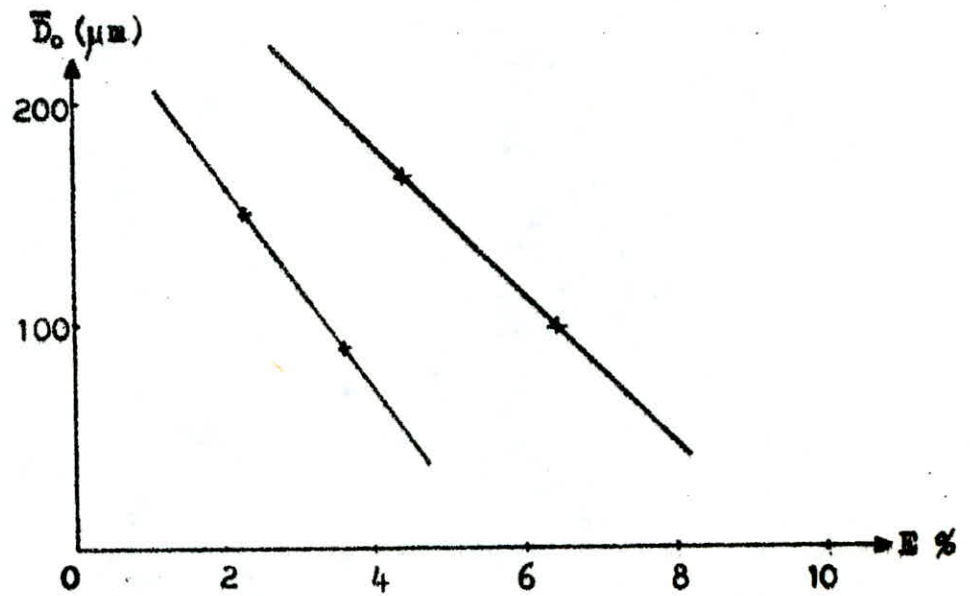


Fig39: Influence du diamètre initial des grains sur la deformation critique

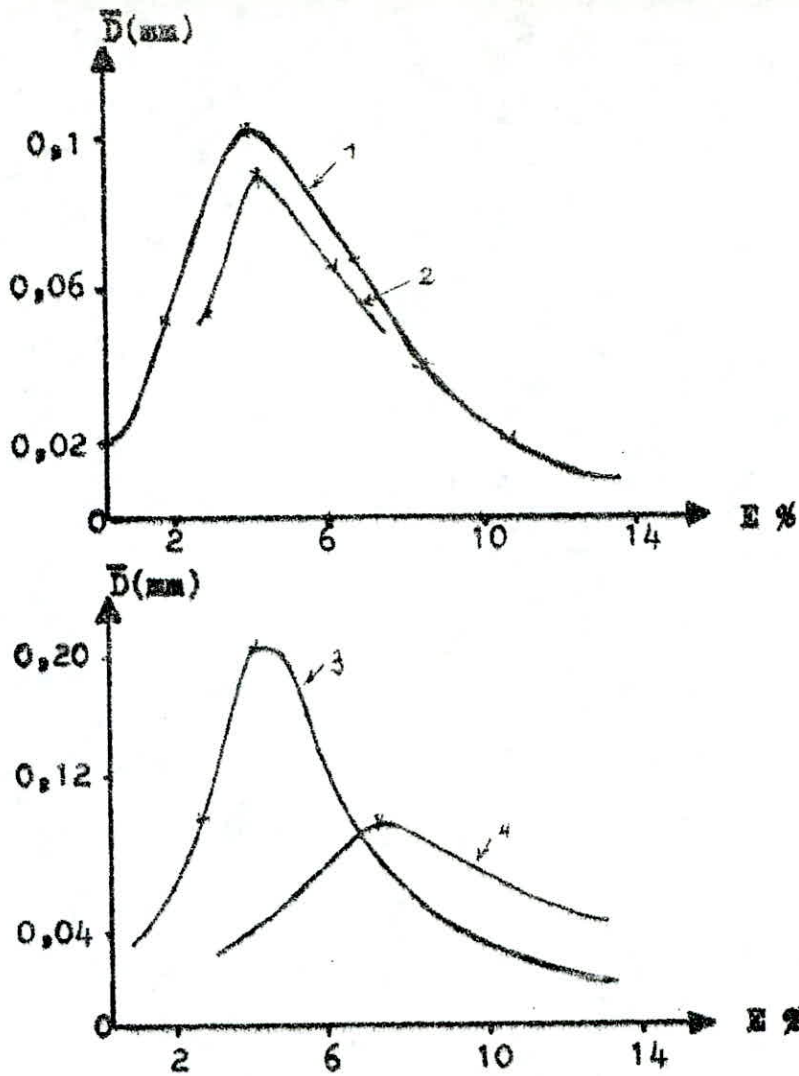


Fig40: Influence d'une restauration de 30' sur la deformation critique et croissance de grains

1- 500 °C 2- 300 °C + 500 °C 3- 550 °C
 4- 400 °C + 550 °C

ooooo CONCLUSION ooooo

Au thème de cette étude, nous tenons à remarquer que la recristallisation après déformation critique est parmi les méthodes usuelles qui nous permet d'élaborer de lingots monocristallins.

Selon le type du four, impuretés se trouvant dans le matériau, l'état morphologique du lingot monocristallin élaboré est parfait ou imparfait.

Ainsi dans nos expériences, on a obtenu les deux états, d'autre part ce que nous devons comprendre de façon détaillée est les facteurs et mécanismes qui empêchent la croissance d'un cristal unique.

Il serait souhaitable d'approfondir cette étude en mettant en évidence d'autres méthodes qui sont plus efficaces et pratiques telles que les transformations Liquide - Solide qui présentent l'avantage de préparer des monocristaux en superalliages, de semi-conducteurs et de métaux réfractaires à l'échelle industrielle.

Notre étude aurait été plus enrichie et plus bénéfique si on a utilisé durant nos expériences un four à gradient de température.

Nous sommes convaincus qu'une étude plus détaillée apportera considérablement des améliorations scientifiques et industrielles.

nnexes

ANNEXE I

ETUDE ANALYTIQUE DE L'EPROUVETTE TRAPEZOIDALE

1-DIMENSIONS DE L'EPROUVETTE

l'ecrouissage critique de l'Aluminium à 0.5% d'impuretés est certainement compris entre 10% & 1% .

ces valeurs d'allongement permanent peuvent nous fixer approximativement la valeur de l'effort qui assure la dégradation nécessaire de la taille des grains.

1.1- CALCUL DE LA SURFACE S(X) :

De la Figure ci-dessus on tire :

$S(X) = 2y.e$ e : épaisseur de l'éprouvette

avec la variable $y = a/2 + X \cdot \operatorname{tg} \alpha$ et $\operatorname{tg} \alpha = (b-a)/2.l$

donc $S(X) = a.e + (b-a/l).X.e$

α : angle d'usinage (pas)

comme la contrainte est reliée à l'effort par la relation

$\sigma = F/S$ alors pour notre éprouvette la

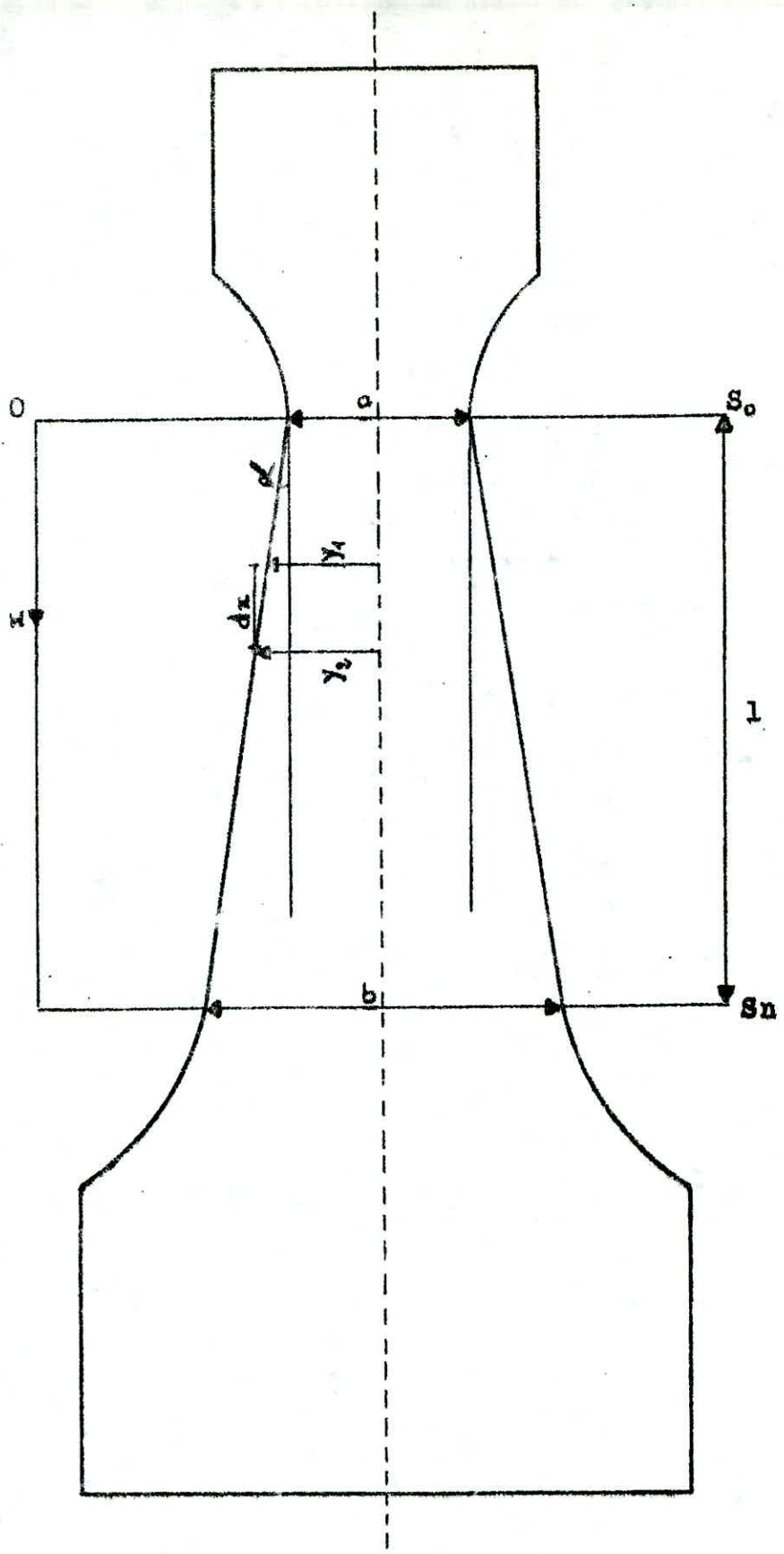
contrainte varie également avec la longueur active

suivant la relation :

$$\sigma(X) = F / (a.e + (b-a/l).X.e)$$

de cette formule

... on peut définir ce que l'on veut suivant les conditions expérimentales, ainsi dans nos essais on a



besoin de connaître l'écrouissage critique et l'influence des cycles thermiques utilisés sur la croissance de grains.

1.2-CALCUL DES PARAMETRES a,b,l DE L'EPROUVETTE TRAPEZOIDALE

- La section la plus faible doit être: 10% d'allongement
puisque:

$$s = a \cdot e$$

et en se referant à la relation empirique precedente

$$\sigma = 2,57 + 10 \cdot E^{0,40} \text{ et } E = \ln(1 + A)$$

ainsi dans le cas de notre etude alors :

$$E = \ln(1 + 0,1) = \ln(1,1) = 0,095$$

$$\sigma_{\max} = 6,475 \text{ daN/mm}^2$$

* si la tôle d'épaisseur 1mm et l'effort à appliquer avec une bonne précision est de 100daN, alors :

$$S = F/\sigma_{\max} \text{ d'où } S = 15,44\text{mm}^2$$

$a = 15,44\text{mm}$

- La section la plus grande doit être à 1% d'allongement
alors :

$$E = \ln(1 + 0,01) = 0,0095$$

$$\sigma_{\min} = 4,15 \text{ daN/mm}$$

$$S = b \cdot e = F / \sigma_{\text{min}}$$

$$S = 24,08 \text{ mm}^2 \text{ d'où}$$

$$b = 24,08 \text{ mm}$$

3- Longueur active (calibrée)

Elle est en relation directe avec l'angle d'usinage

$$\text{tg} \alpha = \frac{b - a}{2l}$$

pour $\alpha = 2,5^\circ$ (manipuler avec précision)

$$l = 10 \text{ cm}$$

Ainsi dans le cas de nos expériences, les paramètres de l'éprouvette

$$a = 1,5 \text{ cm}$$

$$b = 3 \text{ cm}$$

$$l = 10 \text{ cm}$$

ANNEXE 2

Comme notre étude s'intéresse à un phénomène complexe, nous avons essayé d'exploiter les résultats en introduisant dans le déroulement de notre travail des programmes informatiques facilitant le calcul statistique des données introduites dans la moyenne est calculée à partir de:

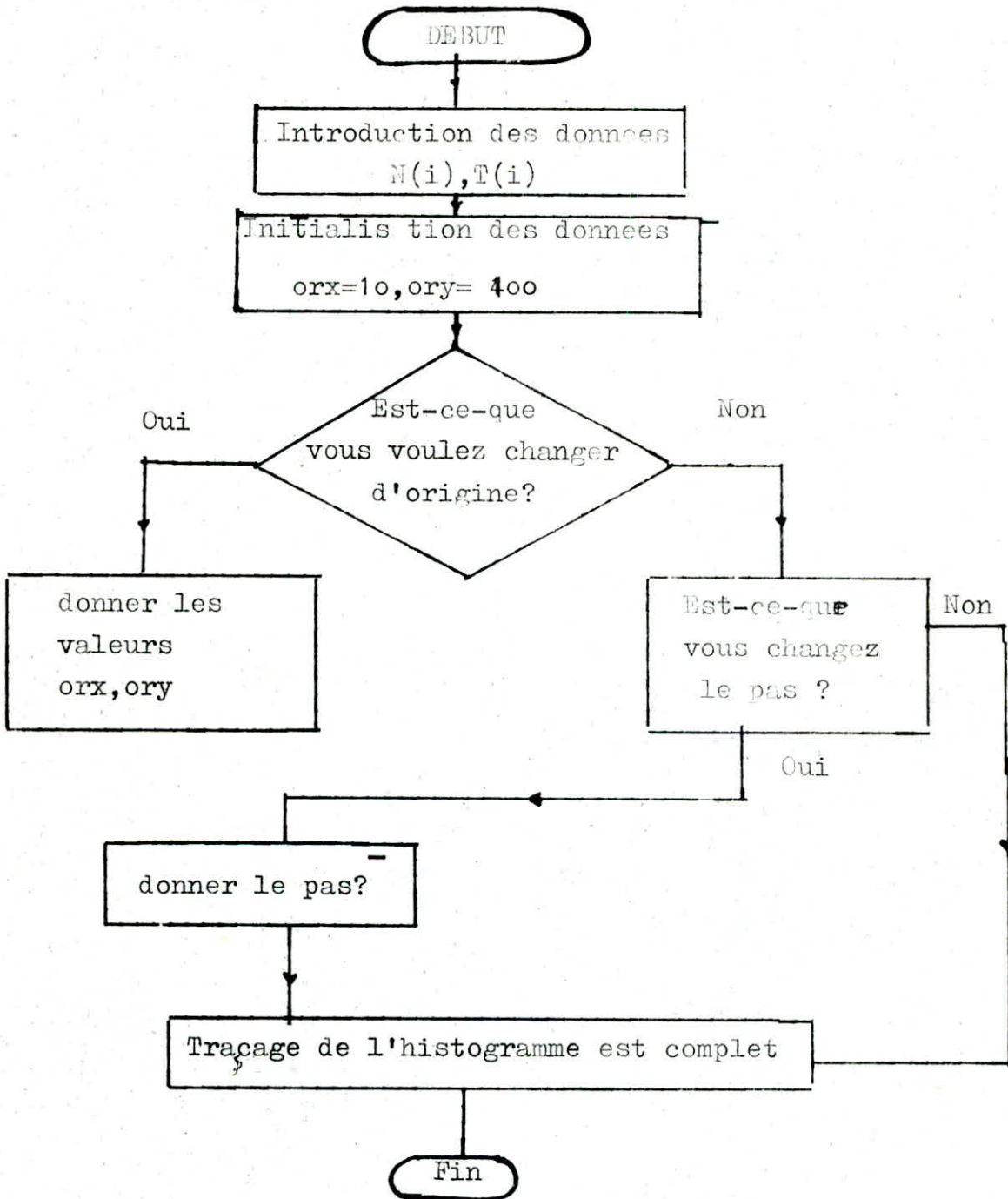
$$\bar{X} = \frac{\sum_i X_i \cdot F_i}{N}$$

ou X_i et F_i constituent la distribution de fréquence.

Le pas grâce à l'efficacité du programme est contrôlable par ordinateur.

En même temps, on a utilisé de logiciels pour le tracé des graphes .

ORGANIGRAMME ET PROGRAMME



```

10 REM *****
20 REM          TRAÇAGE DES HISTOGRAMMES
30 REM *****
40 SCREEN 2:CLS:KEY OFF
50 PRINT "DONNER LES FRACTIONS RECRISTALISEES "
60 FOR I=1 TO 10
70 PRINT "F(";I;")=";:INPUT F(I)
80 NEXT I
90 PRINT "DONNER LES TEMPS "
100 FOR I=1 TO 10
110 PRINT "N(";I;")=";:INPUT N(I)
120 NEXT I
130 ORX = 10:ORY=190
140 REM *****
150 REM          tester les donnees
160 REM*****
170 PRINT " EST CE QUE VOUS VOULEZ CHANGER LES COORDONNEES DE L'ORIGINE";
180 PRINT " OUI/NON";:INPUT REPONSE$
190 IF REPONSE$ ="NON" THEN 240
200 PRINT " DONNER LES COORDONNEES DE L'ORIGINE DES AXES "
210 PRINT " L'ABSCISSE 10 <= X0 <= 500 ";:INPUT ORX
220 PRINT " L'ORDONNEE 50 <= Y0 <= 190 ";:INPUT ORY
230 CLS
240 LINE (ORX,ORY)-(ORX+600,ORY)
250 LINE (ORX,ORY)-(ORX,ORY-170)
260 PAS = 7
270 PRINT "EST CE QUE VOUS VOULEZ CHANGER LE PAS"
280 PRINT"OUI/NON";:INPUT REPONSE
290 IF REPONSE$="NON" THEN 320
300 PRINT "donner le pas"
310 PRINT" LE PAS 2 <= P <= 30 ";:INPUT PAS
320 CLS
330 FOR I = 1 TO 10
340 FT(I)= F(I)*2*PAS+ORX
350 T(I) = ORY - F(I)
360 LINE (FT(I)-PAS,T(I))-(FT(I)-PAS,ORY)
370 LINE (FT(I)+PAS,T(I))-(FT(I)+PAS,ORY)
380 LINE (FT(I)-PAS,T(I))-(FT(I)+PAS,T(I))
390 NEXT I
400 LINE (ORX,ORY)-(ORX+600,ORY)
500 END

```

ANNEXE 3

A- JOINT DE FAIBLE DESORIENTATION

Decrit en terme de famille de dislocation coin "⊥"



$$\sin \theta / 2 = b / 2d$$

θ faible donc à la limite

$$(r_0 = 2b)$$

$$d/2 > 2b$$

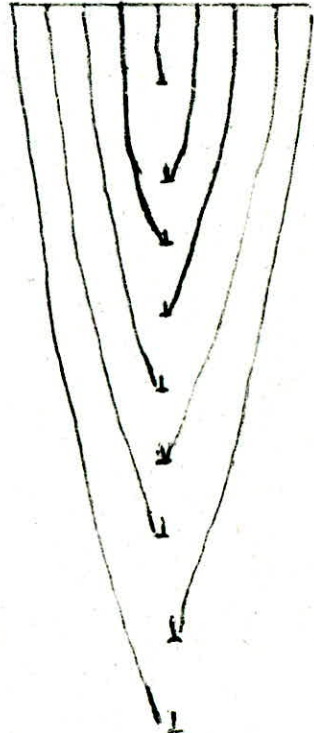
$$b/d \leq 1/4$$

$$2 \sin \theta / 2 \leq b/d$$

$$\text{donc } 2 \sin \theta / 2 \leq 1/4$$

$$\sin \theta / 2 \leq 1/8$$

$$\text{d'où } \theta \leq 14^\circ$$



B-TENSEUR DE DEFORMATION

Lors de la traction, la fragmentation des grains se fait de façon anisotrope, un allongement dans la direction de l'effort et sa contraction dans les directions perpendiculaires.

Le volume de l'échantillon ne varie pas au cours de la déformation uniaxiale

$$\frac{\Delta V}{V} = 0 \quad \text{et comme } V = L \cdot l \cdot e$$

$$\text{alors } \frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta l}{l} + \frac{\Delta e}{e}$$

$$\text{la déformation uniaxiale } E_{11} = \frac{\Delta L}{L}, \quad E_{22} = \frac{\Delta l}{l} \quad \text{et } E_{33} = \frac{\Delta e}{e}$$

Le coefficient de poisson est le rapport

$$\nu = - \frac{E_{22}}{E_{11}} \quad \text{à la limite } \nu = - \frac{E_{33}}{E_{11}}$$

$$\text{car } \frac{\Delta V}{V} = 0 = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta l}{l} + \frac{\Delta e}{e}$$

$$1 - 2\nu = 0, \quad \nu = 0,5$$

$$\text{d'où: } \bar{\bar{E}} = E_1 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -0,5 & 0 \\ 0 & 0 & -0,5 \end{bmatrix}$$

mais le calcul du coefficient de poisson dans notre cas $\nu = 0,30$, ce qui affirme que la contraction n'est pas homogène, malgré les conditions sévères dans lesquelles les échantillons ont été préparés.

ibliographie

- (1) C.S. BARETT STRUCTURE DES METAUX
- (2) SUCHY LES MONOCRISTAUX
- (3) GORELIK RECRYSTALLIZATION IN METALS AND ALLOYS (1978)
- (4) TECHNIQUES DE L'INGENIEUR M443 (1982)
- (5) PECHINNY L'ALUMINIUM TOME I
- (6) ALTENPHOL UN REGARD A L'INTERIEUR DE L'ALUMINIUM (1975)
- (7) J. BERNARD J. PHILIBERT LA METALLURGIE GENERALE .
- (8) C. CHAUSSIN G. HILLY (1974)
- (9) FAURE . METHODES PHYSIQUES . D'ANALYSE ET PROPRIETES DES METAUX (1974)
- (10) R. BOUTIN INFLUENCE DES IMPURETES SUR LA RECRYSTALLISATION DE L'ALUMINIUM (1975)
- (11) P. COULOMB . LES TEXTURES DANS LES METAUX CUBIQUES
- (12) ODIMITROV LA MIGRATION DES JOINTS DE GRAINS COLLOQUE- INT (1975)
- (13) LIES GOU MIRI . ETUDES DES PROPRIETES DE SURFACE (1985)
- (14) P. MAJOLIN RECRYSTALLISATION ET TEXTURE

