

8/91

REX

وزارة الجامعات
Ministère aux Universitaires

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT

METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

**CARACTERISATION
METALLOGRAPHIQUE DES
ALLIAGES MONETAIRES
Cu-Ni 75-25
ET
ACIER INOX FERRITIQUE
Z8C17**

Proposé par :

La Banque d'Algérie

Etudié par :

LOKMANE Samir

Dirigé par :

Mr. ABADLI Kamel

PROMOTION

- JUIN 1991 -

وزارة الجامعات
Ministère aux Universitaires

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT

METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

**CARACTERISATION
METALLOGRAPHIQUE DES
ALLIAGES MONETAIRES
Cu-Ni 75-25
ET
ACIER INOX FERRITIQUE
Z8C17**

Proposé par :

la Banque d'Algérie

Etudié par :

LOKMANE Samir

Dirigé par :

Mr. ABADLI Kamel

PROMOTION

* JUIN 1991 *

**** DEDICACES ****

=====

Je dédie ce modeste travail :

- à mes chers parents ,
- à mes soeurs et à mon frère ,
- et à tous mes amis .

=====

**** REMERCIEMENTS ****

=====
Que Monsieur K.ABADLI , professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique , qui a assuré la direction de ce projet , trouve ici l'expression de ma profonde gratitude .

J'exprime mes vifs remerciements à tous les enseignants du département de Métallurgie , et à tous ceux qui ont contribué à ma formation .

Je remercie Monsieur SEBIHI de la Banque d'Algérie pour sa précieuse aide .

Enfin , je ne peut manquer de remercier sincèrement et chaleureusement tous ceux qui m'ont aidé à préparer ce mémoire , particulièrement MANSERI Omar qui m'a aidé dans le traitement de texte , ainsi que HOCINE Ahmed qui n'a pas hésité à mettre à notre disposition son micro-ordinateur .

=====
.....

INTRODUCTION

CHAPITRE I : APERCU SUR LA FABRICATION DE LA MONNAIE

INTRODUCTION.....7

I-1:ETAPES DU PROCESSUS DE FABRICATION.....1

I-2:OUTILLAGE DE FRAPPE3

I-3:DIFFERENTS MATERIAUX DE MONNAYAGE.....3

I-4:COMPARAISON DES PROPRIETES DES ACIERS INOX
ET DES CUPRO-NICKEL POUR LA FRAPPE DE MONNAIE5

CHAPITRE II : METALLOGRAPHIE DES ALLIAGES Cu-Ni

INTRODUCTION7

II-1:LES SOLUTIONS SOLIDES DE SUBSTITUTION
A SOLUBILITE ILLIMITEE7

II-1-1/STRUCTURE DES SOLUTIONS SOLIDES7

II-1-2/REGLES DE HUME-ROTHERY.....7

II-1-3/STRUCTURE MICROGRAPHIQUE.....10

II-2:LE SYSTEME Cu-Ni.....10

II-2-1/LE CUIVRE.....10

II-2-2/LE NICKEL.....10

II-2-3/LES CUPRO-NICKEL.....10

II-2-4/LE DIAGRAMME D'EQUILIBRE Cu-Ni.....10

II-2-5/VARIATION DU PARAMETRE DE LA
MAILLE EN FONCTION DE LA TENEUR EN Ni.....13

II-2-6/TRANSFORMATION MAGNETIQUE
DANS LE SYSTEME Cu-Ni.....14

II-2-7/INFLUENCE DE LA TENEUR EN Ni
LES PROPRIETES DES ALLIAGES Cu-Ni.....17

**CHAPITRE III : CARACTERISTIQUES DE L'ACIER INOXYDABLE
FERRITIQUE Z8C17**

INTRODUCTION17

III-1:EFFETS DU CARBONE.....17

III-2:EFFETS DU CHROME.....18

III-3:DIAGRAMME D'EQUILIBRE FERRITIQUE CHROME19

III-4:STRUCTURE DE L'ACIER Z8C1720

III-5:TRAITEMENTS THERMIQUES	21
III-6:DIAGRAMMES TTT DE L'ACIER INOX A 17% Cr	22
III-7:COMPORTEMENT MECANIQUE.....	24

**CHAPITRE IV : RECUIT DE RECRISTALLISATION
 DES METAUX CUBIQUES**

INTRODUCTION	25
IV-1:ETAT ECRUI.....	25
IV-1-1/MODIFICATIONS STRUCTURALES.....	26
IV-1-2/PROPRIETES MECANIQUES DE L'ETAT ECRUI.....	27
IV-2:TRAITEMENT DE RECUIT.....	27
IV-3:MECANISMES FONDAMENTAUX DU RECUIT.....	27
IV-3-1/RESTAURATION.....	28
IV-3-2/RECRISTALLISATION PRIMAIRE.....	32
IV-3-3/GROSSISSEMENT DU GRAIN.....	36
IV-3-4/RECRISTALLISATION SECONDAIRE.....	39
IV-3-5/MACLES DE CROISSANCE	39
IV-3-6/RELATION ENTRE LE TAUX DE DEFORMATION, LA T° DE RECRISTALLISATION ET LA TAILLE MOY. DES GRAINS.....	39
IV-4:INFLUENCE DU RECUIT SUR LES PROPRIETES.....	40
IV-4-1/PROPRIETES MECANIQUES.....	40
IV-4-2/PROPRIETES PHYSIQUES.....	41
IV-4-3/PROPRIETES CHIMIQUES.....	42

**CHAPITRE V : MATERIAUX ETUDIES ET TECHNIQUES
 EXPERIMENTALES**

V-1:MATERIAUX ETUDIES.....	43
V-1-1/ALLIAGE Cu-Ni.....	44
V-1-2/ACIER INOXYDABLE FERRITIQUE.....	45
V-2:TECHNIQUES EXPERIMENTALES	49
V-2-1/TRAITEMENTS THERMIQUES.....	48
V-2-2/PREPARATION DES ECHANTILLONS METALLURGIQUES.....	48
V-2-3/ATTAQUE CHIMIQUE.....	48
V-2-4/MICROSCOPIE OPTIQUE.....	49
V-2-5/MESURE DE DENSITE.....	49
V-2-6/ANALYSES RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES.....	50
V-2-7/MESURE DE MICRODURETE.....	50
V-2-8/MESURE DE DURETE.....	50
V-2-9/DETERMINATION DE LA TAILLE DES GRAINS.....	50

CHAPITRE VI : RESULTATS EXPERIMENTAUX

VI-1: COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE Cu-Ni AU COURS DU RECUIT.....	52
VI-1-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE.....	53
VI-1-2/ EVOLUTION DE LA MICRO-DURETE.....	55
VI-1-3/ EVOLUTION DE LA DURETE.....	55
VI-2: COMPORTEMENT DE L'ACIER	
INOX FERRITIQUE AU COURS DU RECUIT.....	57
VI-2-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE.....	57
VI-1-2/ EVOLUTION DE LA MICRO-DURETE.....	58
VI-1-3/ EVOLUTION DE LA DURETE.....	58

CHAPITRE VII : INTERPRETATIONS

VII-1: COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE Cu-Ni AU COURS DU RECUIT.....	60
VII-1-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE.....	60
VII-1-2/ EVOLUTION DE LA DURETE.....	60
VII-1-3/ PROPOSITION D'UN TRAITEMENT DE RECUIT.....	61
VII-2: COMPORTEMENT DE L'ACIER	
INOX FERRITIQUE AU COURS DU RECUIT.....	62
VII-2-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE.....	62
VII-1-2/ EVOLUTION DE LA DURETE.....	63
VII-1-3/ PROPOSITION D'UN TRAITEMENT DE RECUIT.....	64
VII-3: ETUDE COMPARATIVE.....	65

CONCLUSION

ANNEXE

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'Algérie , dans le cadre de la politique de la préservation de la souveraineté , et pour des considérations d'ordre économiques , a mis en place une structure chargée de la fabrication de la monnaie sous la forme de billets et de pièces métalliques .

Cette structure est la Banque d'Algérie .

Le stade de maîtrise de la technologie de frappe de monnaie est bien franchi , mais la totalité des matériaux servant à la fabrication de la monnaie et dénommés " alliages monétaires " sont importés à l'état de flans .

Les responsables de cette institution s'intéressent maintenant au problème de fabrication de la monnaie à partir de matériaux disponibles , ou pouvant être mis en oeuvre en Algérie .

Parmi les matériaux monétaires , l'alliage Cu-Ni contenant 25% de nickel et servant à la fabrication de la pièce de 1 Dinar . Le choix de cet alliage est justifié par ses qualités métallurgiques , physiques et chimiques .

Un autre alliage , l'acier inoxydable ferritique nuance normalisé 430 selon la norme américaine ASTM , et Z8C17 selon la norme française AFNOR revêt beaucoup d'intérêt surtout qu'il est déjà utilisé comme alliage monétaire dans beaucoup de pays .

Il peut remplacer l'alliage Cu-Ni. Cette substitution est favorisée par des considérations économiques de coût , de disponibilité et de stabilité du prix , en plus des caractéristiques remarquables de l'acier inox ferritique Z8C17 .

Les objectifs visés par ce projet sont :

- la caractérisation des alliages Cu-Ni et Z8017 ,
- l'étude du comportement au cours du traitement de recuit ,
- proposition de traitements thermiques de recuit .

Les travaux effectués sont présentés dans ce mémoire .

Nous avons consacré les quatre premiers chapitres à l'étude bibliographique sur les alliages suscités et à la recristallisation , en plus d'un petit chapitre dans lequel on expose succinctement la technologie de fabrication de la monnaie .

Dans le chapitre V , nous présentons les caractéristiques des métaux et les techniques expérimentales utilisées .

Enfin , Les résultats expérimentaux ainsi que les interprétations sont exposés dans le chapitre VI et VII.

CHAPITRE I

**APERCU SUR L'INDUSTRIE
MONNETAIRE**

CHAPITRE I

APERCU SUR LA FABRICATION DE LA MONNAIE

INTRODUCTION

L'industrie monétaire est une industrie très florissante de part le monde , et elle l'est encore plus depuis que l'inflation sévit dans beaucoup de pays ; ce qui a fait augmenter la masse monétaire mise sur le marché .

Le processus de fabrication de la monnaie est assez simple , mais les normes appliquées à cette industrie sont très strictes , ce qui rend les opérations de fabrication très délicate et demande pour cela une grande maîtrise technique .

I-1 : ETAPES DU PROCESSUS DE FABRICATION

Pour garantir une protection contre les contrefaçons et un bon fonctionnement des machines de frappes , des exigences très sévères sont imposées pour la précision et la qualité des pièces brutes ; et cela demande une grande maîtrise et un suivi continu du processus de fabrication .

La fabrication de monnaie comprend les étapes suivantes :

- Elaboration de l'alliage par fonderie : La fusion des matières premières se fait dans des fours à induction , puis elles sont coulées en lames ou en lingots .

- Laminage : Les lames et les lingots subissent un laminage à chaud puis à froid , ou entièrement à froid jusqu'à atteindre l'épaisseur des flans . Les écarts de poids des pièces découpées dépendent essentiellement de la dispersion de l'épaisseur du

feuillard utilisé. Ainsi, lors du laminage final des feuilles dans lesquelles seront découpées des pièces, il faut non seulement maintenir une dispersion faible mais aussi exercer constamment une action correctrice pour atteindre la valeur nominale.

- Découpage : Les flans sont découpés sur les lames à l'aide de presses équipées d'outillage de coupe (matrices, poinçons ou lunettes).

- Coordonnage : Après le découpage des pièces brutes dans les presses, on procède à une opération de repoussage du bord qui provoque la formation d'un coordonnage, le diamètre et le profil du coordonnage sont adaptés exactement aux outils de frappe qui interviendront ultérieurement. Cette opération s'effectue par roulage des flans entre deux outils rectilignes et parallèles ou entre un tambour tournant et un coussinet fixe.

- Recuit : Pour permettre la frappe, on fait subir ensuite aux pièces un traitement de recuit destiné à leur conférer une dureté uniformément faible.

Le recuit s'effectue sous atmosphère contrôlée constituée par un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène, et cela pour éviter l'oxydation des flans à haute température.

- Traitement de surface : Les pièces traitées sont ensuite soumises à un traitement de surface appliqué en quatre étapes :

- 1/ Nettoyage par lavage (éventuellement un décapage)
- 2/ Polissage humide
- 3/ Application de produits lubrifiants et de conservation
- 4/ Séchage et polissage à sec

- Frappe : Après ce traitement , les pièces sont prêtes pour la frappe ; celle-ci est effectuée sur des presses automatiques atteignant 750 frappes par minute .

I-2 : OUTILLAGE DE FRAPPE

L'outillage se compose de deux coins et d'une virole . Les coins en acier trempé présente en creux ou en avers les reliefs que doivent présenter la face et le revers de la pièce . La virole est un instruments de forme annulaire en acier trempé alésé au diamètre de la pièce à obtenir , et dont l'alésage est lisse ou cannelé suivant que la tranche de la pièce doit être lisse ou cannelée .

Les coins sont décoletés de façon à s'engager dans la virole de telle sorte que le flan placé dans la virole entre les deux coins , subit un moulage à l'état solide , qui le façonne entièrement .

I-3 : DIFFERENTS MATERIAUX DE MONNAYAGE

Malgré le vif intérêt que suscite le progrès , les modifications intervenant dans le domaine des monnaies revêtent un caractère très conservateur .

La frappe de monnaie repose actuellement sur l'emploi de métaux ordinaires , principalement le cuivre , le nickel , le fer et l'aluminium ; le cuivre étant utilisé essentiellement sous forme d'alliage .

Le nickel est le métal de monnayage le plus noble parmi les métaux ordinaires , sa couleur blanche à fleur , sa brillance

caractéristique après frappe et sa résistance à l'usure restent inégaux, mais son coût est très élevé. Les cupro-nickels dont l'alliage standard comporte 75% de cuivre et 25% de nickel coûtent moins chers, la résistance à l'usure et la résistance à la corrosion sont certes inférieures à celles du nickel, mais cependant tout à fait suffisantes.

D'autres alliages sont utilisés avec différentes compositions, en essayant toujours d'optimiser le prix de revient des pièces et de leurs propriétés.

Parmi les alliages utilisés pour la fabrication de monnaies, on citera :

- Les Mallechorts (Cu:60-70% , Ni:5.5-25% , Zn:10-25%)
- Les Tombaks (Cu:60-95% , Zn:5-40% , Ni:0-17%)
- Les Bronzes à monnaie (Cu:95-97% , Zn:1-3% , Sn:0.5-2%)
- Les Cupro-aluminiums avec des additions de nickel (Cu:88-92% , Al:2-8% , Ni:2-5%)
- Les alliages à base d'aluminium utilisés surtout pour les pièces de monnaie de faible valeur (Al:95-99% , Mg:1-5%)
- Les aciers inox qui ont vu leur utilisation se répandre considérablement.

Les différentes nuances utilisées sont : les aciers ferritiques Z7C13, Z8C17 ; et l'acier austénitique Z5CN18 9.

Une autre manière de fabriquer les pièces de monnaie est l'utilisation de fer non allié à placage métallique, le revêtement métallique représentant entre 5% et 17% de l'épaisseur totale de la pièce.

Parmi ces métaux stratifiés , on a :

- Acier plaqué cuivre -----> Cu / Fe / Cu
- Acier plaqué laiton -----> CuZn / Fe / CuZn
- Acier plaqué Cu-Ni -----> CuNi / Fe / CuNi
- Acier plaqué nickel -----> Ni / Fe / Ni

L'acier ayant , dans ce cas , une teneur en carbone n'excédant pas 0.1% .

En ALGERIE , les pièces de monnaie sont fabriquées en différents matériaux , ainsi :

- les pièces de 5 et 10 centimes sont en Al-Mg 95-5 .
- les pièces de 20 et 50 centimes sont en Cu-Zn-Ni 79-20-1 .
- la pièce de 1 Dinar est en Cu-Ni 75-25 .
- la pièce de 5 Dinars est en nickel pur .
- la pièce de 10 Dinars est en Cu-Al-Ni 92-6-2 .

I-4: COMPARAISON DES PROPRIETES DES ACIERS INOX ET DES CUPRO-NICKEL POUR LA FRAPPE DE MONNAIE

En général , pour sélectionner un matériau pour la frappe de monnaie , on tient compte des critères suivants :

- le coût de l'alliage avec lequel on fabrique la pièce et le de fluctuation des prix des métaux qui le composent ;
- la disponibilité du matériau ;
- les propriétés de l'alliage et son adéquation à la frappe de monnaie , à savoir son apparence, sa malliabilité et sa résistance à l'usure et la corrosion .

En ce qui concerne le dernier critère , le cupro-nickel l'emporte

largement car cet alliage a été depuis toujours l'un des meilleurs matériaux pour la frappe des monnaies et cela grâce à sa résistance à l'usure et à la corrosion, son reflet blanc et surtout à sa bonne déformabilité et une dureté uniformément faible après recuit, ce qui permet des motifs profonds en assurant une bonne durée de vie du coin.

Pour ce qui est des deux premiers critères la balance penche nettement du côté de l'acier inoxydable, car en ce qui concerne la disponibilité, les sources d'approvisionnement sont nombreuses dans le monde. Certains pays du tiers monde comme le Mexique, le Brésil et l'Inde fabriquent ces aciers et les commercialisent. Mais le plus important est que ce matériau n'est en fait qu'un acier fortement allié au chrome, et l'Algérie qui possède déjà une industrie sidérurgique peut espérer élaborer ces aciers dans l'avenir, qui seront d'ailleurs utilisés dans beaucoup d'autres secteurs de l'industrie et de ce fait le prix de revient des pièces de monnaie sera beaucoup plus bas surtout que la fluctuation importante des prix des métaux comme le cuivre et nickel affecte beaucoup leur (le) prix de revient arrivant même à dépasser sa valeur nominale.

CHAPITRE II
METALLOGRAPHIE DES ALLIAGES
CUIVRE-NICKEL

CHAPITRE II

METALLOGRAPHIE DES ALLIAGES

CUIVRE - NICKEL

INTRODUCTION

Les alliages cuivre-nickel sont des solutions solides de substitution type désordonnées . Les deux métaux cristallisent dans le système cubique à faces centrées .

II-1: LES SOLUTIONS SOLIDES DE SUBSTITUTION A SOLUBILITE ILLIMITEE

II-1-1: STRUCTURE DES SOLUTIONS SOLIDES DESORDONNEES

La solution solide de substitution est une phase dans laquelle l'élément solvant garde son réseau cristallin . Les atomes du soluté se substituent à certains atomes du solvant . Cette substitution ne modifie pas le réseau cristallin mais provoque des variations du paramètres et des propriétés du solvant . Dans le cas d'une solution désordonnée , la position des atomes du soluté est aléatoire . Comme la structure et les propriétés du solvant et du soluté sont généralement différentes, la forme et le paramètre du réseau sont perturbés . Ceci a pour effet la limitation de la solubilité de l'élément dissous . Ainsi la solubilité est d'autant plus faible que la différence des structures et des propriétés est importante . Si les atomes du soluté sont de faible taille (par rapport à ceux du solvant) , ils se logent dans les régions en compression du réseau cristallin . Dans le cas contraire , ils s'accumulent

dans les régions en expansion .

Théoriquement , en vertu de la loi de VEGARD , le paramètre et la densité des alliages varient de façon linéaire avec la composition , exprimé en fraction atomique du soluté .

Ces lois de variation sont :

- La densité :

$$\rho = \frac{n}{\Omega \cdot N} (X_A M_A + X_B M_B) = \frac{n}{N} (M_A + X_B (M_B - M_A))$$

n : nombre d'atomes par maille (4 dans c.f.c , 2 dans c.c)

Ω : volume de la maille

X_A , X_B : respectivement fractions atomiques de A et B

N : nombre d'Avogadro-Ampère

- Le paramètre de la maille :

$$a = a_A + X_B (a_B - a_A)$$

a , a : respectivement paramètres de la maille des métaux purs A et B .

II-1-2: REGLES DE HUME-ROTHERY

Les solutions solides de substitution à solubilité illimitée vérifient un certain nombre de règles établis par Hume-Rothery (1959) . Ces règles sont :

II-1-2-1/ Effet stérique , règle des 15 % :

D'après cette règle , la différence de taille entre les atomes A et B de la solution solide ne doit pas excéder 15% . La taille des atomes étant mesurée par la distance entre premiers voisins dans la structure du métal pur .

II-1-2-2/ Règle de polarité :

Pour que la solubilité soit totale , il faut que la solution garde son caractère métallique , c'est à dire que les liaisons entre les atomes A et B doivent être du type métallique. Pour cela , il faut éviter une forte différence d'électronégativité qui conduirait à des liaisons covalentes ou ioniques . La solution serait alors un composé intermétallique .

II-1-2-3/ Règle de valence :

La solubilité est favorisée si les deux éléments ont des valences très proches .

D'une manière générale , un métal de faible valence tend à dissoudre davantage un métal de valence élevée que celui-ci ne dissout un métal de valence plus faible .

Cette tendance s'explique par le fait que la cohésion du réseau soit assurée par les électrons de conduction . Cette cohésion augmente avec le nombre de ces électrons .

Mais un métal dissout d'autant moins de soluté que la valence de ce dernier est plus grande .

II-2-4/ Règle de la concentration électronique :

L'existence de phases intermédiaires limite la solubilité de la solution solide . Hume-Rothery a remarqué que les phases apparaissent pour des valences précises de la concentration électronique ($3/2$, $21/13$, $7/4$) .

Les solubilités maximales dans le cuivre sont environ 40% d'atomes pour un électron additionnel, 20% pour 2 électrons additionnels, 12% et 7% pour 3 et 4 électrons additionnels respectivement.

I-1-3 : STRUCTURE MICROGRAPHIQUE

Dans les conditions d'équilibre, la microstructure de la solution solide de substitution à solubilité illimitée se compose de grains cristallins homogènes de forme polyédrique régulière, et ne se distingue que peu de la structure micrographique d'un métal pur.

II-2: LE SYSTEME CUIVRE-NICKEL

Avant d'aborder l'étude des Cupro-Nickels en général, et le Cu-Ni 75/25 en particulier, il semble opportun de commencer par l'étude des propriétés du Cuivre et du Nickel à l'état pur.

II-2-1: LE CUIVRE

Le Cuivre pur est un métal doux et malléable, il cristallise dans le système cubique à faces centrées. Il est très déformable à froid et la résistance à la traction ainsi que la dureté peuvent être augmentées respectivement jusqu'à 42 Kg/mm^2 et 110 HB . Ses propriétés mécaniques et constantes physiques à la température ambiante sont :

- résistance à la traction : 17 Kg/mm^2
- limite élastique : 10 Kg/mm^2
- module d'élasticité : 12000 Kg/mm^2

- dureté : 35-50 HB
- allongement à la rupture : 35 à 40 %

Constantes physiques :

- réseau c.f.c : $a = 3.6078 \text{ \AA}$
- densité : $\rho = 8.94 \text{ g/cm}^3$
- température de fusion : $\theta = 1083 \text{ }^\circ\text{C}$
- chaleur spécifique : $0.0919 \text{ cal/g}^\circ\text{C}$
- chaleur latente de fusion : $50,46 \text{ cal/g}$
- coefficient linéaire de dilatation thermique : $16,47 \cdot 10^{-6} /^\circ\text{C}$
- résistivité électrique : $1.682 \text{ } \mu\Omega \cdot \text{cm}$
- conductibilité thermique : $0.923 \text{ cal.cm/cm}^2 \cdot \text{s.}^\circ\text{C}$

Ces propriétés mécaniques favorisent la mise en forme aussi bien à chaud qu'à froid . D'autre part , le Cuivre possède une bonne résistance à la corrosion .

II-2-2: LE NICKEL

Comme le Cuivre , le Nickel cristallise dans le système cubique à faces centrées , il a une bonne ductilité ; l'emploi du Nickel se justifie essentiellement par sa grande résistance à la corrosion malgré son prix élevé .

Ses propriétés mécaniques et caractéristiques physiques sont :

- limite d'élasticité : 15 Kg/mm^2
- résistance à la traction : 47 Kg/mm^2
- allongement à la rupture : 40 %
- dureté : 110 HB
- module d'élasticité : 21000 Kg/mm^2

Constantes physiques :

- réseau c.f.c : $a = 3.5167 \text{ \AA}$
- densité : $\rho = 8.89 \text{ g/cm}^3$
- température de fusion : $\theta = 1453 \text{ }^\circ\text{C}$
- chaleur spécifique : $0.13 \text{ cal/g}^\circ\text{C}$
- chaleur latente de fusion : $73,8 \text{ cal/g}$
- coefficient linéaire de dilatation thermique : $13 \cdot 10^{-6} /^\circ\text{C}$
- résistivité électrique : $9.5 \mu\Omega \cdot \text{cm}$
- conductibilité thermique : $0.923 \text{ cal.cm/cm}^2 \cdot \text{s.}^\circ\text{C}$
- température de Curie : $T_c = 368 \text{ }^\circ\text{C}$

II-2-3: LES CUPRO-NICKELS

Le cuivre et le nickel sont solubles en toutes proportions et forme une solution solide de substitution de structure cubique à faces centrées dont les propriétés varient régulièrement avec la composition. Cette solubilité totale du nickel dans le cuivre s'explique par les règles de Hume-Rothery.

1) Règle des tailles : Les paramètres de maille sont :

$$a_{\text{Cu}} = 3.6078 \text{ \AA} \qquad a_{\text{Ni}} = 3.5167 \text{ \AA} \qquad (\text{à } 26 \text{ }^\circ\text{C})$$

La différence de taille est donc de l'ordre de 2.5 %.

2) Règle de la polarité : D'après les tables d'électronégativité de Pauling ; les électronégativités du cuivre et du nickel sont égales : $X_{\text{Cu}} = X_{\text{Ni}} = 1.75$

3) Règle de valence : La valence des métaux de transition a été fixée, conventionnellement, à zéro. Certains auteurs // considèrent les valences 1 et 2 pour le cuivre et le nickel

respectivement . Pauling /2/ , d'après la théorie des liaisons covalentes résonnantes , attribue au cuivre et au nickel respectivement les valeurs 5.5 et 6 .

4) Règle de la concentration électronique : La difficulté d'attribuer une valence aux métaux de transition ne permet pas de prévoir l'existence de phases intermédiaires .

II-2-4: LE DIAGRAMME D'EQUILIBRE Cu-Ni

Le diagramme d'équilibre Cu-Ni a été établi simultanément par KURNAKOV /3/ et ZENCZVZNY , et GUETTER et TAMMAN /4/ .

Le diagramme présente un fuseau .Il montre une miscibilité totale des deux métaux aussi bien à l'état liquide qu'à l'état solide (figure 1) .

II-2-5: VARIATION DU PARAMETRE DE LA MAILLE EN FONCTION DE LA TENEUR EN Ni

Dans le cas de la solution solide Cu-Ni , d'après la loi de VEGARD , le paramètre "a" de la solution varie avec la composition X en Ni selon :

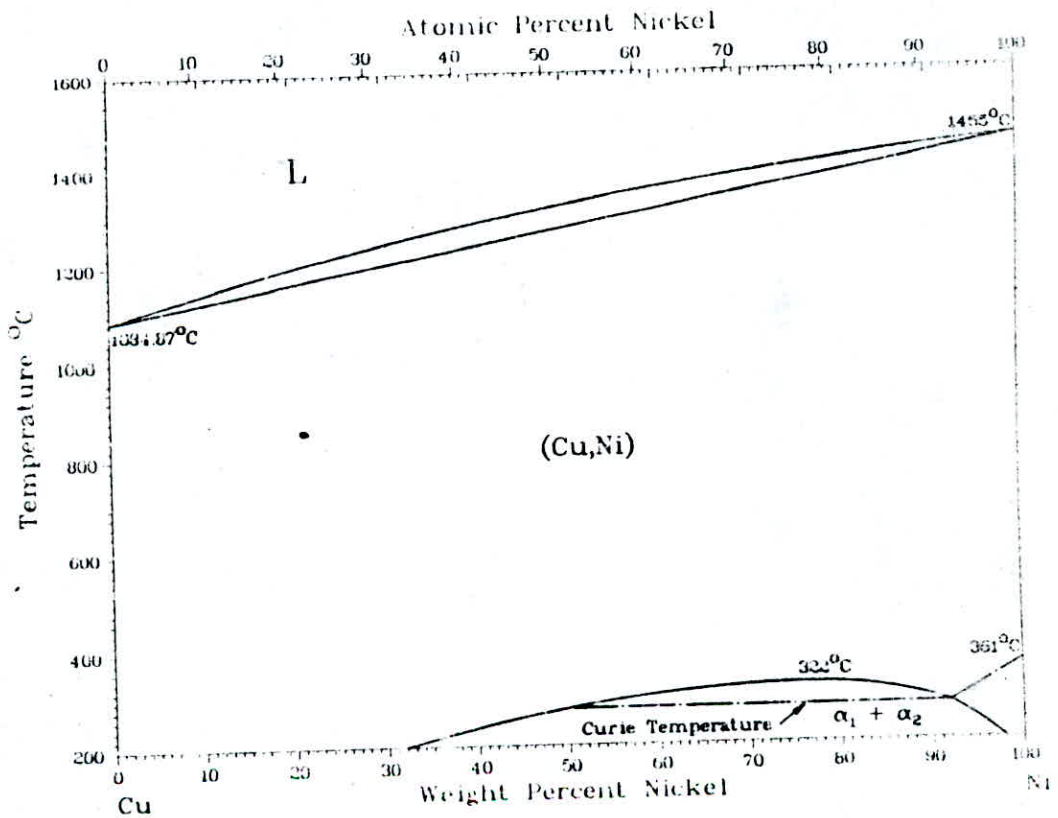
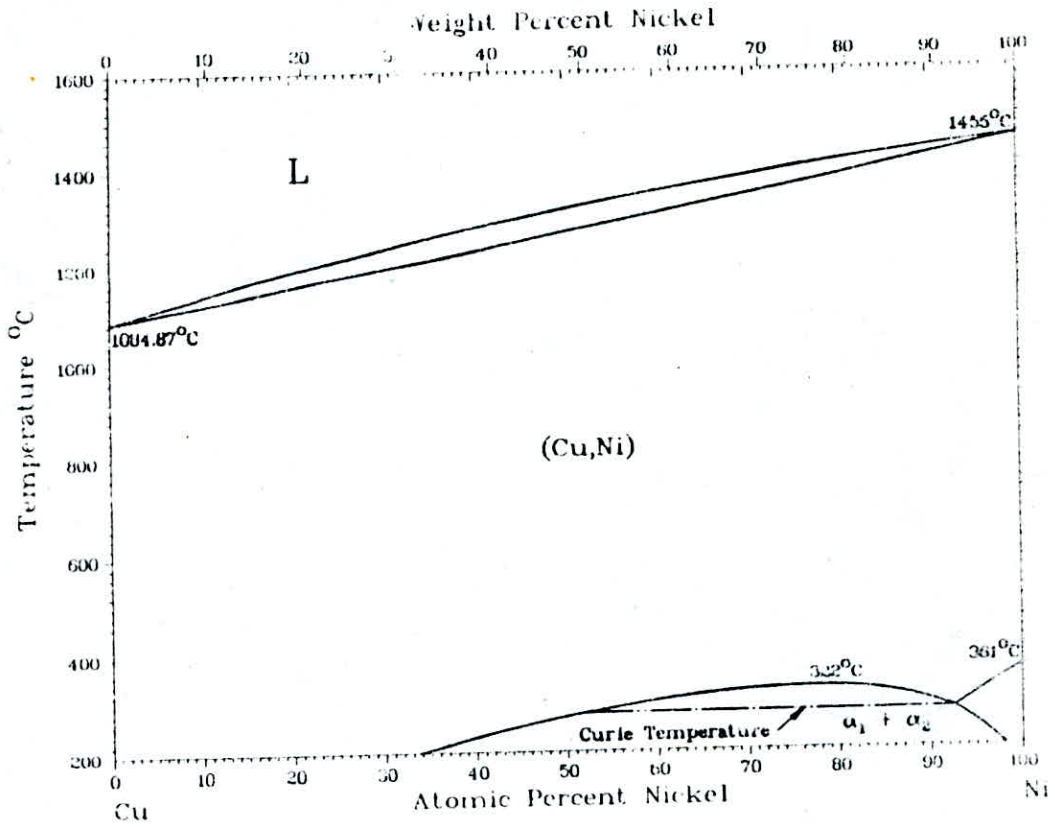
$$a(x) = 3.61 - 0.09 x$$

Cette diminution du paramètre du réseau reflèterait un accroissement général des forces de cohésion des atomes constituant la solution solide /5/ , cet accroissement résulte de l'augmentation de la contribution des électrons de la couche "d" à la cohésion .

Les travaux de B.ALLILI /6/ montrent l'existence d'un écart à la loi théorique de VEGARD (figure 2). L'écart atteint une valeur minimale pour l'alliage contenant 60 % en poids (figure 3).

Ces résultats confirment ceux donnés par COLES /5/ .

Cu-Ni Phase Diagram



From [Metals].

Fig 1 : Diagramme d'équilibre Cu-Ni

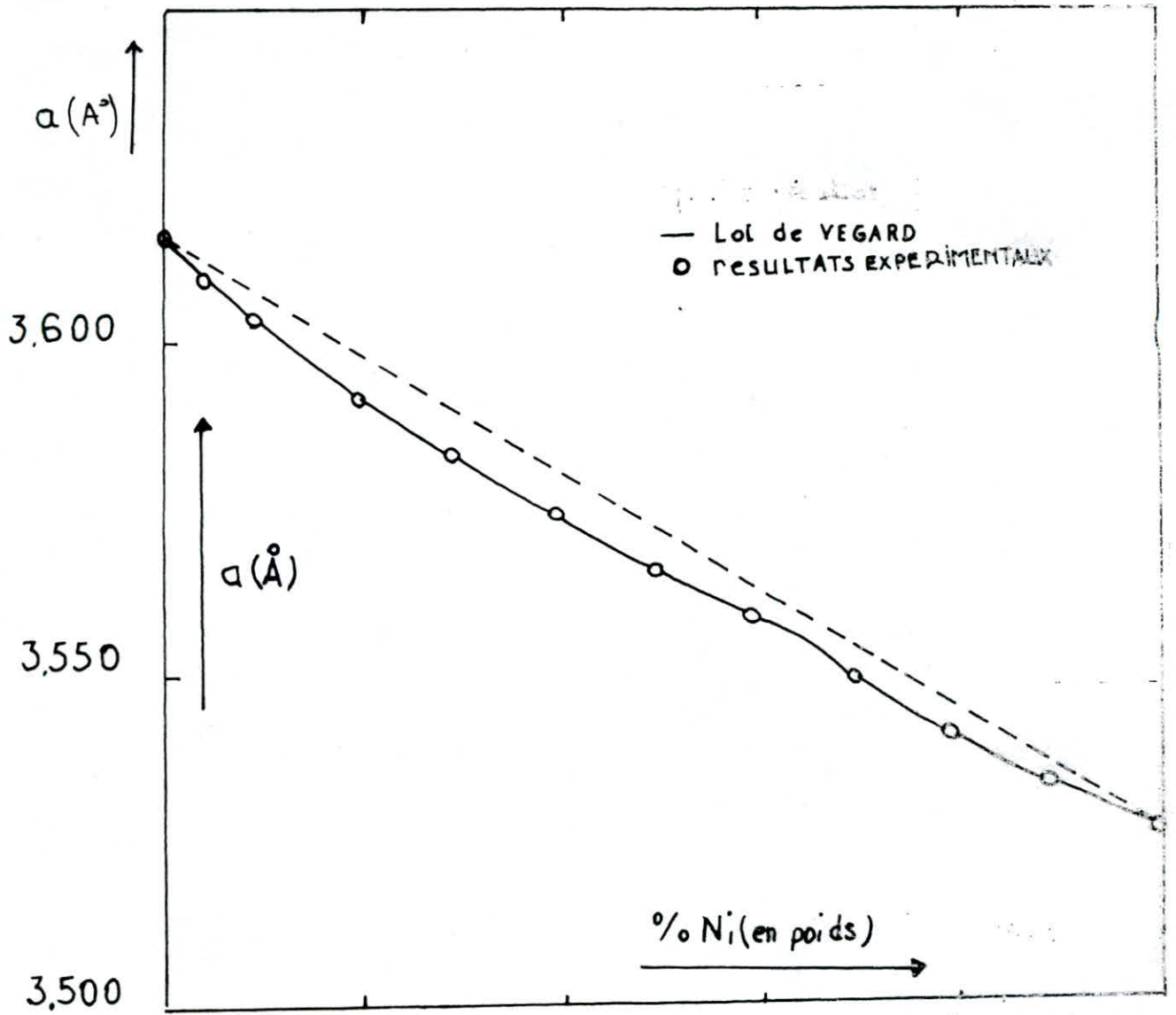


Fig. 2 : Variation du Paramètre de réseau Cu-Ni en fonction du % Ni

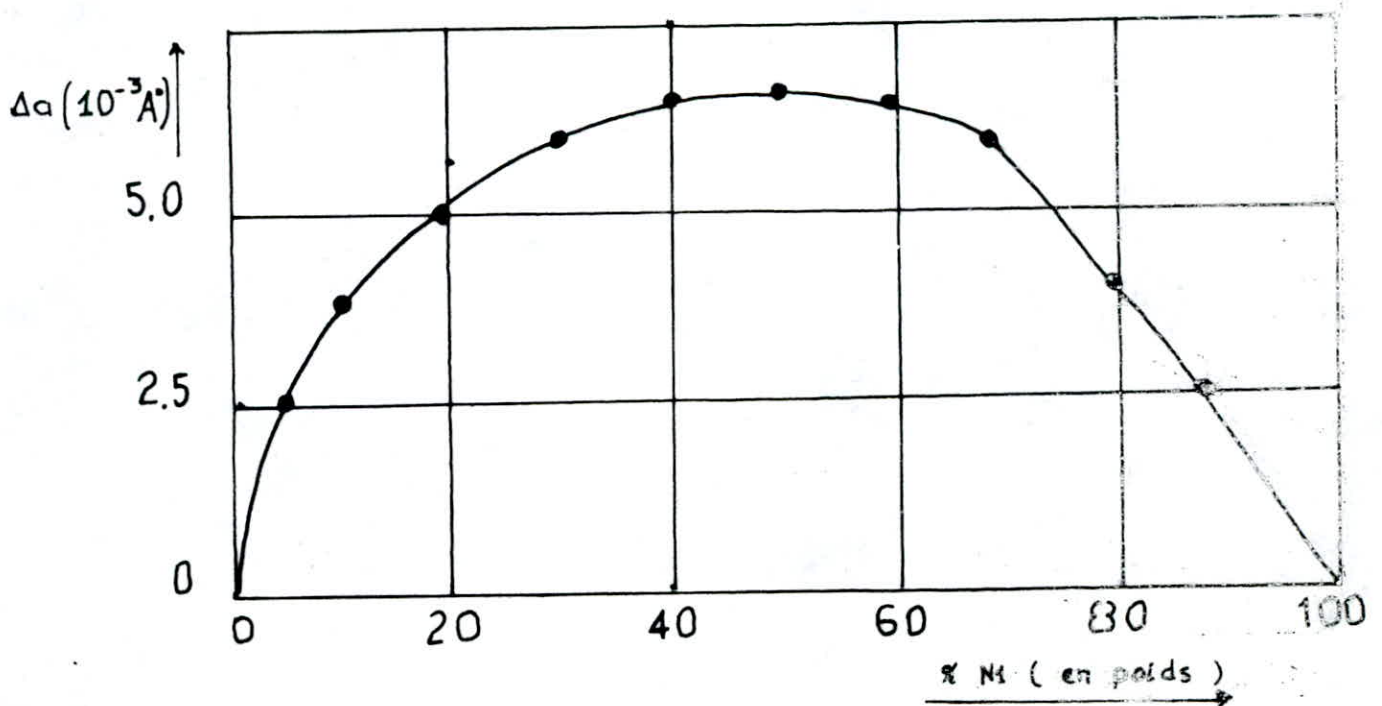


Fig. 3 : Les écarts du Paramètre du réseau, à la loi de Vegard

II-2-6 : TRANSFORMATION MAGNETIQUE DANS LE SYSTEME Cu-Ni

Les cupro-nickels présentent une transformation magnétique ; au dessus de 0°C , ils sont paramagnétiques jusqu'à 37% de Ni , puis au delà ils sont ferromagnétiques .

La courbe θ_c de leurs points de Curie tracées d'après ALDER /7/ est quasi-rectiligne (figure 1) .

Cette transformation magnétique affecte fortement les propriétés électriques mais n'affectent pas les propriétés mécaniques .

Dans le domaine de l'état paramagnétique , les expériences physico-thermiques de CHEVENARD /8/ ont révélé une autre transformation sans changement de phase désignée sous le nom d'anomalie X . Cette anomalie se manifeste par un changement de direction des courbes "propriétés-température" vers 450°C .

Ainsi , l'anomalie X ralentit , au dessus de 450°C , la croissance thermique de la résistivité ; au point que dans les alliages voisins de Ni-Cu , le coefficient de thermorésistivité est sensiblement nul . Ces alliages sont appelés constantans pour cette raison et sont largement utilisés en électrotechnique .

Par son caractère progressif et parfaitement réversible , cette anomalie s'apparente à la transformation magnétique , mais elle en diffère par la constance de la température caractéristique , et seule l'intensité du phénomène varie avec la teneur en cuivre .

Cette intensité est maximum pour l'alliage de composition équiatomique . Il est vraisemblable que l'anomalie X des alliages Ni-Cu traduit la possibilité d'une mise en ordre atomique .

Ainsi , dans la série des courbes de la figure 4 , tracées pour

la température de 0°C , celle de la résistivité (figure 4-a), du coefficient de thermorésistivité (figure 4-b) et du pouvoir thermoélectrique rapporté au platine (figure 4-c) présentent la forte courbure qui est de règle dans une série de solutions solides. Mais en outre une singularité à l'aplomb de 37% de Cu marque l'alliage dont le point de Curie est à 0°C , parce que les propriétés électriques sont fortement affectées par la transformation magnétique. Au contraire, comme cette transformation sans changement de phase agit peu sur les propriétés élastiques, mécaniques et chimiques, les courbes de la dureté (figure 4-d), du module de Coulomb (fig. 4-e), et du frottement interne (fig. 4-f), du potentiel de dissolution E (fig. 4-g) ont l'allure habituelle observée dans les solutions solides à solubilité illimitée.

11-2-7: INFLUENCE DE LA TENEUR EN NICKEL SUR LES PROPRIÉTÉS DES ALLIAGES Cu-Ni

Les propriétés des cupro-nickels varient régulièrement avec la teneur en nickel :

- D'abord sur le plan esthétique, la teinte du Cu palit pour devenir argent au delà de 10-15% Ni. Le cupro-nickel ne trahit plus la présence du cuivre ; les cupro-nickels résistent sensiblement mieux au ternissement que le Cu pur.

- Le module d'élasticité croît continuellement avec la teneur en Ni et atteint 180 KN/mm^2 pour l'alliage Cu-Ni 75-25.

- La résistance mécanique des alliages Ni-Cu augmentent avec la teneur en Ni jusqu'à un maximum pour 60-70% de Ni, cette

Fig.4 a-b-c: Variation de
 La resistivite' ρ , du pouvoir
 thermoelectrique E et du
 Coefficient de thermo-resistivite'
 en fonction de %Ni des alliages
 Cu-Ni

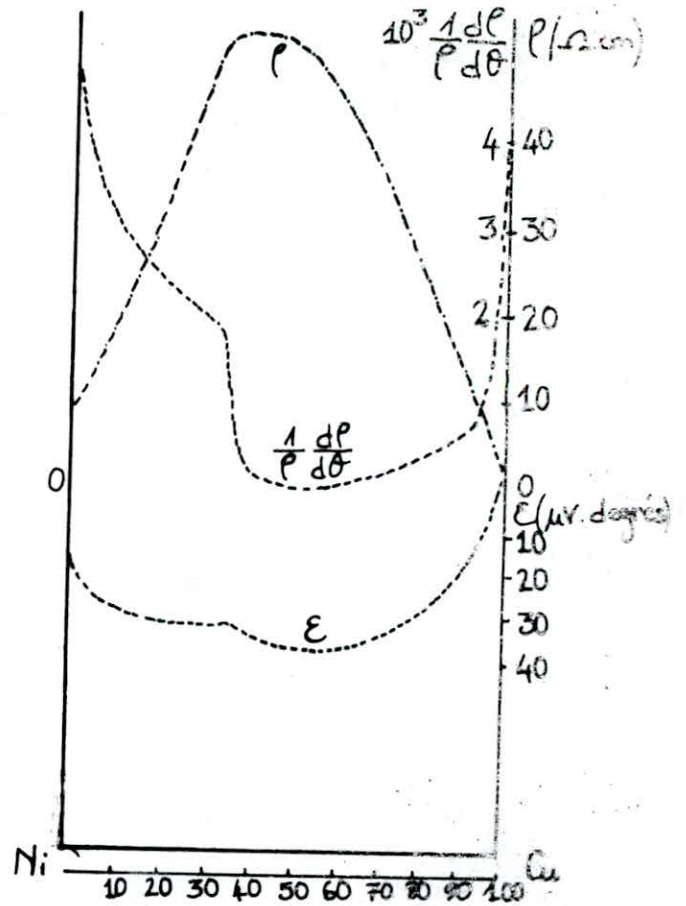
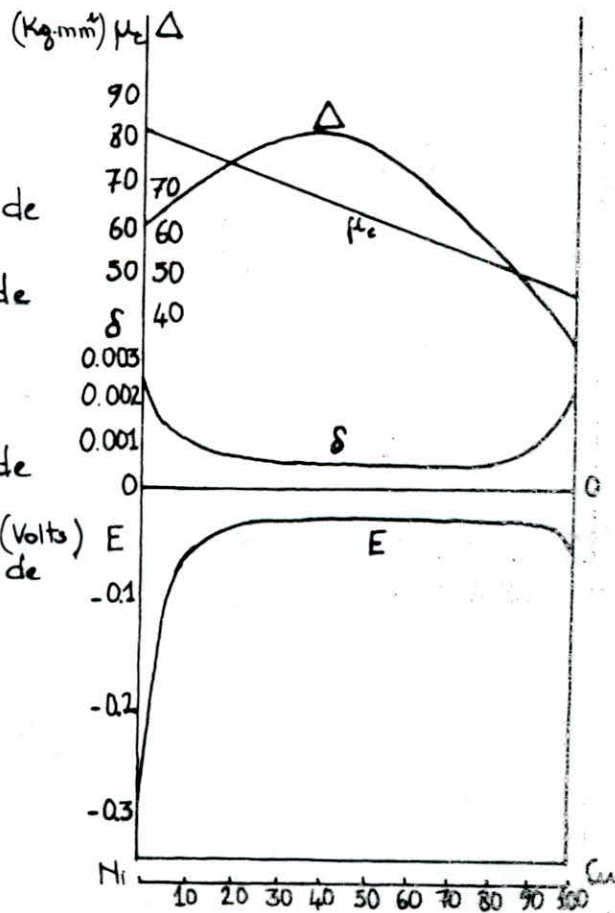


Fig.4. d-e-f-g: Variation de
 La dureté Δ , du module de
 Coulomb μ_c , du frottement
 interne δ , et du potentiel de
 dissolution E en fonction de
 %Ni des alliages Cu-Ni.



amélioration de la résistance mécanique est accompagnée d'une certaine diminution de la ductilité qui demeure quand même très bonne , l'allongement reste supérieur à 40% et la striction supérieure à 55% .

- La résistance à la corrosion augmente avec la teneur en nickel vues les propriétés anti-corrosion du Ni . L'alliage contenant plus de 50% de Ni se comporte mieux que le Ni dans les atmosphères réductrices , et mieux que le cuivre dans les milieux oxydants /9/ . Aux températures élevées , des couches d'oxyde recouvrent la surface , des oxydes de cuivre au dessous de 300°C , et des oxydes de nickel au dessus de 700°C .

GULBRANSEN /10/ interprète ces faits par la bonne diffusion des ions Cu^{++} et la mauvaise diffusion des ions Ni^{++} aux basses températures , et l'inverse aux températures élevées .

CHAPITRE III

METALLOGRAPHIE DE L'ACIER

INOX FERRITIQUE Z8C17

CHAPITRE III

CARACTERISATION DE L'ACIER INOXYDABLE

FERRITIQUE Z8C17

INTRODUCTION

L'acier inoxydable ferritique de nuance Z8C17 selon la norme AFNOR et 430 selon la norme américaine ASTM est un alliage fer-chrome dans lequel la teneur en carbone est limitée à 0,1% .

La teneur en chrome est comprise entre 15 et 18% .

Afin de pouvoir caractériser cet acier , nous étudions les actions du carbone et du chrome .

III-1 : EFFETS DU CARBONE

Le carbone est un élément gamagène , il favorise l'expansion du domaine γ , et réduit le domaine ferritique .

Il forme des solutions solides d'insertion avec le fer (ferrite et austénite) -fig. 5 - Le carbone provoque l'abaissement de la température de la transformation $\gamma \rightleftharpoons \alpha$. Il peut enfin se combiner au chrome et au fer pour former des carbures .

La Solubilité du carbone dans le fer :

- dans le fer α :

$$(\%C)_{\text{Lim}} = 230 \exp(- 9265 / T (^{\circ}K))$$

$$\text{à } T=727 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\%C)_{\text{Lim}} = 0.022$$

- dans le fer γ :

$$\text{Log}(\%C)_{\text{Lim}} = -6.468 - 2.22 \text{ Log} (T(^{\circ}\text{C}))$$

$$\text{à } T=727 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\%C)_{\text{Lim}} = 0.77$$

$$\text{à } T=1148 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (\%C)_{\text{Lim}} = 2.11$$

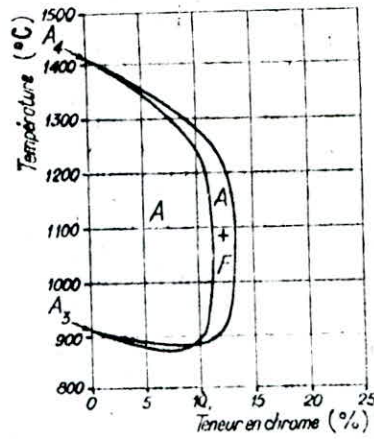


Fig. 7: Boucle Gamma

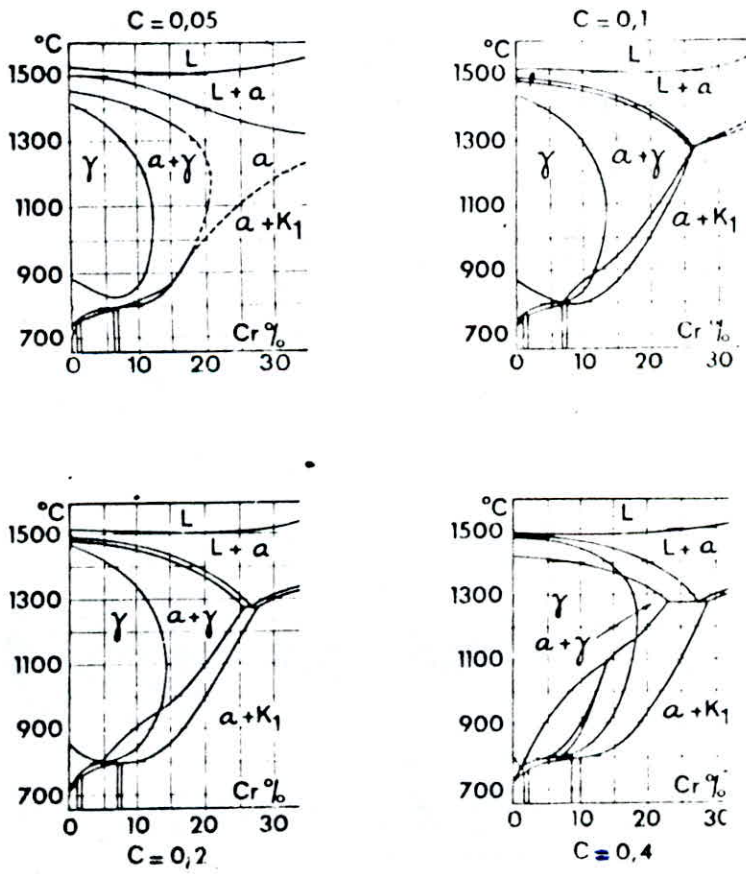


Fig. 5: Influence du Carbone Sur le domaine γ

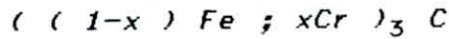
III-2 : EFFETS DU CHROME

Le chrome est un élément isomorphe du fer α , il tend à stabiliser la structure ferritique. Il accroît ainsi le domaine ferritique et réduit le domaine de stabilité de l'austenite.

Les points de transformation $A_3 \alpha \rightleftharpoons \gamma$ et $A_4 \gamma \rightleftharpoons \delta$ sont respectivement relevé et abaissé (fig. 5). Ceci conduit à la formation d'une boucle entourant le domaine γ (fig. 6).

Le chrome est un élément carburigène, il forme avec le carbone et le fer les carbures suivants :

1/ Cémentite substituée



de structure orthorhombique qui peut contenir jusqu'à 15% de chrome ($x=0.15$) ;

2/ Carbure mixte



de structure hexagonale ($x > 0.36$)

3/ Carbure mixte



de structure cubique ($x < 0.3$)

En formant ces carbures, le chrome diminue la solubilité du carbone dans l'austenite. Le chrome constitue avec le fer un composé intermétallique δ de composition équiatomique.

Le domaine de stabilité de la phase δ s'étend largement autour de cette composition. La phase δ a une structure tétragonale. Elle apparaît après un maintien prolongé entre 475°C

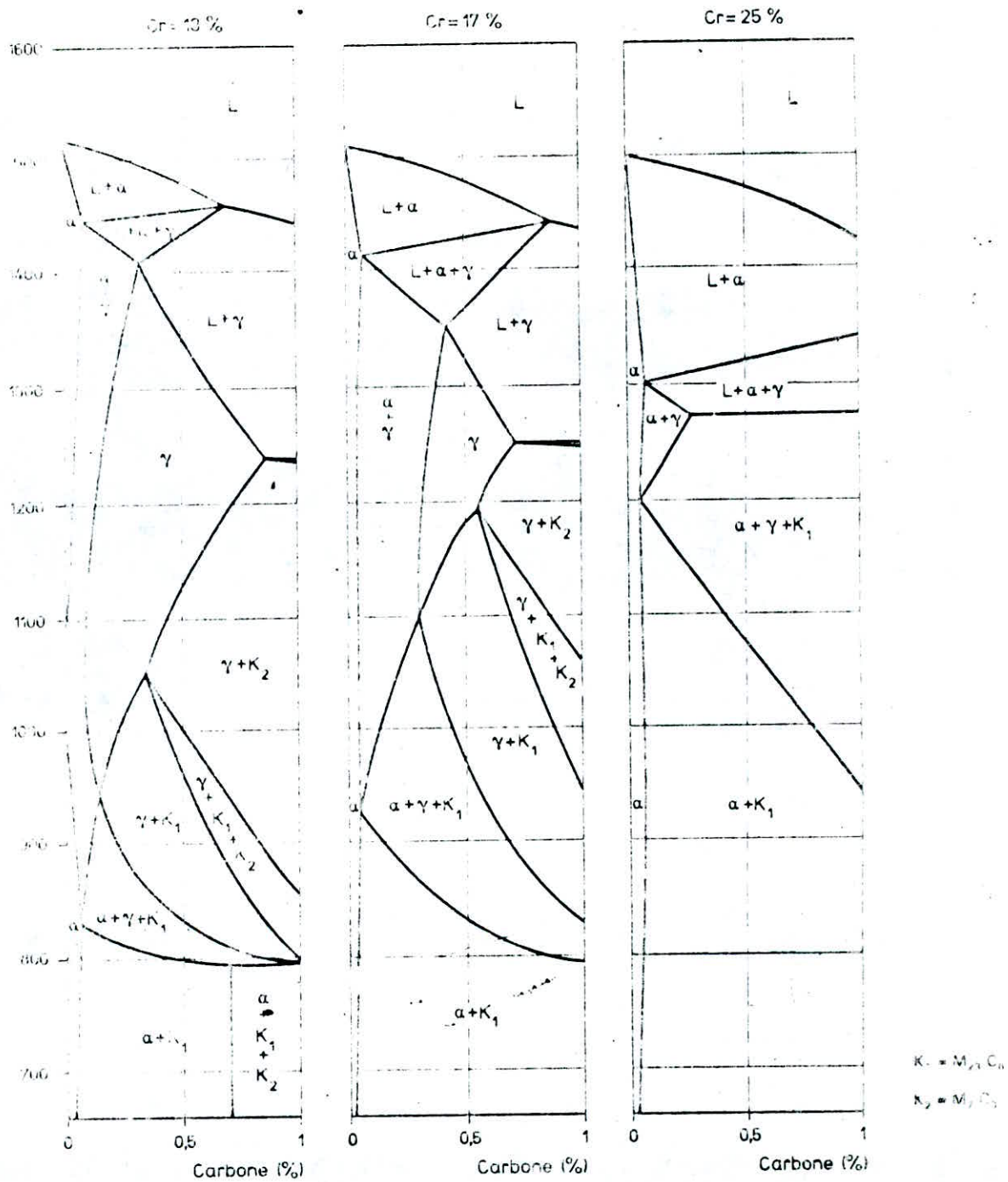


Fig. 6: Influence du Chrome Sur le domaine γ

et 700°C , et fragilise l'acier. L'effet le plus marquant du chrome est la formation d'une fine couche d'oxyde Cr_2O_3 qui confère à l'acier une excellente tenue à l'oxydation et à la corrosion en général.

III-3 : DIAGRAMME D'EQUILIBRE FER-CHROME

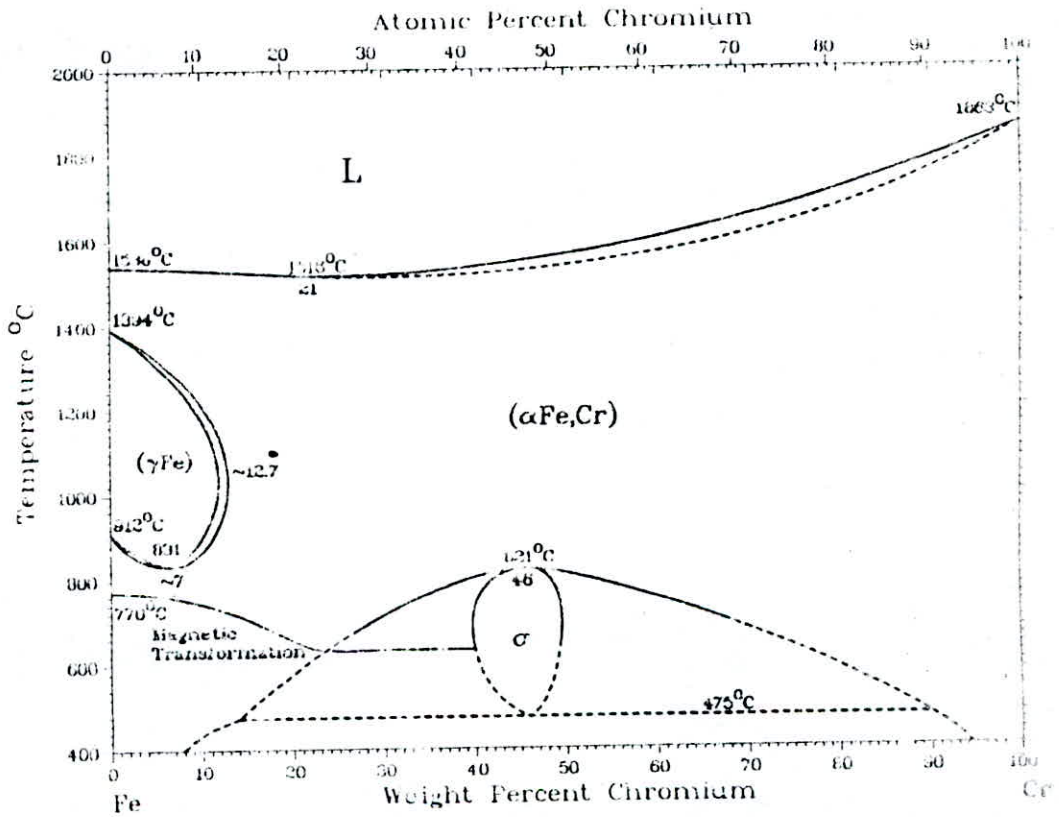
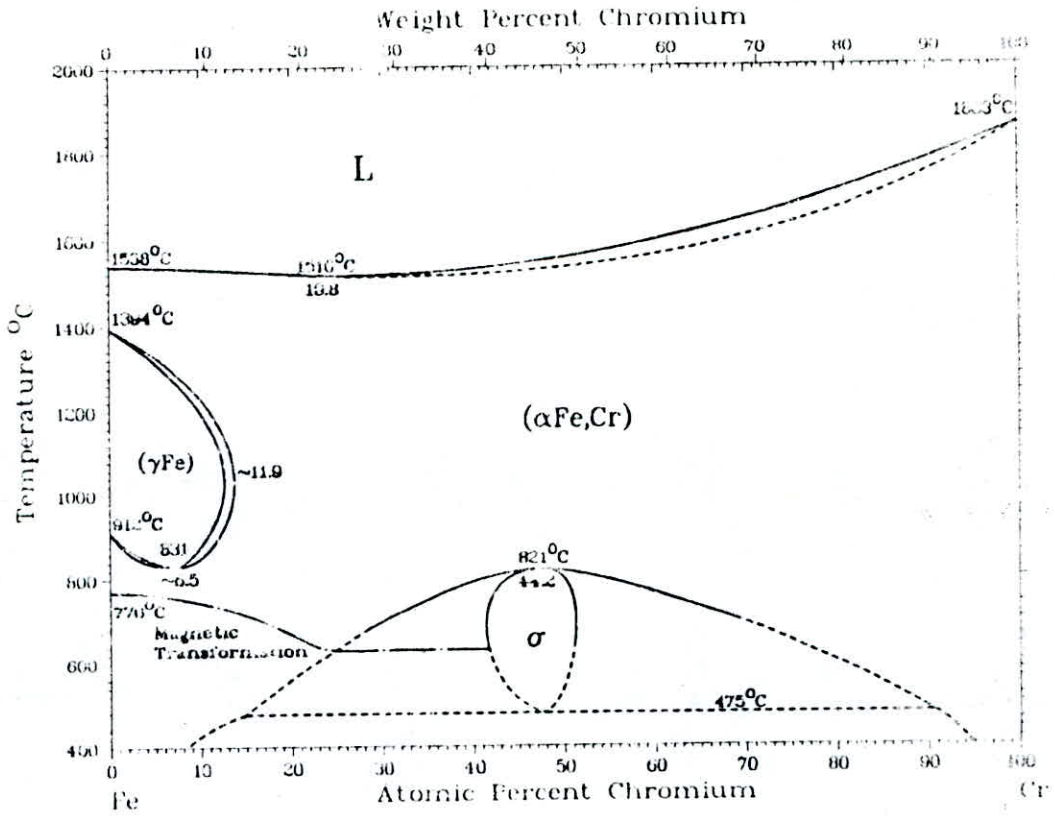
Le diagramme d'équilibre présente deux fuseaux. Le liquidus et le solidus possède un point de contact avec une tangente horizontale à 28% de Cr et 1505°C . L'alliage correspondant à ce point se comporte comme un corps pur (fig. 28).

La miscibilité des alliages Fe-Cr est totale. Ces alliages se solidifient sous forme d'une solution solide de substitution de structure cubique centrée ("ferrite au chrome"). L'effet alphasagène du chrome réduit le domaine austénitique du diagramme, et il est entouré d'une boucle.

La température de la transformation $\delta \rightleftharpoons \gamma$ est régulièrement abaissée pour des additions croissantes de chrome. La température de la transformation $\alpha \rightleftharpoons \delta$ est d'abord abaissée jusqu'à 850°C pour une teneur égale à 8% de chrome, puis relevée progressivement pour rejoindre la transformation $\gamma \rightleftharpoons \delta$. En contournant progressivement le domaine γ , on passe de la ferrite à la ferrite α . La transformation c.c. \rightleftharpoons c.f.c. disparaît au delà de 13% de chrome. Les alliages contenant moins de 13% Cr peuvent donc être austénisés et peuvent conduire à une structure martensitique par trempe.

L'affinage du grain ferritique par traitement thermique

Fe-Cr Phase Diagram



From [Metals]

Diagramme d'équilibre Fe-Cr (Fig. 8)

est réalisable .

Les alliages contenant plus de 13% Cr ne subissent pas la transformation $\alpha \rightleftharpoons \gamma$. La martensite ne peut pas être obtenue.

L'affinage du grain ferritique par traitement thermique n'est pas réalisable . La forme du diagramme Fe-Cr dépend de la composition chimique de l'alliage . Le carbone et l'azote favorisent (fig.9):

a- l'expansion du domaine γ

b- l'abaissement de la température de la transformation $\alpha \rightleftharpoons \gamma$

c- l'augmentation de la température de la transformation $\delta \rightleftharpoons \gamma$

Ces éléments fortement carburigènes et formant des nitrures réduisent considérablement le domaine austénitique .

Les effets contradictoires du carbone et du chrome sur la stabilité du domaine austénitique est illustrée par la figure 10.

Une coupe à 17%Cr du diagramme ternaire Fe-C-Cr permet de montrer que c'est le carbure $Cr_{23}C_6$ de structure cubique qui précipite dans l'acier Z8C17 (fig.11) .

III-4 : STRUCTURE DE L'ACIER Z8C17

L'acier inoxydable Z8C17 est biphasé , il est constitué :

1/ d'une matrice ferritique qui est une solution solide de substitution du chrome dans le fer . La structure est désordonnée .

Le carbone dissous est localisé dans les sites octaédriques du fer α .

2/ de carbures $Cr_{23}C_6$ qui précipitent dans les joints de grains et à l'intérieur même des grains .

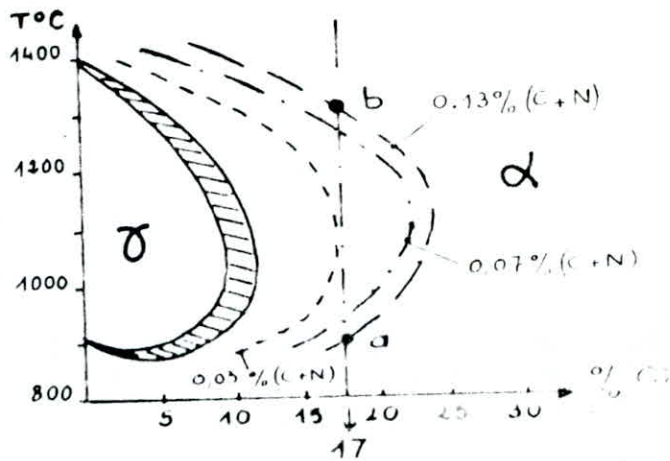


Fig. 9: Influence des additions de C et N
Sur La Boule Gamma

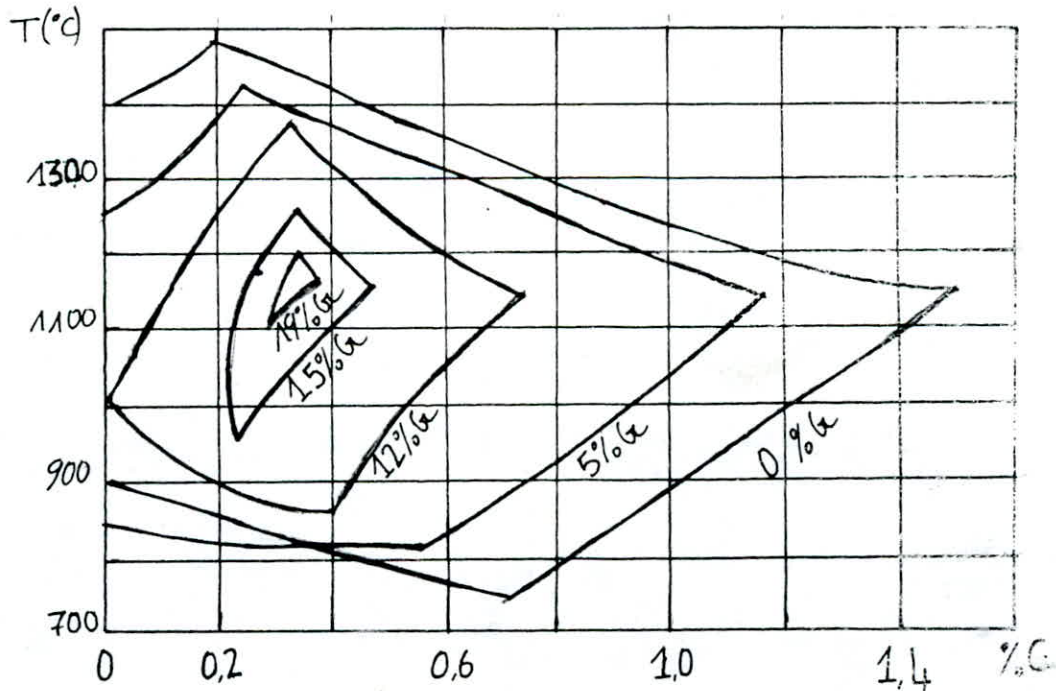


Fig. 10: EFFETS CONTRADICTOIRES du C et du G_c
Sur le domaine γ .

Le coefficient de partage du chrome entre les deux phases X_c/Y_c est moyen .

La structure polycristalline de l'acier ressemble à celle de l'acier doux .

III-5 : TRAITEMENTS THERMIQUES

Le traitement thermique le plus favorable est une normalisation : chauffage entre 750 et 900 °C et refroidissement à l'air ou à l'huile .

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont :

$$R : 58 \text{ Kg/mm}^2$$

$$R : 33 \text{ Kg/mm}^2$$

$$A(\%) : 22$$

$$K : 12 \text{ Kg/cm}^2$$

Ce traitement thermique vise deux objectifs :

- 1/ faire disparaître les effets d'écrasement à chaud ou à froid ,
- 2/ conférer à l'acier la résistance à la corrosion intergranulaire engendrée par la précipitation des carbures $Cr_{23}C_6$ dans les joints de grains .

Signalons que la présence des gaz O_2 , N_2 et H_2 fragilisent la ferrite au chrome au cours du chauffage à 1100 °C .

Il faut éviter un maintien prolongé entre 550 et 700 °C qui provoque la précipitation de la phase δ , et par conséquent la fragilisation de l'acier .

Il faut aussi éviter des maintiens trop longs à des températures comprises entre 400 et 550 °C , car cela provoque un durcissement

notable des aciers inoxydables . Ce phénomène est caractérisé par une forte augmentation de la résistance et de la dureté accompagnée d'une fragilisation importante . Cet effet est maximal pour une température de 475 °C . La vitesse de fragilisation croît avec la teneur en chrome , ainsi les aciers à 13% Cr nécessitent des maintiens de plusieurs d'heures avant d'être fragiliés , quelques heures suffisent pour les nuances à 17% Cr et moins d'une heure pour les aciers à plus de 25% Cr . Ce phénomène de fragilisation s'explique par un mécanisme de durcissement secondaire dû à la formation de fins précipités d'une phase α' très riche en chrome 60 à 80% dans la matrice α .

III-6 : DIAGRAMME TTT DE L'ACIER INOX A 17% Cr

Le diagramme TTT de l'acier inoxydable à 17% de chrome montre que la précipitation du carbure Cr C précède la transformation de l'austenite (fig.11) .

La structure biphasée $\delta + \gamma$ contient 27% d'austenite .

A la température de 1000°C , la transformation $\gamma + \alpha$ commence après 20 heures environ , et ne se transforme pas totalement .

Lorsque la température de transformation décroît , le temps d'incubation ainsi que la durée de la transformation diminuent . A 750°C , le temps d'incubation est minimal (40 secondes) , la durée de la transformation est de 125 minutes .

La vitesse de transformation atteint $3.7 \cdot 10^{-3}$ % d'austenite transformé par seconde . Au dessous de 750°C , le temps d'incubation augmente , la durée de la transformation diminue et

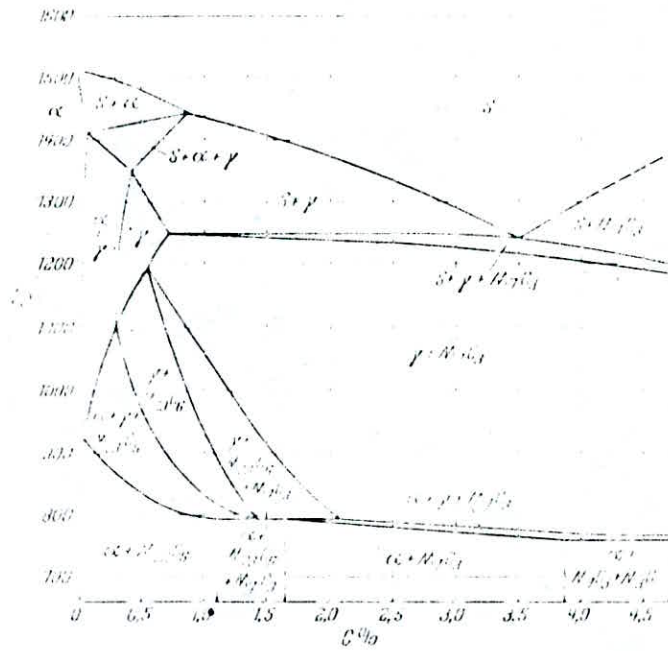


Fig. 11: Coupe Pseudo-Binaire à 17% Ge

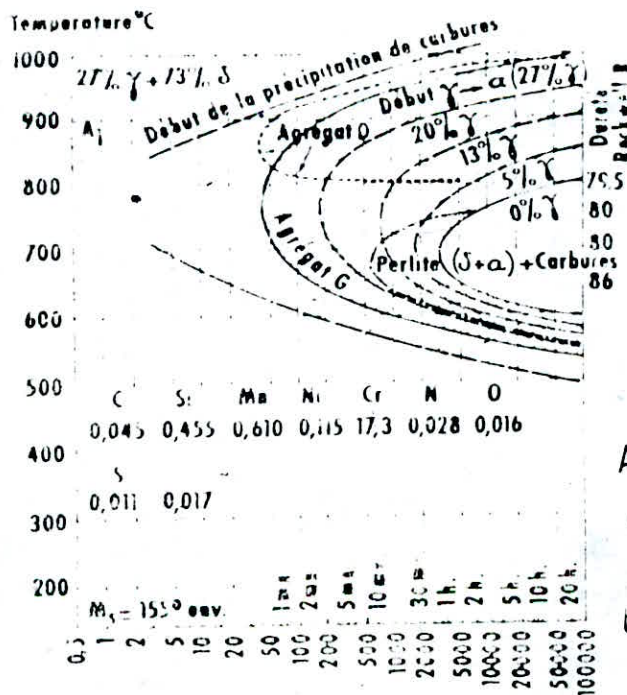


Fig. 12: Courbes T.T.T d'un
acier à 14% Ge

sa vitesse de augmente . A partir de cette température , on constate l'apparition de la perlite .

On peut donc selon la domaine de température de transformation partager le diagramme TTT en deux parties :

- Transformations au dessus de 750°C .

Un abaissement de la température engendre un temps d'incubation assez faible , une durée de transformation plus faible et une vitesse de transformation plus importante .

La précipitation des carbures précède la transformation de l'austenite . La structure finale est biphasée ferrite et carbure . Les carbures précipitent dans les joints et aussi dans le grain . Ces phénomènes sont provoqués par l'instabilité de l'austenite malgré la diffusion importante .

- Transformations au dessous de 750°C .

Un abaissement de la température engendre une augmentation du temps d'incubation , une diminution de la durée et une augmentation de la vitesse de la transformation .

Les carbures précipitent dans les joints de l'austenite avant que celle-ci ne se transforme .

L'austenite se transforme d'abord en ferrite , et ensuite en perlite . La structure finale est composée de ferrite , perlite et carbure $Cr_{13} C_6$. Ces phénomènes sont expliqués par la décroissance de la vitesse de la diffusion .

III-7 : COMPORTEMENT MECANIQUE

Le comportement de l'acier inoxydable Z8C17 est analogue à celui des métaux cubiques centrés . L'addition de Cr ne provoque pas un durcissement important de la ferrite . Cependant , la précipitation des carbures confère à l'acier un durcissement important .

Les caractéristiques mécaniques de l'acier sont :

1/ Etat recuit :

R_T	:	54 daN/mm ²
$R_{T 0,002}$:	34 daN/mm ²
A%	:	24

2/ Etat ecroui :

R_T	:	80 daN/mm
$R_{T 0,002}$:	70 daN/mm
A%	:	3

L'acier Z8C17 avec un coefficient de consolidation $n=0.2$ a une aptitude à la déformation et une consolidation faible .

La courbe de traction rationnelle obéit à la loi :

$$\sigma = K \epsilon^n.$$

CHAPITRE IV

**RECUIT DE RECRISTALLISATION
DES METAUX CUBIQUES**

CHAPITRE IV

RECUIT DE RECRISTALLISATION DES METAUX CUBIQUES

INTRODUCTION

L'écrouissage conduit d'une manière générale, à des changements de la structure et des propriétés des métaux. Le métal écroui est caractérisé par une structure de grains fins, allongés et orientés (présence d'une texture), par la grande concentration en défauts (défauts ponctuels, dislocations...) et enfin par des propriétés de durcissement et de fragilité. Ces propriétés peuvent nuire au comportement du métal dans certaines conditions d'utilisation (corrosion, fatigue, usure, frottement) c'est pourquoi il est nécessaire de procéder par des traitements thermiques pour retrouver une structure plus équilibrée et pour restaurer les propriétés.

Le traitement thermique appliqué est un recuit de recristallisation.

IV-1 : ETAT ECRUI

L'état écroui se caractérise par l'existence d'une texture et d'un durcissement. La déformation à froid se fait par glissement dans les métaux de structure cubique à faces centrées, et par glissement et maclage dans les structures cubiques centrées. La déformation engendre des modifications de la structure et des propriétés du métal.

IV-1-1 / MODIFICATIONS STRUCTURALES :

1/ Fragmentation des grains causée par la déformation. Les grains devant s'adapter pour rester en contact suivant leur joint malgré la déformation et la rotation.

2/ Allongement des grains parallèlement à la direction de la contrainte ; les grains seront de plus en plus minces , et pour un taux de déformation important la structure devient fibreuse.

3/ Orientation de la structure par rapport à la direction de la contrainte principale , ce qui conduit à la présence d'une texture d'écrouissage . La texture de laminage dans les toles est :

a- Métaux cubiques centrés : La texture est complexe avec une orientation principale $(1 \ 0 \ 0) \ [0 \ 1 \ 1]$.

b- Métaux cubiques à faces centrées : Selon le rapport les métaux c.f.c possèdent l'une ou l'autre des textures suivantes : * pour les métaux ayant γ_s/μ faible , on a la texture du laiton $(1 \ 1 \ 0) \ [1 \ 1 \ 2]$.
* pour les métaux ayant s/u élevé , on a la texture du cuivre $(1 \ 2 \ 3) \ [1 \ 2 \ 1]$.

γ_s et μ sont respectivement l'énergie de défaut d'empilement et le module de Coulomb .

L'addition d'éléments étrangers conduit au passage de la texture de cuivre à celle du laiton par affaiblissement de γ_s (fig. 13) .

4/ Augmentation de la concentration des défauts ponctuels (lacunes , interstitiels) , et leurs regroupement

autour des dislocations et des joints de grains .

5/ Augmentation de la densité des dislocations et leur accumulation dans les joints .

IV-1-2 / PROPRIETES MECANQUES DE L'ETAT ECROUI

L'affinement des grains (grande densité des joints) , la présence d'une texture de plus en plus fine , l'augmentation de la concentration des défauts et de la densité des dislocations et leur accumulation au niveau des joints de grains conduit à un durcissement d'autant plus important que le taux d'écrouissage est élevé . Ce durcissement se traduit par une augmentation de la tenacité et de la fragilité , et une chute de la ductilité . Ainsi , la résistance, la dureté et la limite élastique subissent une croissance . Par contre , l'allongement , la résilience et la striction décroissent (fig.14) .

IV-2 : TRAITEMENT DE RECUI

Le traitement consiste en un chauffage à une température pendant une durée convenablement choisie . Ceci pour atteindre une structure et des propriétés bien déterminées . Le traitement thermique sous vide ou sous atmosphère neutre est recommandé dans certains cas pour éviter la formation des oxydes à haute température .

IV-3 : MECANISMES FONDAMENTAUX DU RECUI

Les mécanismes du recuit sont contrôlés par les variations d'énergie au sein du métal . Lors de l'écrouissage , le métal emmagasine une certaine quantité d'énergie .

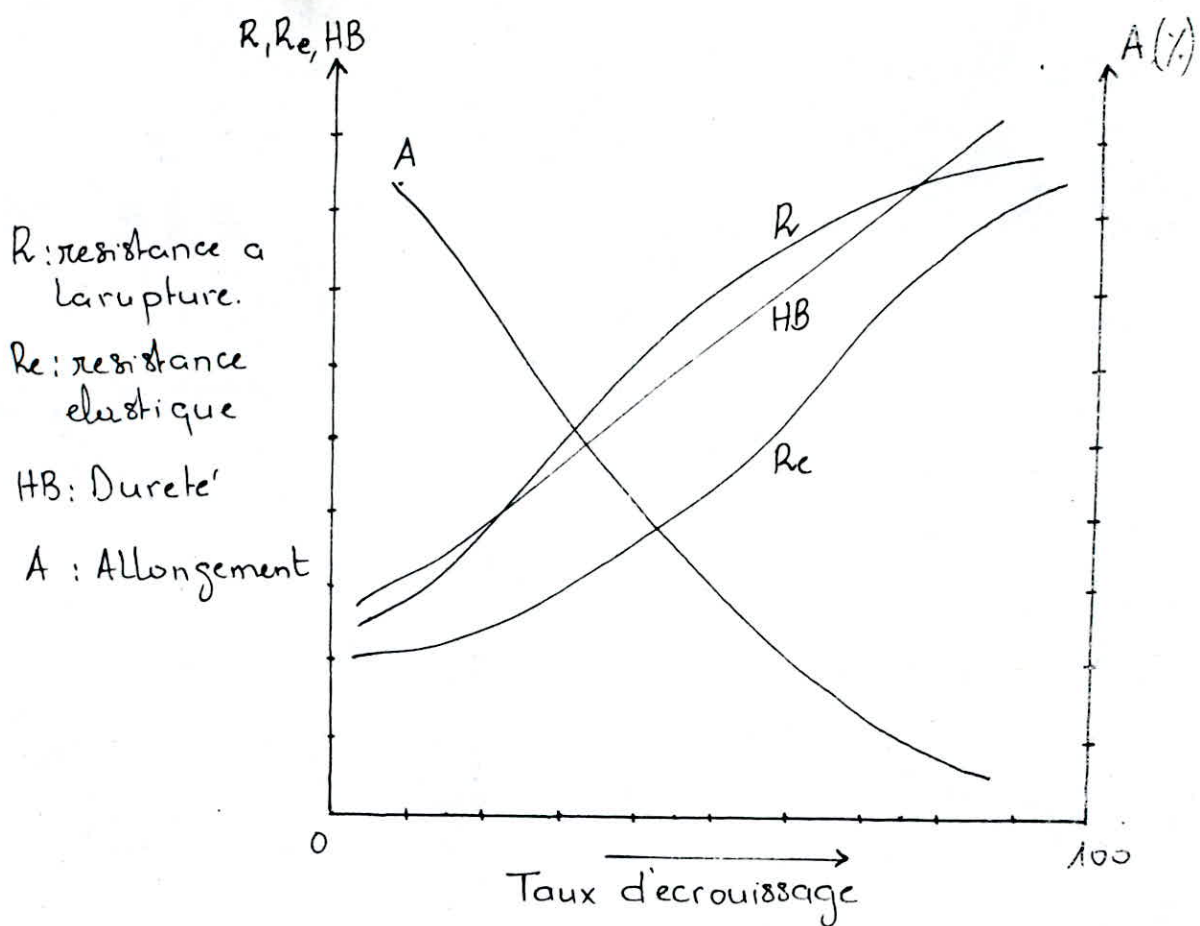


Fig. 14: Influence de l'écroutissage sur les propriétés mécaniques.

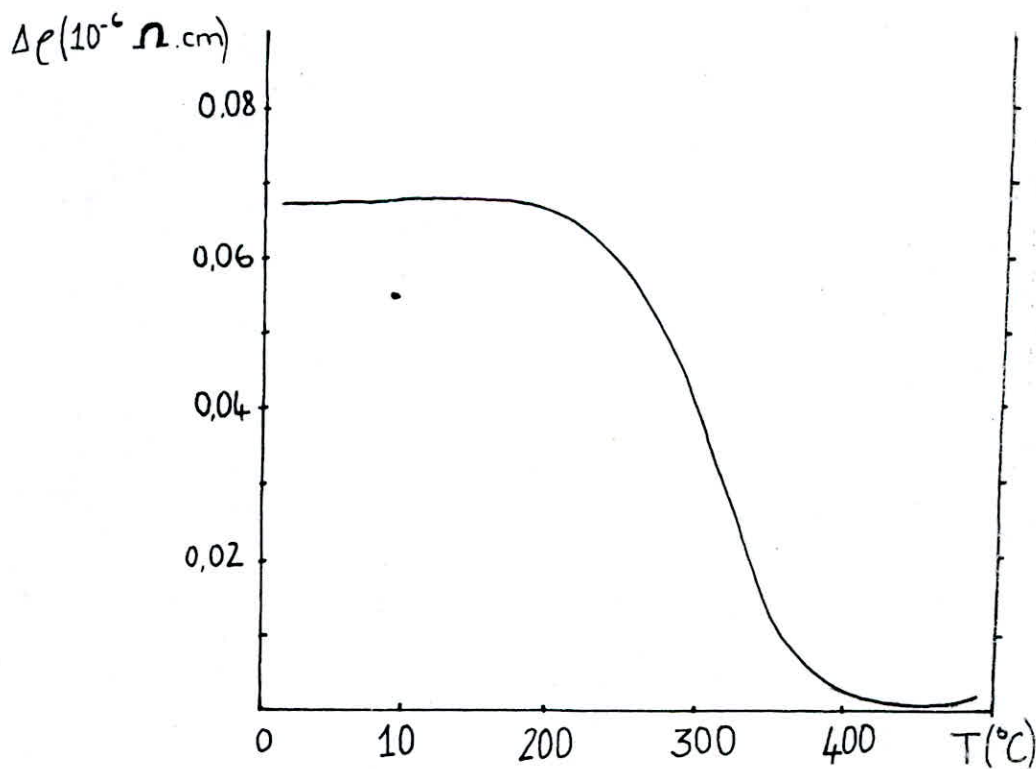


Fig. 15: Restauration et recristallisation de la résistivité du Cuivre.

L'enthalpie libre est élevée et l'état thermodynamique est donc instable . Au cours du recuit , le chauffage permet de libérer cette énergie et la chute de l'enthalpie libre . Ce qui conduit à un état plus stable .

IV-3-1/ RESTAURATION :

Pour des recuits de basse température ou pour des recuits courts , on peut observer un adoucissement partiel du métal sans qu'il y ait modification de la structure visible au microscope optique . Cette première phase du recuit est appelée : la restauration .

Au cours du stade de restauration , il n'y a pas création de nouveaux grains , mais seulement réduction des défauts atomiques et diminution de la densité des dislocations . Cela est obtenu par un réarrangement des dislocations dans des configurations de moindre énergie , formant alors des parois délimitant les cellules d'écrouissage ou sous-joints de grains , et la réduction de la surface de ces sous-joints par croissance des cellules .

La cinétique de restauration dépend beaucoup du métal étudié, de sa pureté , de la présence éventuelle de phases précipitées , et de la nature des défauts éliminés ; la vitesse de restauration est d'autant plus grande que la température de recuit est élevée, mais elle est continuellement décroissante avec le temps de recuit .

Le processus de restauration n'agissant pas de la même manière sur les différentes propriétés et sur la structure , il convient

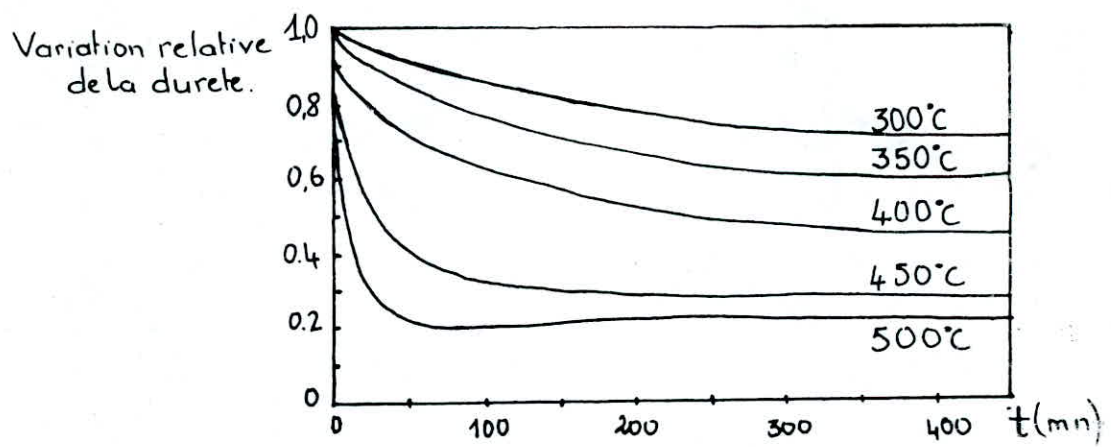


Fig. 16 : Restauration des Propriétés mecaniques du fer.

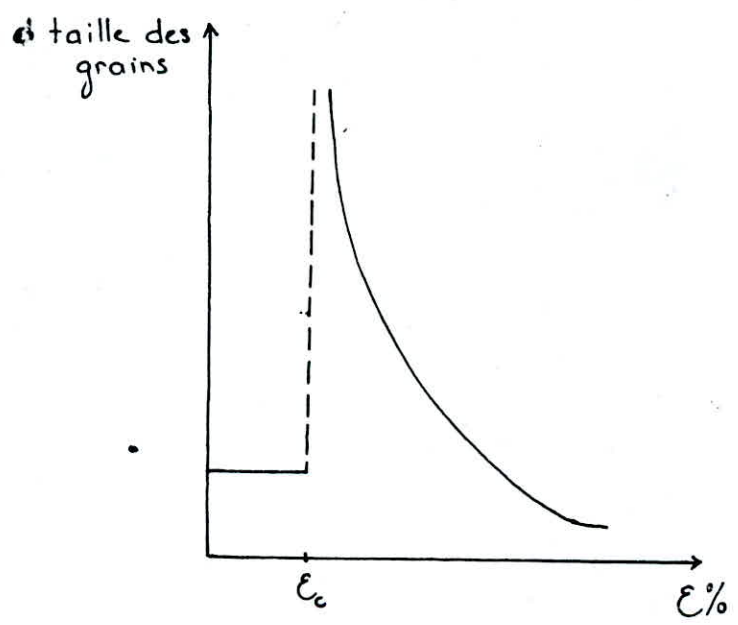


Fig 19 : Deformation Critique

d'étudier séparément leurs évolutions :

IV-3-1-1:Restauration de la résistivité électrique : Après chauffage d'un matériau écroui , la résistivité diminue ; cela est dû dans une première étape à l'élimination des défauts ponctuels comme les lacunes ; et dans une seconde étape , à la diminution de la densité des dislocations aux températures plus élevées .

Il est nécessaire , pour bien apprécier cette diminution de la résistivité , de mesurer celle-ci à basse température pour minimiser l'influence de l'agitation thermique des atomes sur les résultats (fig.15) .

IV-3-1-2:Restauration des propriétés mécaniques : Les propriétés mécaniques varient peu pendant la restauration , car elles sont peu sensibles aux défauts ponctuels . Mais leur évolution dépend essentiellement du comportement des dislocations .

Ainsi , on distingue deux catégories de métaux :

- pour les métaux à faible ou moyenne énergie de défaut d'empilement comme Cu et Ni , les dislocations ne montent pas facilement , les propriétés mécaniques n'évoluent qu'au cours de la recristallisation .

- pour les métaux à forte énergie de défauts d'empilement , comme le fer et Al , on a un réarrangement important des dislocations et relativement facile ; une restauration notable des propriétés mécaniques se produit avant recristallisation .

La vitesse de restauration étant une fonction croissante de la température et continuellement décroissante du temps de recuit ,

quelque soit la propriété mesurée au cours du temps , la valeur mesurée atteint un palier qui n'évolue plus sauf si la température de recuit augmente (fig.16) .

IV-3-1-3:Restauration de la structure : La variation de la structure n'est observée que dans un certain nombre de métaux à forte énergie d'empilement . Car dans ces métaux , le glissement et la montée des dislocations n'exigent pas beaucoup d'énergie , ainsi observe-t-on un réarrangement des dislocations qui forment des sous-joints de grains .

IV-3-1-4:La polygonisation : Généralement , la croissance lente et limitée des cellules est masquée par l'apparition de nouveaux grains pendant la recristallisation , mais dans des cas particuliers (faible écrouissage , blocage de la germination par des précipités) , la croissance des cellules peut devenir suffisamment importante pour que les sous-grains atteignent des dimensions importantes , visibles au microscope optique ; c'est la polygonisation .

Quand la déformation est très importante , dans certains métaux , la structure en cellules existent déjà , c'est la structure d'écrouissage ; et le traitement thermique n'apporte alors qu'une croissance du diamètre moyen des cellules . La polygonisation est favorisée par :

- de fortes énergies de défauts ,
- de faibles déformations ,
- une grande pureté du métal qui facilite le glissement et la montée des dislocations .

Fig. 18: Coalescence des sous-joints.

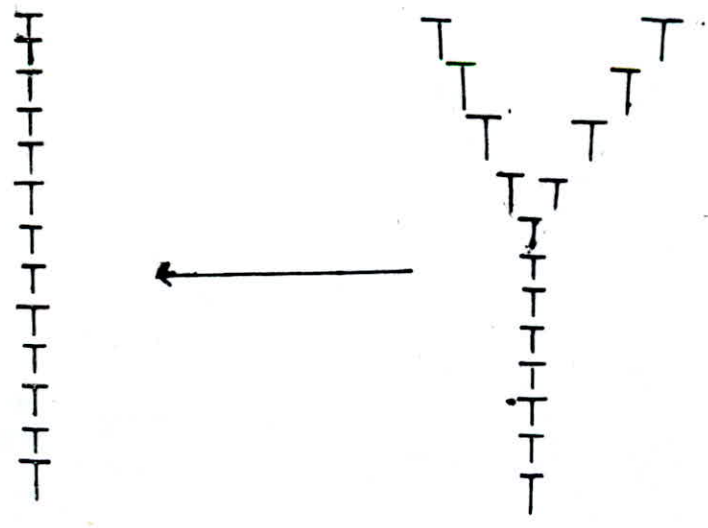
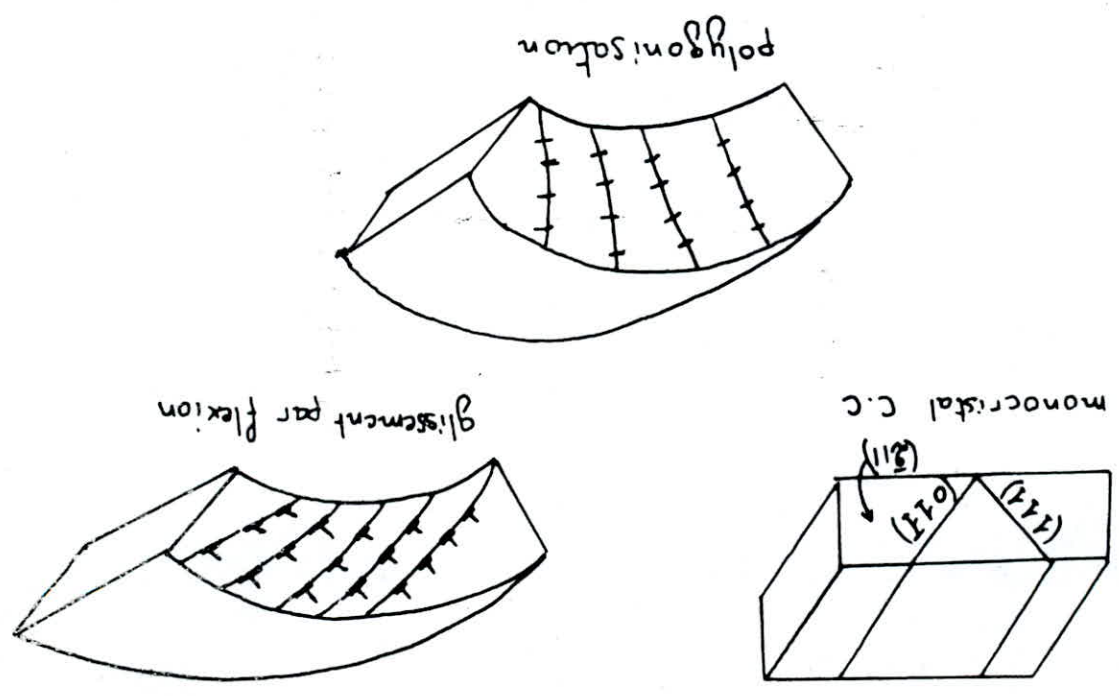


Fig. 17: Polygonisation après flexion d'un monocristal.



IV-3-1-5: Mécanisme de la restauration : La variation de la structure n'est observée que dans les métaux à forte énergie d'empilement, et le mécanisme qui conduit à cette polygonisation dépend du nombre de système de glissement pour lequel s'est effectuée la déformation.

Nous exposerons le processus, quand la déformation se produit par le jeu d'un seul système de glissement, car c'est le plus simple; et nous noterons les différences qu'il peut y avoir quand plusieurs systèmes de glissement sont mis en jeu.

1- La déformation ne s'est produite que par le jeu d'un seul système de glissement :

Pour qu'un seul système de glissement soit actif, on réalise la flexion d'un monocristal bien orienté. Après déformation, un tel cristal renferme un excès de dislocations coin d'un signe, excès qui rend compte de la courbure de l'éprouvette. Au cours du recuit, trois processus vont se produire successivement :

- d'abord, l'élimination des dislocations par annihilation mutuelle de dislocations de signes contraires, finalement demeurent seules les dislocations de même signe (voir fig.10)
- dans un second stade, les dislocations coin d'un même signe se réarrangent 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 de forme polygonale légèrement désorientés les uns par rapport aux autres : c'est la polygonisation.

- dans un troisième stade , la dimension des sous blocs peut augmenter par coalescence des parois , ceci se produit particulièrement aux configurations des parois en Y (fig.18) .

2- La déformation s'est produite par le jeu de plusieurs systèmes de glissement :

C'est le cas général, c'est même la règle pour les polycristaux . A la différence du cas précédent, la répartition des dislocations après déformation est très hétérogène et la situation est plus compliquée , car les dislocations ont différents vecteurs de BURGERS .

Au cours du recuit , les mêmes phénomènes que précédemment se produisent , mais les parois qui limitent les cellules ne sont plus de simples joints de flexion , mais plutôt des parois constituées de réseaux bidimensionnels .

On continue à parler de polygonisation pour signifier que les cristaux d'origine se sont finalement fragmentés en sous grains légèrement désorientés .

IV-3-2/ RECRISTALLISATION PRIMAIRE :

Lorsque l'écroutissage réalisé est suffisant , supérieur à une certaine valeur de l'ordre de quelques % appelé écroutissage critique , le recuit fait normalement apparaître de nouveaux cristaux dont l'orientation cristalline est très différente de l'orientation des grains déformés dans lesquels il se développe ; c'est la recristallisation primaire , qui s'effectue suivant le processus de germination et de croissance . La force motrice qui permet la formation et la croissance des grains provient de

l'énergie emmagasinée sous forme élastique par les dislocations produites au cours de l'écroutissage .

IV-3-2-1:Lois de la recristallisation :

- La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale (fig.19) .

- Plus la déformation est faible , plus la température de recristallisation est élevée , car l'énergie emmagasinée par le métal après déformation est faible , l'apport en énergie calorifique doit donc être plus important pour permettre la recristallisation .

- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation) .

- La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente , et lorsque la température décroît.

- Plus la dimension des grains est grande , plus la déformation requise pour produire la recristallisation dans des conditions de température et de temps données est élevée .

- Les nouveaux grains ne croissent pas au dépend de grains déformés d'orientations voisines .

- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la température est élevée .

IV-3-2-2:Mécanisme de la recristallisation : On distingue deux stades dans le processus : la germination et la croissance des grains .

a) Germination : On admet aujourd'hui que dans la recristallisation , les germes ne résulte pas d'une germination

au sens thermodynamique , les fluctuations dues à l'agitation thermique , même dans une région fortement perturbée par l'écrouissage , ne peut pas expliquer la formation d'un petit domaine bien ordonné et désorienté par rapport à la structure environnante .

En effet , ce mécanisme demande tellement d'énergie pour se produire que sa probabilité d'existence est extrêmement faible . Mais d'un autre côté , une cellule d'écrouissage ne saurait par elle même constituer un germe , car celui-ci doit , pour ne pas se résorber , être limité par des parois bien définies et suffisamment mobiles , ce qui exige une désorientation assez forte entre germe et matrice écrouie .

On peut raisonnablement penser que la germination est le résultat de la croissance progressive d'une cellule d'écrouissage située près d'une hétérogénéité dans la structure écrouie , anciens joints de grains , bandes de déformation et les régions voisines des gros précipités indéformables .

Les modèles de germination généralement admis sont les suivants :

1- Croissance des cellules : Les parois des cellules s'affinent et se déplacent en balayant des dislocations , après une certaine croissance , les cellules se trouvent automatiquement désorientées par rapport au reste du cristal . Ce qui assure la condition de stabilité du germe .

2- Coaléscence des cellules : Dans ce mécanisme suggéré par la microscopie électronique , les limites entre certaines cellules se désagrègent par annihilation partielle et réarrangement des

dislocations de quelques parois ; d'où la formation d'une cellule plus grosse et plus désorientée par rapport à ses voisines ; par répétition, ce processus conduit à des cellules qui atteindraient la dimension critique pour constituer des germes .

IV-2-2/ CROISSANCE :

La taille critique étant atteinte , les germes croissent dans la matrice par la migration de joints de grains de forte désorientation . Ce déplacement résulte des sauts d'atomes , plus fréquents dans le sens de la zone écrouie vers la zone recristallisée , car ces sauts correspondent à une diminution de l'énergie libre du système .

La vitesse de migration dépend de la teneur en impuretés ; d'après les calculs de CANN /11/ et de LUCKE et STUME /12/, basés sur le fait que le joint migre en entraînant avec lui un nuage d'impuretés , ont montré que la vitesse de migration des joints des grains pouvait être exprimée par la relation :

$$V = F \cdot \alpha \cdot (1/C_{ss}) \cdot (U/K.T) \cdot (D_i/K.T) \cdot \exp(- (Q_i - U)/T)$$

avec : - D_i : constante de diffusion des impuretés en solution solide ,

- Q_i : constante de l'énergie d'activation de la diffusion des impuretés ,

- C_{ss} : concentration des impuretés en solution solide ,

- U : énergie d'interaction entre les impuretés et le joint ,

- T : température de recuit, - K : constante de Boltzmann,

- α : constante déterminée expérimentalement ;

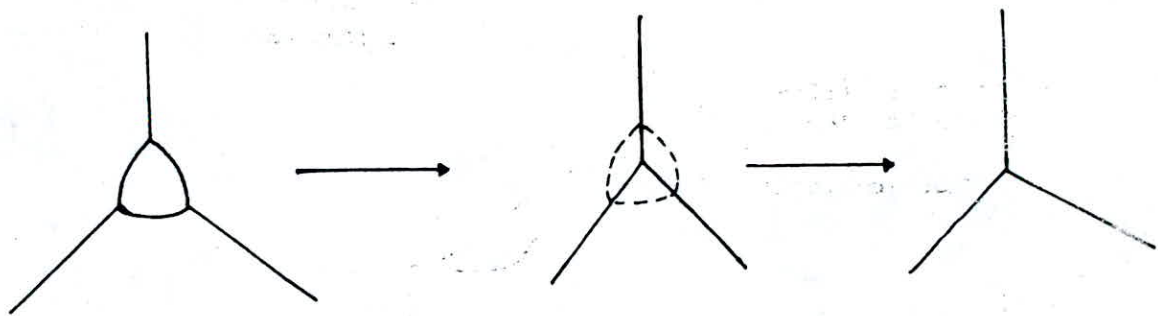


Fig.20: Mécanisme de Croissance des grains.

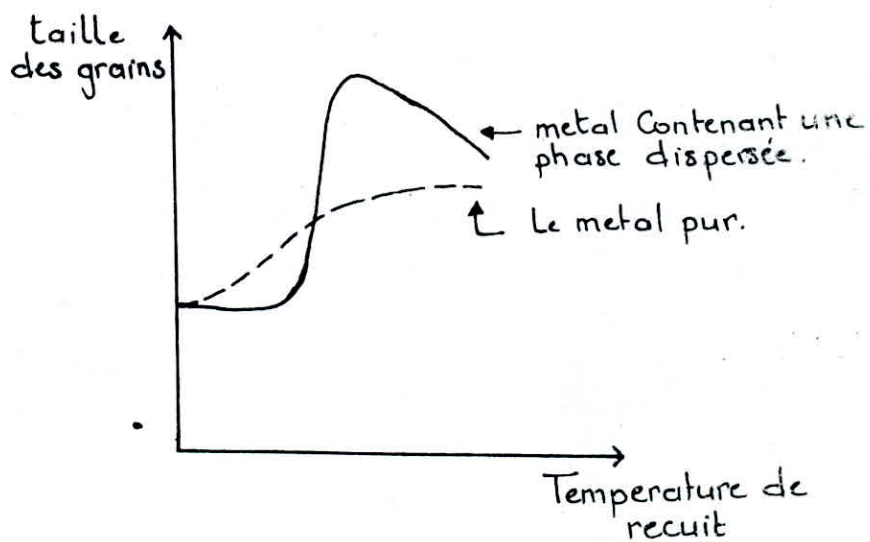


Fig.21: Variation de la taille des grains avec la température au cours de la recristallisation et de la recristallisation Secondaire.

En pratique , on s'intéresse surtout à la cinétique de recristallisation qui exprime la fraction volumique recristallisée en fonction du temps .

La cinétique de recristallisation suit une loi de la forme de JOHNSON-MEHL :

$$F = 1 - \exp(-K.t^{\alpha} . \exp(-Q/R.T))$$

K et α : constantes faisant intervenir la densité des germes de recristallisation formés au cours du temps , la répartition spatiale de ces germes et la vitesse de migration des joints de grains ;

Q : énergie d'activation apparente de la recristallisation ;

Selon certaines approximations , le temps de demi-recristallisation $t_{1/2}$ correspondant au temps de recristallisation de 50% du volume du métal est donné par la relation :

$$t_{1/2} \approx 0.055 \cdot d_m / V_T$$

d_m : diamètre moyen des grains en fin de recristallisation ;

V_T : vitesse de migration des joints de grains à la température T .

IV-3-3/ GROSSISSEMENT DU GRAIN :

Lorsque la recristallisation primaire est terminée , la force motrice de celle-ci n'existe plus ; cependant le métal n'est pas dans son état le plus stable , car il contient encore par rapport au monocristal un excès d'énergie sous forme de joints de grain .

Aussi , après la recristallisation primaire observe-t-on un certain mouvement des joints de grains correspondant à une

diminution de la surface totale des joints de grains , d'où une réduction de l'énergie de surface .

Pour comprendre le processus de grossissement du grain , prenons l'exemple de cristaux de forme hexagonale , tel qu'au point triple, les joints font entre eux des angles de 120° (voir fig.) de façon à équilibrer les trois forces interfaciales . Après recristallisation primaire , l'énergie interfaciale ne peut être réduite , par diminution de la longueur de joints , que par le mouvement de points triples indiqués sur la figure 20 .

La cinétique de grossissement du grain est déterminée par les impuretés présentes en solution solide , les précipités et la force de migration , celle-ci est environ 100 fois plus faible que la force de migration existant pendant la recristallisation primaire . Elle est d'autant plus faible que le diamètre initial des grains est grand , et elle diminue continuellement avec le temps . Le diamètre moyen du grain évolue en fonction du temps suivant une loi de la forme :

$$D = D_0 + \frac{K}{A} \cdot t^n$$

K : constante déterminée expérimentalement ,

n : Constante comprise entre 0.3 et 0.5 ,

D_0 : diamètre initial du grain .

Cette loi est généralement bien vérifiée jusqu'à un certain diamètre au delà duquel le grossissement s'arrête . Ce diamètre limite dépend des facteurs suivants :

- l'orientation moyenne des grains (texture de recristallisation),

-l'importance et le nombre de particules précipitées (ou des grains de la seconde phase dans le cas des alliages polyphasés),
 -dimensions externes de l'échantillon (en particulier , dans le cas des feuilles minces , le diamètre des grains recristallisés est limité à environ 1.5 fois l'épaisseur de la feuille) .

IV-3-4/ RECRISTALLISATION SECONDAIRE :

Lorsqu'un métal écroui est recuit à une température bien supérieure à sa température de recristallisation primaire , on observe parfois , au lieu d'une croissance régulière de grains de dimensions voisines , la croissance soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée. Ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité de ceux-ci , par exemple s'il existe une texture (joints de faible désorientation peu mobiles) ou des précipités fins dispersés qui bloquent les joints . Dans ce dernier cas , seuls sont assez mobiles certains joints de désorientation particulière , si bien que les grains de recristallisation secondaire pourront présenter une texture (figure 21) .

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 .

IV-3-5: MACLES DE CROISSANCE

Dans les métaux de structure c.f.c dont l'énergie d'empilement n'est pas trop forte , il se forme au cours de la

recristallisation des macles de recuit ou macles de croissance .

On suppose que les macles de recuit se forment comme suit :

Nous considérons un cristal croissant par la progression d'une interface (1 1 1) dans le métal déformé , l'édification de la couche atomique suivante pourra être normale ou maclée , pour que l'énergie d'interface par rapport aux cristaux qui croissent dans le voisinage prennent la valeur minimale (fig.22) .

IV-3-6/ RELATION ENTRE LE TAUX DE DEFORMATION , LA TEMPERATURE DE RECRISTALLISATION ET LA TAILLE MOYENNE DES GRAINS :

D'une façon générale , il existe une liaison entre la grosseur du grain de recristallisation , l'écrouissage et la température de recuit . Cela est souvent représenté par une surface dans un diagramme à trois dimensions (fig.23) .

On observe généralement 4 zones typiques :

I- une zone où il n'y a pas de recristallisation , correspondant à de faibles températures de recuit .

II- une zone de gros grains sur faible écrouissage , c'est le domaine de l'écrouissage critique .

III- une zone de grossissement important du grain , correspondant aux températures de recuit élevées ; c'est le domaine de coalescence du grain .

IV- une zone de recristallisation fine pour écrouissages moyens et forts. Malheureusement, un tel diagramme pour un alliage donné n'est pas unique, car de nombreux facteurs métallurgiques peuvent intervenir , comme la densité de précipités et d'inclusions , leur taille et leur nature , l'influence des impuretés et la vitesse de chauffage .

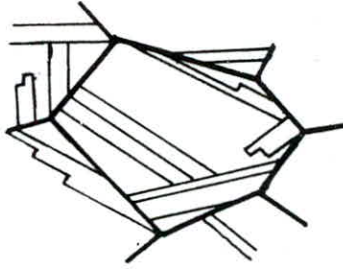


Fig.22 : Modes de Croissance

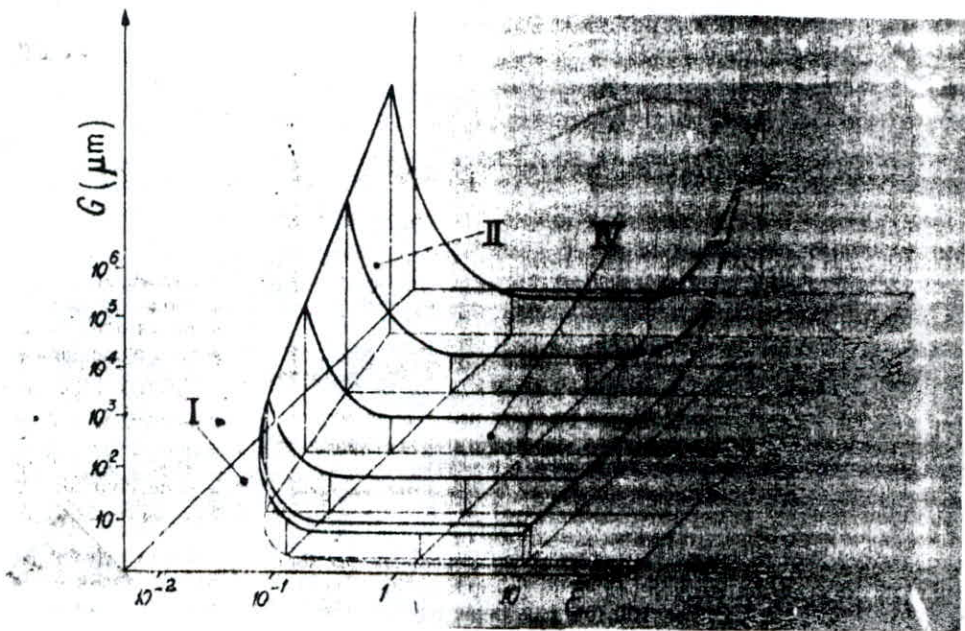


Fig.23 : Diagramme $D = f(\bar{\epsilon}, T)$

La dimension du grain de recristallisation des produits écrouis et recuits peut être très variable, et son contrôle ne s'obtient en général que par une maîtrise de l'ensemble de la gamme de transformation, de la coulée au recuit final.

Un grain fin est généralement recherché car il donne une limite élastique plus élevée. Un métal à grains fins présente également un meilleur allongement à la rupture et un meilleur aspect des surfaces après déformation.

IV-4 : INFLUENCE DU RECUIT SUR LES PROPRIETES

IV-4-1/ PROPRIETES MECANIQUES :

Le traitement de recuit permet en général un adoucissement des métaux et alliages, la figure donne un exemple de l'évolution de la dureté après traitement de recuit à des temps et températures variables (fig. 24)

Quelque soit la propriété portée en ordonnée, la limite élastique, l'allongement à la rupture varie de la même manière au cours d'un traitement de recuit. Ainsi, on constate que chaque courbe du réseau présente trois zones bien distinctes :

- Le premier tronçon de chaque courbe présente une faible pente, ce tronçon est d'autant plus court que la température est plus élevée. Il correspond à la phase de restauration.
- Le deuxième tronçon, de pente nettement plus forte, apparaît au delà d'un certain temps d'autant plus court que la température est élevée. Ce stade correspond à la recristallisation primaire.
- Le troisième tronçon correspond à la fin de la recristallisation.

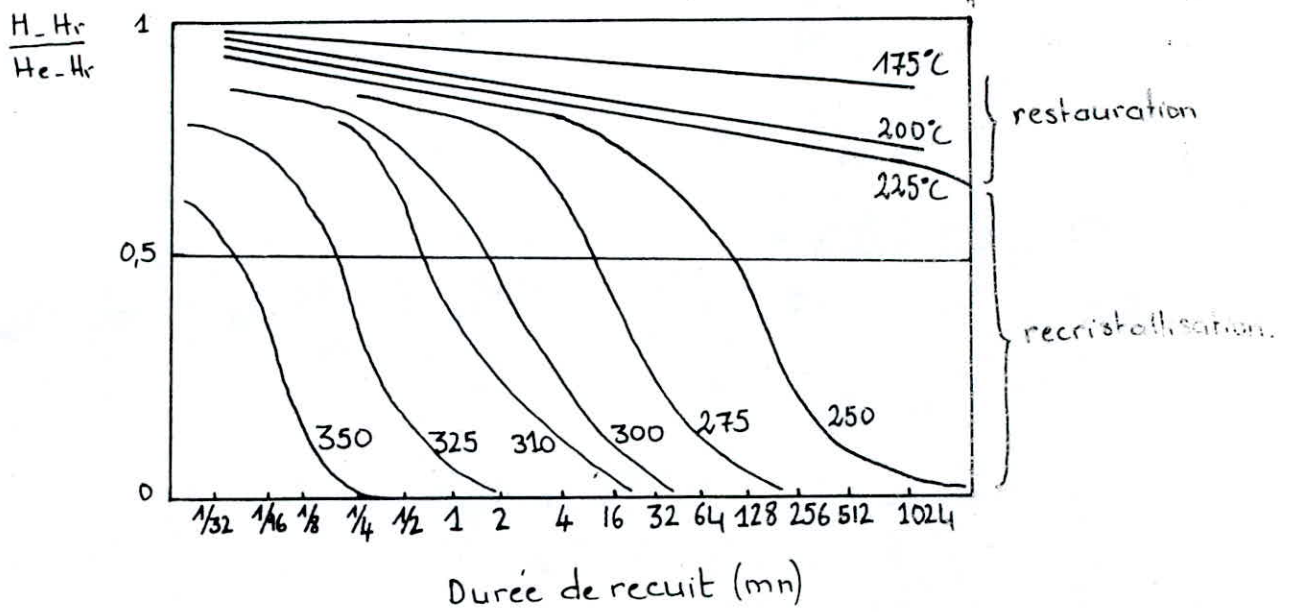


Fig.24: Adoucissement d'un Aluminium à 3% Mg
Par recuits isothermes.

H : dureté Rockwell après le traitement indiqué
 He: " " dans l'état écroui
 Hr: " " dans l'état recuit Complet.

on primaire , et seul peut se produire un grossissement de grain, sa pente est sensiblement nulle .

D'autres phénomènes peuvent se produire lors du recuit (phénomène chimique en général) qui peuvent changer complètement l'allure de ces courbes .

IV-4-2/ PROPRIETES PHYSIQUES :

Le recuit conduit le plus souvent à un retour aux propriétés qui existaient avant ecrouissage , ce retour est plus ou moins complet selon la propriété étudiée .

Ainsi la résistivité électrique , par exemple , diminue considérablement après la restauration , et cela à cause de la réduction des défauts , comme les lacunes et les dislocations ; mais la valeur d'avant ecrouissage n'est atteinte qu'après recristallisation .

IV-4-3/ PROPRIETES CHIMIQUES :

L'opération ecrouissage-recuit peut entraîner la précipitation ou au contraire la dissolution de certains éléments. Ce qui peut affecter le comportement chimique du métal .

En effet , à la température de recuit , la solution solide est souvent sursaturée , des phénomènes de précipitation analogues à ceux que l'on observe pendant le vieillissement des métaux , peuvent se produire d'autant plus que la structure contient de nombreux défauts (dislocations , sous-joints) qui accueillent la précipitation .

Par ailleurs , le recuit peut introduire une modification de

composition de la surface du métal (décarburation , déchromisation) , ou entrainer la formation d'une couche d'oxyde plus ou moins protectrice . Par ces actions , le recuit peut modifier les propriétés chimiques du métal .

CHAPITRE V

**MATERIAUX ETUDIES
ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

CHAPITRE V

MATERIAUX ETUDIES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

V-1 : MATERIAUX ETUDIES

V-1-1/ ALLIAGE CUIVRE-NICKEL :

Les échantillons en alliage Cu-Ni 75-25 ont été fournis par la B.C.A sous forme de flans de 1 DA . Ils sont à l'état non poinçonné . Deux types de flans ont été utilisés :

a) Flans traités thermiquement (recuit) dans l'état d'importation qui seront caractérisés et qui serviront de référence pour déterminer l'état du traitement thermique appliqué .

b) Flans non traités qui subiront les traitements de recuit .

V-1-1-1: Composition chimique :

La composition chimique a été déterminée par analyse spectrale. Les résultats sont présentés dans les tableau suivants:

Tableau 1 : Composition chimique de l'alliage Cu-Ni

Elément	Cu	Ni	Al	Mn	Fe	Zn	Mg	Sn	Si
Composition	69.38	28.74	1.22	0.39	0.67	0.1	0.01	0.03	0.02

Cette composition est une moyenne prise sur trois échantillons choisis au hasard . Elles s'éloignent de la composition théorique , cela provient des conditions d'élaboration et de traitements .

V-1-1-2: Dimensions des flans :

Les mesures des dimensions ont été faites à l'aide d'un palmer , l'erreur est estimée à 0.01 mm , les résultats sont

regroupés dans le tableau 2 :

Tableau 2 : Dimensions des flans de 1 DA en Cu-Ni

Dimension Flans	Diamètre (mm)	Epaisseur au centre (mm)	Epaisseur au bord (mm)
Recuits	24.62	1.63	1.88
Non recuits	24.58	1.63	1.88

V-1-1-3 : Planeité des flans :

La mesure de planeité a été effectuée à l'aide d'un comparateur sur une distance de 18 mm. Une dénivellation absolue de 0.01 mm a été mesurée. La planeité prise comme le rapport de la dénivellation maximale sur la distance de mesure est égale à $5.5 \cdot 10^{-4}$.

V-1-1-4 : Densité :

La valeur de la densité pour les deux flans est :

Tableau 3 : Densité des flans Cu-Ni

	Masse moyenne (g)	Volume moyen (cm ³)	Densité moyenne (g/cm ³)
Recuits	6.964	0.833	8.36
Non recuits	7.052	0.800	8.81

V-1-1-5 : Paramètre de la maille :

Le paramètre de la maille a été déterminé par la méthode de DEBAYE-SCHERRER.

$$a (\text{Cu-Ni } 75-25) = 3.587 \text{ \AA}$$

V-1-1-6 : Structure micrographique :

a) Etat ecroui : Cet état est caractérisé par

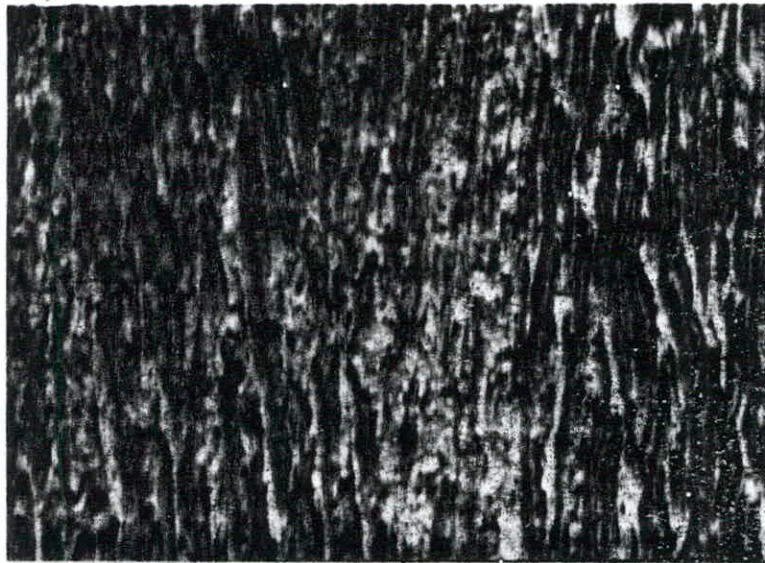


Fig.25 : Cu-Ni à l'état brut (ecroui) x 100



Fig.26 : Cu-Ni à l'état recuit (importe) x 200

l'existence de grains fins équiaxes dispersés dans la matrice ecroui . On remarque la présence de grains fins ne disposent pas d'orientation privilégiée à côté de grains de taille plus importante orientés et plus amincis . on ne constate pas de macles . D'après la figure , la structure n'a pas subi un ecrouissage important , cela est dû soit à un laminage à chaud ou à un laminage important avec des recuits intermédiaires .

La microdureté est de :

La dureté est de :

b) Etat recuit : La structure est complètement recristallisée , les grains sont orientés de façon aléatoire . Ils ont une forme polyédrique avec des angles nets . Les macles thermiques traversent les grains de bout en bout . Et dans certains cas , ils sont arrêtés dans le grain avec une interface incohérente (fig.25) .

La taille des grains est de :

La microdureté est de :

La dureté est de :

V-1-2/ ACIERS INOXYDABLES FERRITIQUES :

Dans cette étude , nous avons considéré deux qualités d'acier inoxydable.

- Première qualité : livrée par la B.A sous forme de flans de 1 DA recuits , qui sont destinés à la caractérisation et à servir de référence .

- Deuxième qualité : livrée par la B.C.R de Bordj-Ménaciel sous

forme d'échantillons . Cette qualité servira pour l'étude des conditions de traitement thermique .

V-1-2-1 : Composition chimique : La composition des deux qualités est exposée dans le tableau suivant :

Tableau 4 : Composition chimique des aciers inoxydables

Composition	Fe	Cr	Mn	Si	C	S	P
Qualité	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Acier B.A	reste	15.35	0.35	0.29	0.074	0.001	0.017
Acier B.C.R	reste	13.91	0.35	0.34	0.069	0.02	0.023

On constate que la composition chimique des deux cavités sont identiques . On peut donc affirmer qu'il sont de la même nuance , à savoir Z8C17 en norme AFNOR , ou 340 en norme ASTM .

V-1-2-2 : Dimensions des flans : Les dimensions des flans de la qualité B.A sont :

- Diamètre = 24.62 mm
- Epaisseur au centre = 1.65 mm
- Epaisseur au bord = 1.78 mm

V-1-2-3 : Planeité : La planeité effectuée ici dans les mêmes conditions que les flans au Cu-Ni a donné les mêmes résultats 0.055 % de dénivellation .

V-1-2-4 : Densité : Les valeurs obtenues sont :

Tableau 5 : Densité des aciers inox

Qualité	Masse moy. (g)	Volume moy. (cm ³)	Densité (g/cm ³)
B.A	6.193	0.857	7.27
B.C.R	//	//	7.84

V-1-2-5 : Paramètre de la maille :

$$a (Z8C17) = 2.85 \text{ \AA}$$

V-1-2-6 : Structure micrographique :

a) Etat non traité (acier B.C.R) : L'acier utilisé par la B.C.R de Bordj-Ménaeil se caractérise à l'état brut par une structure dans laquelle coexistent des grains de taille importante avec des grains fins . On ne constate pas d'orientation privilégiée des grains . De fines particules sont dispersées dans la matrice , elle correspondent au précipité de carbures

La microdureté est de :

La dureté est de :

b) Etat recuit (acier B.A) : La matrice est ferritique, la taille des grains est variable , les grains ont une forme polyédrique avec des contours arrondis . Un précipité de carbure de chrome est dispersé sous forme de fines particules dans les grains ferritiques et sur les joints de grains (Fig.26)

La microdureté est de :

La dureté est de :

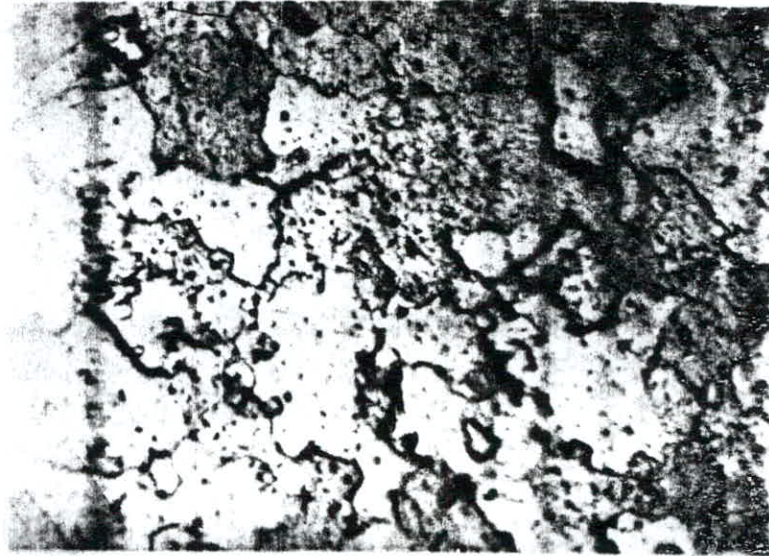


Fig.27: Acier inox à l'état brut x200

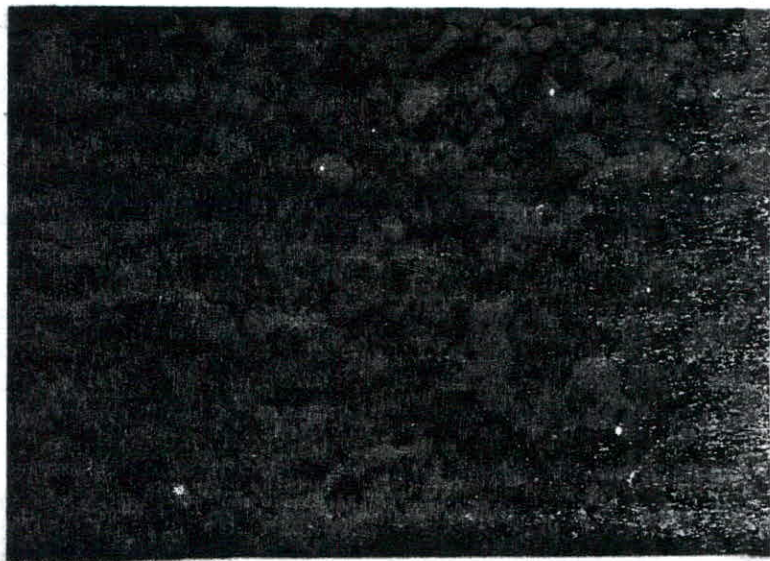


Fig.28: Acier inox à l'état recuit (importé) x200.

La taille de grain est de :

V-2 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

V-2-1/ TRAITEMENTS THERMIQUES :

Le traitement de recuit a été effectué dans le four CONTROLAB TYPE 110 MC .

Pour les échantillons en Cu-Ni , on a choisi 6 températures de recuit 720 , 760 , 800 , 860 , 900 et 940 °C ; pour chaque température , quatre temps de maintien sont choisis 5 , 10 , 20 et 30 minutes .

Pour les échantillons en acier inox , les températures choisies sont : 700 , 750 , 800 , 850 °C ; les temps de maintien sont les mêmes que précédemment . Donc , on a en tout 24 échantillons de Cu-Ni et 16 en acier inox .

V-2-2/ PREPARATION DES ECHANTILLONS METALLOGRAPHIQUES :

Après les recuit , les échantillons sont enrobés dans une résine , puis subissent des polissages mécaniques avec des papiers abrasifs allant du plus gros au plus fin (120 , 320 , 600 et 1000) .

La finition a été faite en utilisant un feutre avec une patte diamantée sous un lubrifiant approprié . Après cette opération , et après nettoyage dans une cuve à ultrasons , on sèche les échantillons qui sont prêts pour l'attaque chimique puis la micrographie .

V-2-3/ ATTAQUE CHIMIQUE :

Le réactif d'attaque choisi pour les alliages Cu-Ni est une solution acétonitrique de composition :

- 1 volume d'acide acétique CH_3COOH ,
- 2 volumes d'acide nitrique HNO_3 ,

Ce réactif révèle remarquablement la structure des Cu-Ni après un temps d'attaque de 15 s .

Pour les aciers inox ferritiques , le réactif d'attaque utilisé est l'eau régale composée d'acide chlorhydrique , d'acide nitrique et de glycérine . Pour préparer ce réactif , il faut procéder comme suit : mélanger 1 volume de glycérine + 2 volumes d'acide chlorhydrique dans un bécher ; puis mélanger 1 vol. de glycérine + 1 vol. d'acide nitrique dans un autre bécher . Pour effectuer l'attaque , on mélange les contenus des deux dans un même bécher .

Il est aussi recommandé d'utiliser ce réactif fraîchement préparé . Après un certain temps (4 heures environ) , ce réactif n'est plus efficace .

Le temps d'attaque est assez long , il est de 5 à 6 minutes .

V-2-4/ MICROSCOPIE OPTIQUE :

L'appareil utilisé est un microscope métallographique à lumière transmise , de marque KARL ZEISS IENNA ; le grossissement utilisé pendant la prise de microphotographie est $G=255$.

V-2-5/ MESURE DE DENSITE :

Pour déterminer la densité des échantillons monétaires , on a d'abord déterminé leur masse et leur volume . La masse a été déterminée à l'aide d'une balance analytique de grande précision . Pour déterminer le volume , on immerge un grand nombre d'échantillons dans un tube gradué rempli par un volume d'eau connu .

Le volume d'un échantillon immergé est égale à la variation de volume d'eau par le nombre d'échantillons immergés .

V-2-6/ ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE :

L'analyse radiocristallographique a été effectuée au Labo " Solutions Solides de l'USTHB " . La méthode utilisée pour déterminer les paramètres de la maille des échantillons Cu-Ni et acier inox recuits est la méthode de DEBYE-SCHERRER .

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- Diamètre de la chambre D.S : 114.83 mm
- d.d.p : 40 KV
- Intensité de courant : 20 mA
- Longueur d'onde () : 1.541 Å
- Temps de pose : 2 heures

V-2-7/ MESURE DE MICRODURETE :

Les essais ont été effectués à la B.C.R , l'appareil utilisé est de marque OTTO WOLPERT dont le pénétrateur en diamant a une forme pyramidale à base carrée . La charge utilisée est de 200 g .

V-2-8/ MESURE DE DURETE :

Les essais de dureté ont été effectués à la B.A sur un appareil OTTO WOLPERT .

Le pénétrateur est une bille en acier de diamètre 2.5 mm , et la charge utilisée est de 62.5 Kg .

V-2-9/ DETERMINATION DE LA TAILLE DES GRAINS :

La méthode utilisée pour la détermination de la taille des grains est la méthode par comparaison avec des images types

(voir annexe) . Les images types utilisées sont celles de la norme française NF.04-504 pour les alliages de cuivre , et NF.04-503 pour les aciers .

RECHERCHES EXPERIMENTALES

CHAPITRE VI :
RESULTATS EXPERIMENTAUX

CHAPITRE VI

RESULTATS EXPERIMENTAUX

VI-1: COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE Cu-Ni AU COURS DU RECUIT

Afin de déterminer les conditions de recuit et dans le but d'étudier la cinétique de recristallisation de l'alliage Cu-Ni 75-25, nous avons procédé à une série de traitements de recuit. Les paramètres d'étude sont :

1/ La température : Les températures choisies sont 720, 760, 800, 860, 900 et 940. Ce domaine de température nous permet de suivre le comportement de l'alliage durant toutes les étapes de recristallisation.

2/ Le temps de maintien : Les durées de maintien utilisées sont : 5, 10, 20 et 30 minutes qui correspondent à la taille des pièces traitées. D'un autre côté et vu que les résultats de notre travail sont destinés à être utilisés par l'industrie monétaire, on a préféré minimiser l'intervalle de temps et de température pour obtenir des résultats plus précis sur le recuit à pratiquer pour chaque type de flan. D'ailleurs, les recuits utilisés dans l'industrie monétaire ont des temps de maintien assez courts, le flan étant placé sur un tapis roulant qui traverse le four, la vitesse du tapis détermine le temps de maintien.

3/ Vitesse de refroidissement : Le refroidissement a été effectué à l'air calme, le chauffage a été fait sous atmosphère normale. Ces conditions ne sont pas convenables pour cet alliage en tenant compte des exigences d'utilisation, car on a remarqué qu'une

couche d'autant plus épaisse que la température est élevée se décolle après refroidissement ; cette couche est apparemment une couche d'oxyde et de nickel qui affecte considérablement l'état de surface et la masse ainsi que les dimensions du flan .

Les objectifs de l'étude expérimentale sont :

- 1/ L'étude de l'évolution de la morphologie au cours du recuit (influence du temps et de la température de recuit) .
- 2/ L'étude de l'évolution de la dureté au cours du recuit .
- 3/ La comparaison avec les flans recuits importés et utilisés actuellement par la Banque d'Algérie .

VI-1-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE :

La recristallisation à 720°C ne démarre qu'après un temps d'incubation de l'ordre de 5 minutes . Après 10 minutes de maintien , on constate l'apparition de grains fins recristallisés dispersés dans la matrice écrouie . Nous avons estimé le volume recristallisé entre 5 et 8 % , la forme des grains n'est pas précisée .

Lorsque le temps de maintien augmente , le nombre de grains recristallisés augmente . La taille est variable selon "l'âge du grain " , les anciens grains ont une taille relativement importante , tandis que "les grains récemment formés ont une faible taille . Le volume recristallisé est estimé à 25 % après 20 min , et 40 % après 30 minutes . La forme polyédrique se révèle (figures 29 et 30) .

Pour un recuit à 760 °C , la recristallisation débute pendant les 5 premières min , le volume recristallisé est estimé à 5 - 10 %

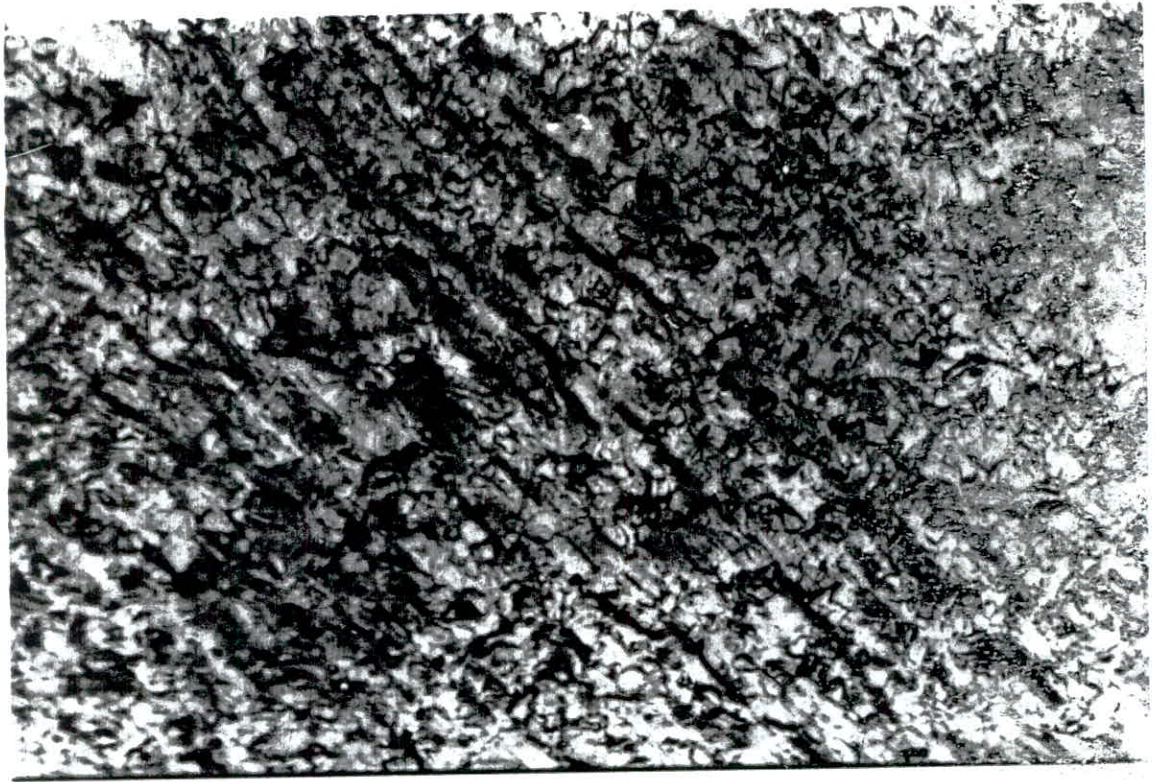


Fig 29 : Cu-Ni recuit à $T=720^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{min}$ ($\times 200$)



Fig 30 : Cu-Ni recuit à $T=720^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{min}$ ($\times 200$)

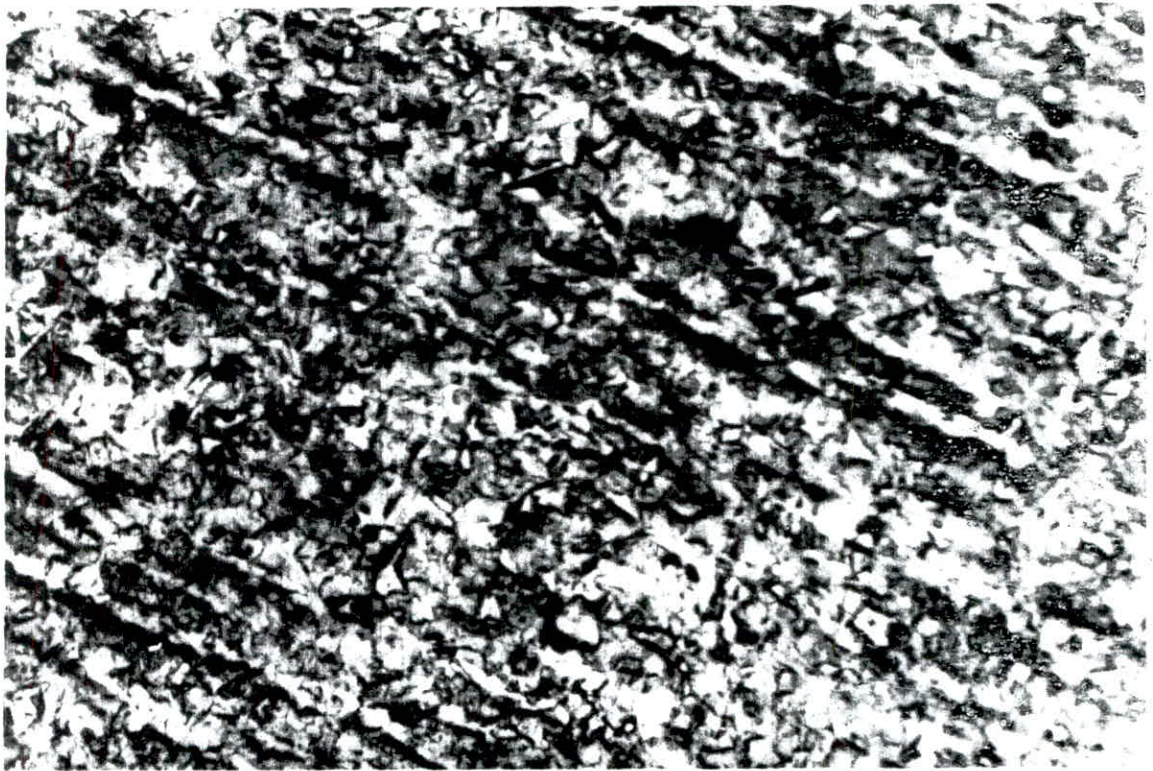


Fig 31 : Cu-Ni recuit à T=760°C et t=5mn (x200)

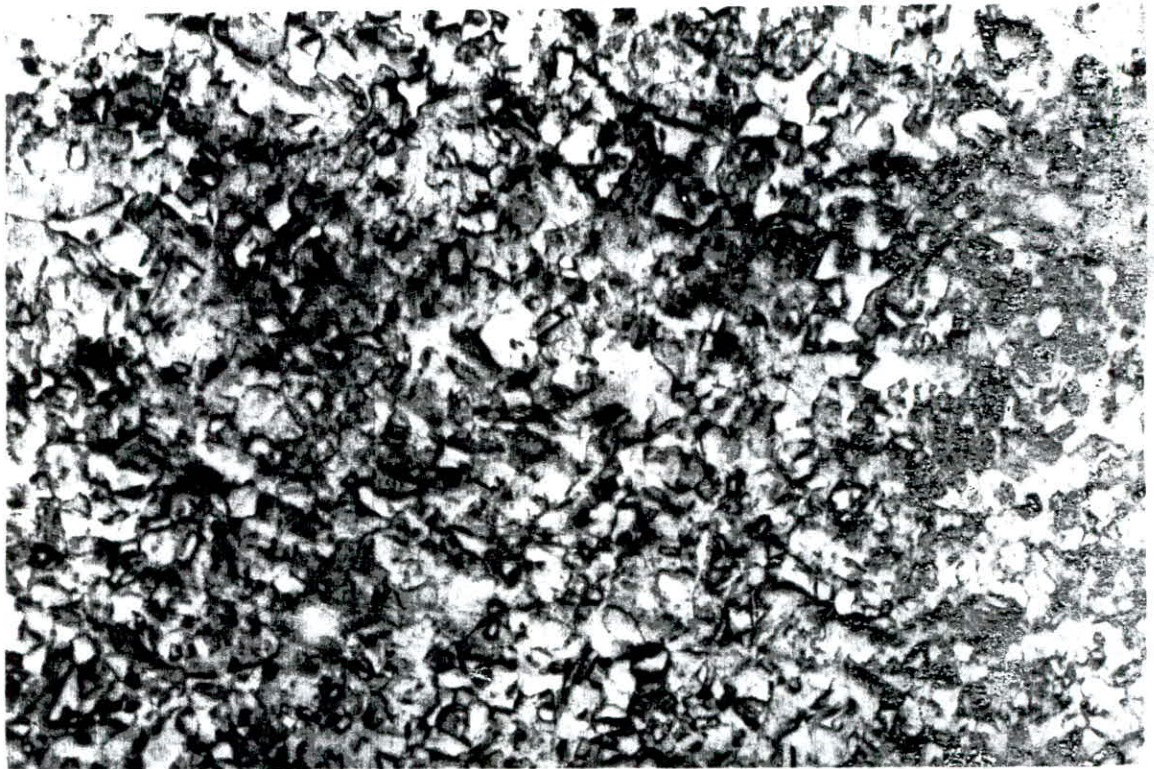


Fig 32 : Cu-Ni recuit à T=760°C et t=30mn (x200)



Fig 33: Cu-Ni recuit à $T=800^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{mn}$ ($\times 200$)

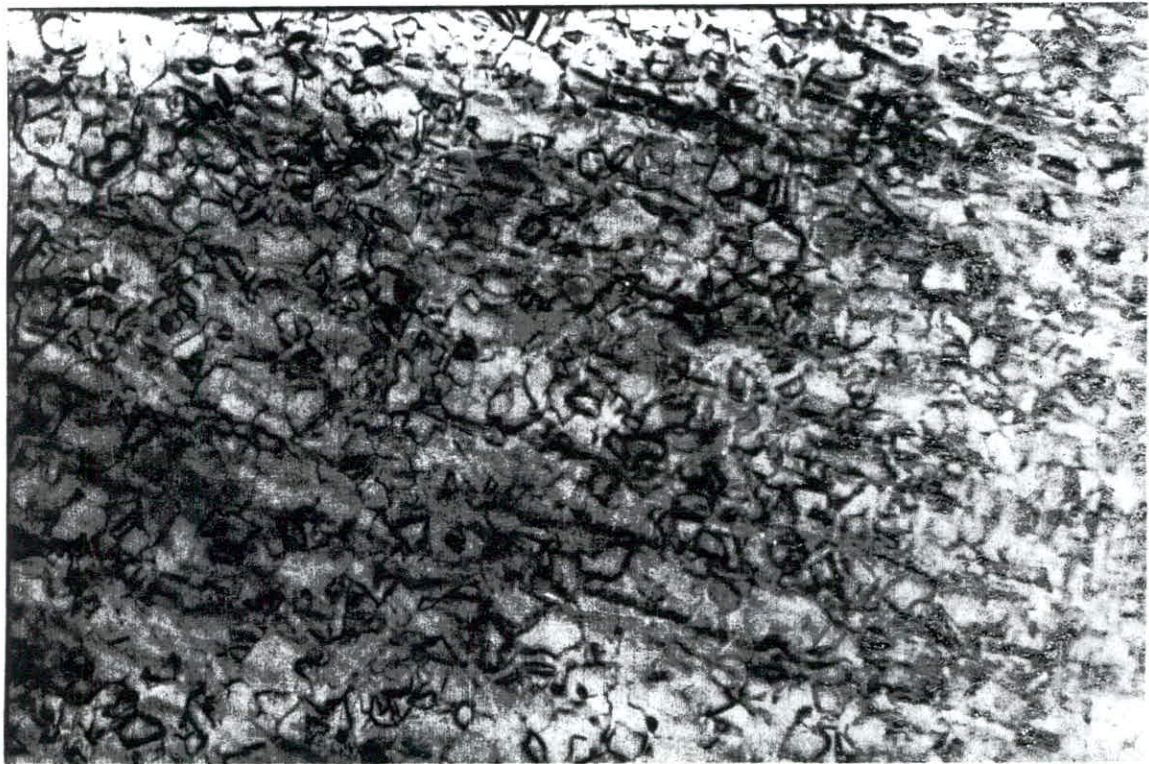


Fig 34: Cu-Ni recuit à $T=800^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{mn}$ ($\times 200$)

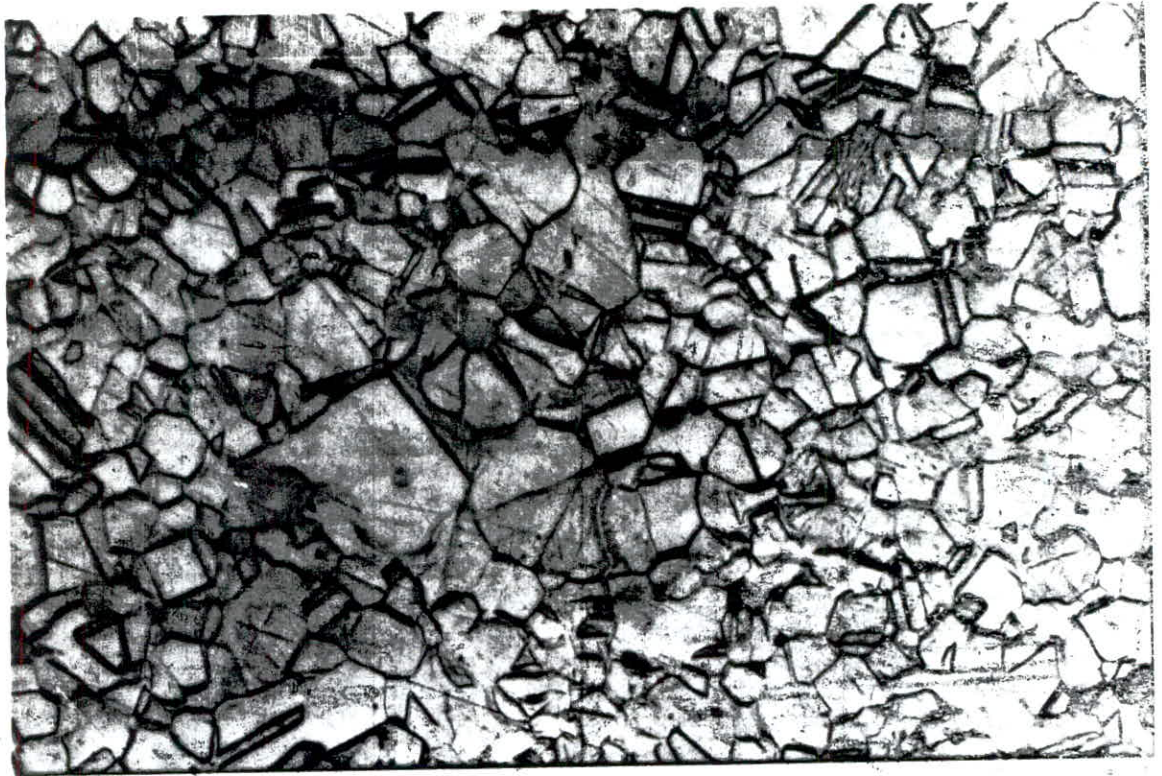


Fig. 35 : Cu-Ni recuit à $T=900^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{ mn}$ ($\times 200$)

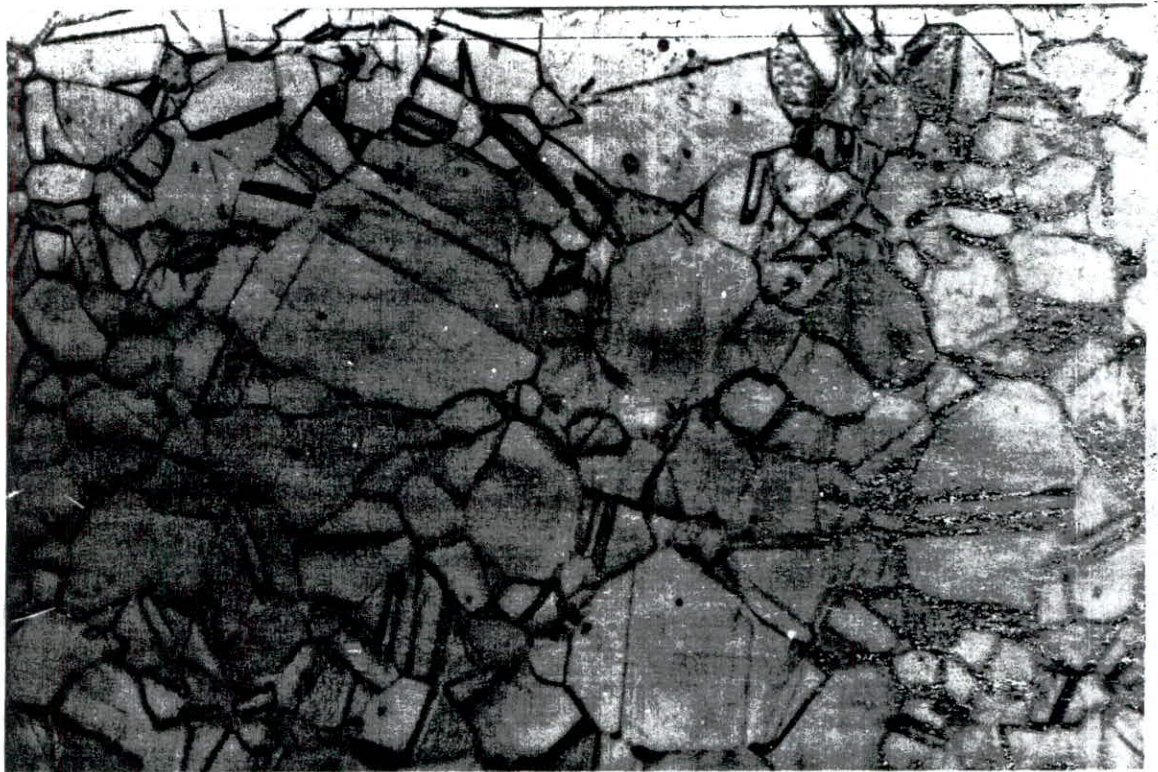


Fig. 36 : Cu-Ni recuit à $T=940^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{ mn}$ ($\times 200$)

pour 5 min , environ 30 % à 10 min , 60 % après 20 min et 70 % après 30 min . Les grains sont équiaxes de forme polyédrique . On ne constate pas la présence de macles . La taille des grains augmente régulièrement avec le temps , mais la distribution n'est pas normale . La taille est variable , des grains de taille importante coexistent avec des grains fins (figures 31 et 32) . La recristallisation à 800 °C montre que le volume recristallisé augmente jusqu'à recouvrir presque toute la matrice . Il est estimé à 25 % après 5 min , 60 % après 10 min , 70 % après 20 min et environ 85% après 30 min .

La taille des grains croît régulièrement avec le temps , mais la distribution n'est pas normale . La forme des grains est équiaxe et polyédrique avec des angles nets . Les macles font leur apparition après 20 min de maintien (figures 33 et 34) .

Les recuits effectués aux températures supérieures à 800°C montrent que la structure est totalement recristallisée .

Certains grains ont une taille plus importante que la moyenne , la forme est polyédrique avec des angles vifs . Les macles traversent les grains ou s'arrêtent à l'intérieur .

On constate un grossissement exagéré de certains grains après 20 min de maintien à 860°C, après 10 min de maintien à 900 et 940°C. La recristallisation secondaire se généralise après un maintien prolongé (figures 35 et 36) .

La taille moyenne du grain augmente rapidement au cours des 10 premières minutes , plus lentement pour une durée supérieure .

La fraction recristallisée de la matrice semble suivre une loi du

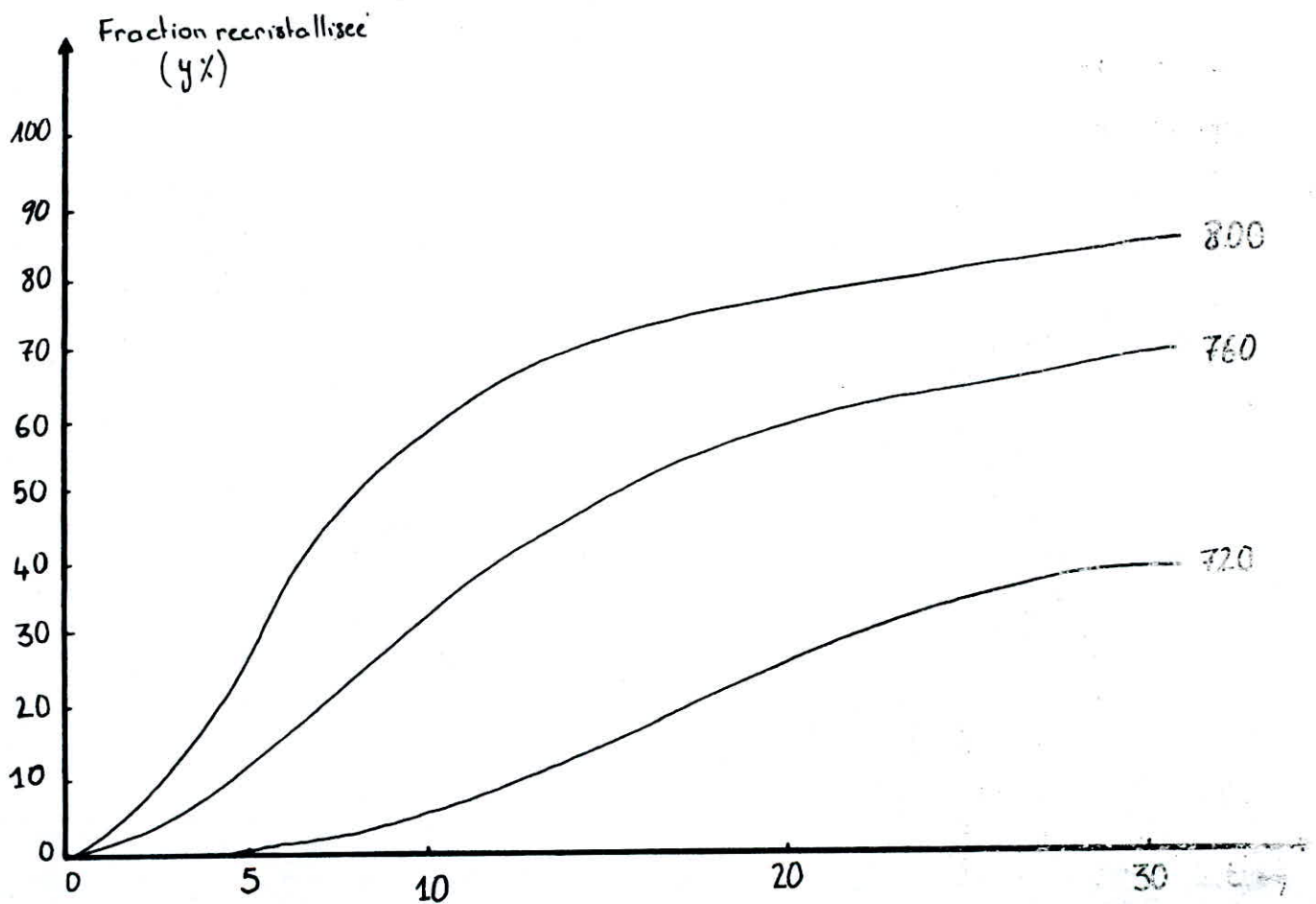


Fig. 37: Cinétique de recristallisation de l'alliage Cu-Ni 75-25

type JOHNSON-MEHL (figure 37) . Plus la température est élevée plus la fraction du volume recristallisé est importante , pour une même durée de maintien . Ainsi , après 30 min , la fraction est de 40% à 720°C , 70% à 760°C et 85% à 800°C .

A 860°C , la structure est complètement recristallisée , les nouveaux grains ont envahi toute la structure , la taille augmente régulièrement avec la température et le temps de maintien .

VI-1-2/ EVOLUTION DE LA MICRO-DURETE :

Les variations de la micro-dureté de la solution solide α en fonction du temps et de la température de recuit sont représentées dans la figure 38 . La dureté de la phase α décroît très rapidement pendant les 5 premières minutes , puis la pente s'adoucit . La dureté est d'autant plus faible que la température ou le temps de maintien est important . La chute de la dureté suit pratiquement une loi linéaire .

VI-1-3/ EVOLUTION DE LA DURETE :

La courbe de la figure 39 montrent une évolution régulière de la dureté de l'alliage Cu-Ni 75-25 après 5 min de maintien , alors que pendant les 5 premières minutes , la chute était brutale . La dureté est d'autant plus faible que la température de recuit est élevée . On constate une tendance à la stabilisation après 20 min de maintien pour les différentes températures de recuit .

TABLEAU 6 : TAILLE DES GRAINS Cu-Ni (μm)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
860	22.5	30.0	31.9	33.7
900	30.0	37.5	41.2	45
940	30.0	41.2	45	50

TABLEAU 7 : ESSAIS DE MICRODURETE POUR Cu-Ni (HV)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
720	103.0	100.0	92.5	88.5
760	96.0	94.2	90.0	86.3
800	91.1	88.6	86.2	84.0
860	89.2	87.9	84.5	81.0
900	88.0	86.6	82.0	81.0
940	87.2	86.5	81.0	76.2

TABLEAU 8 : ESSAIS DE DURETE POUR Cu-Ni (HB)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
720	83.4	82.0	79.5	79
760	82.4	81.5	79.5	78.7
800	81.9	79.5	78.8	78.4
860	79.5	77.4	75.8	75.8
900	78.3	75.8	75.2	73.7
940	74.2	73.6	70.7	70.2

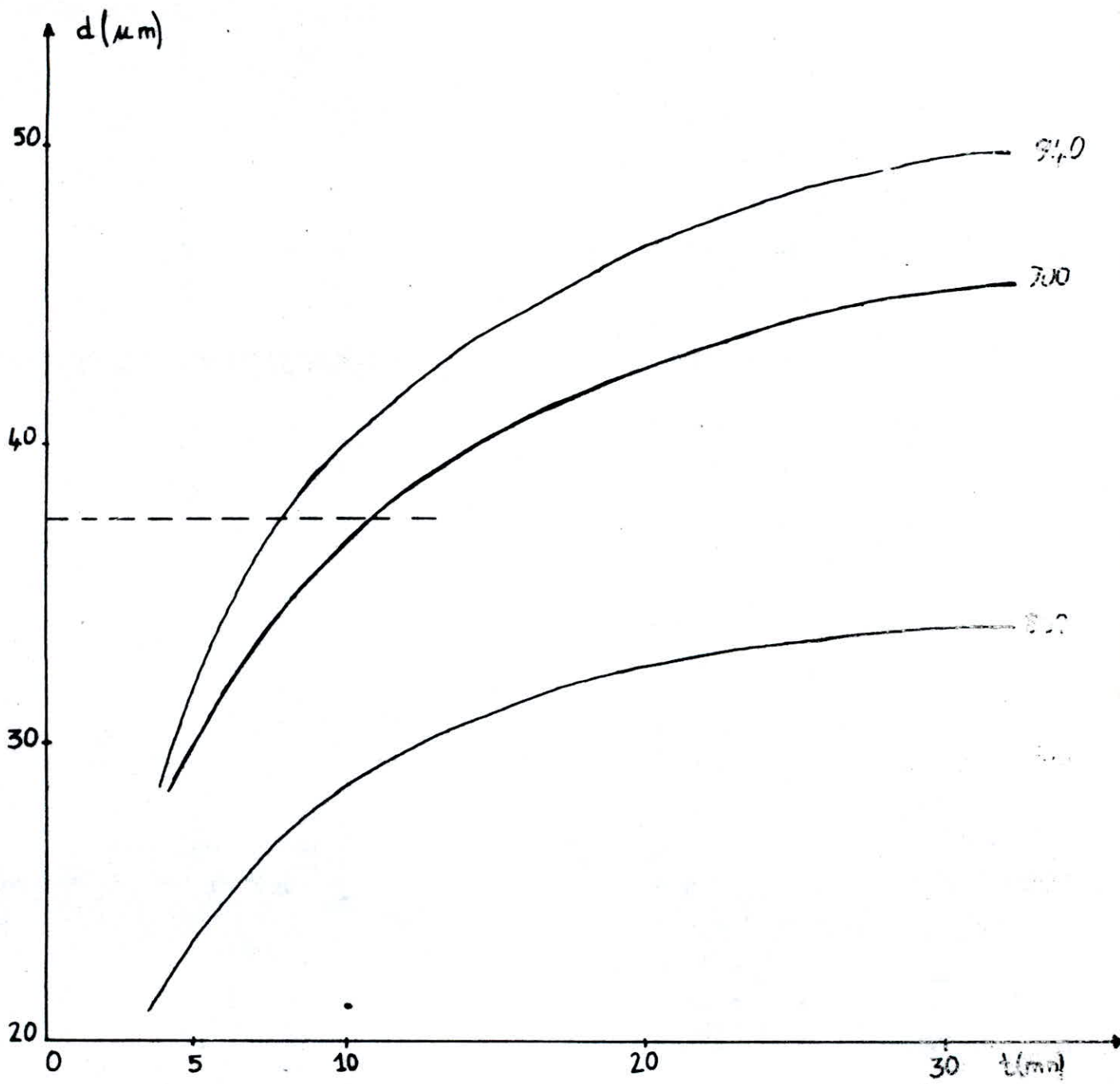


Fig. 40 : Grossissement du grain au cours du recuit de l'alliage Cu-Ni 75.25.

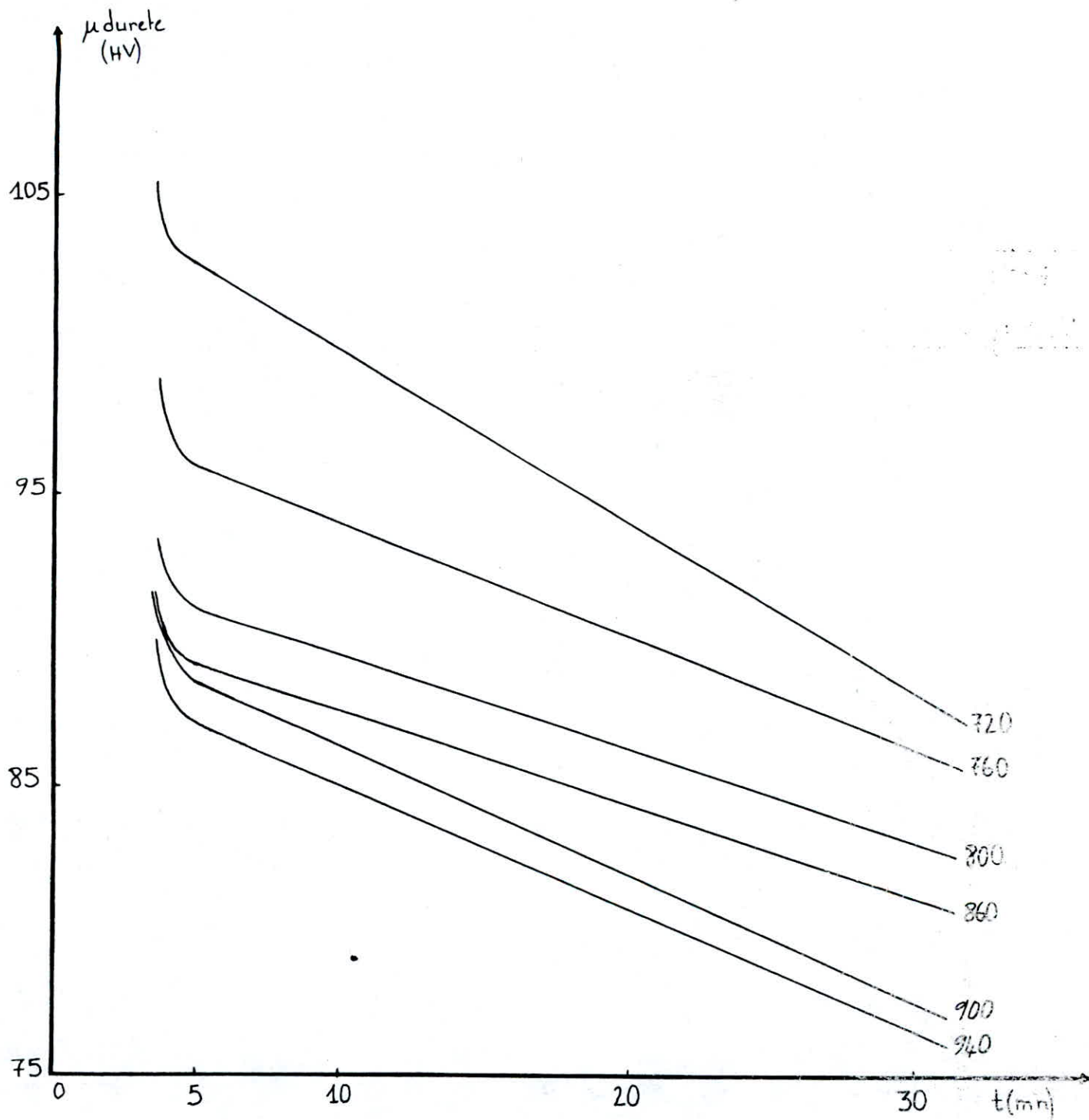


Fig.38 : Evolution de la dureté des alliages Cu-Ni au cours du recuit.

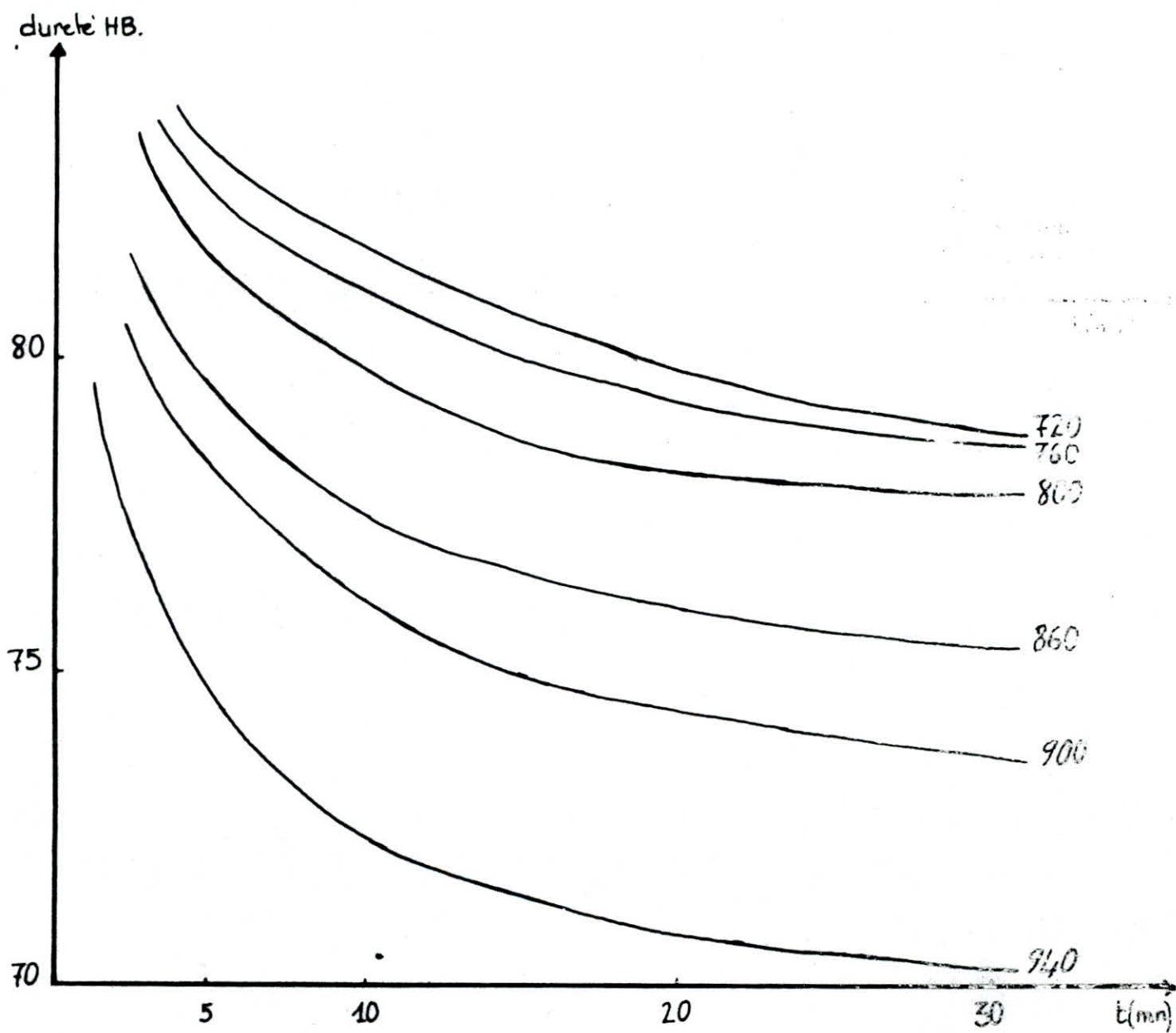


Fig.39 : Evolution de la dureté de l'alliage Cu-Ni 75.25 au cours du recuit.

VI-2 : COMPORTEMENT DE L'ACIER INOX FERRITIQUE AU COURS DU RECUIT

Les objectifs de cette étude sont les mêmes que pour l'alliage cupro-nickel . Les paramètres d'étude sont :

- 1/ La température : On a choisi un intervalle de température allant de 700 à 850 °C , cet intervalle correspond au domaine de traitement thermique des aciers inox ferritiques , car pour des températures plus basses , des phénomènes de durcissement dont on a parlé en chapitre III peuvent apparaître , et pour des températures supérieures à 850°C , on risque de rentrer dans la boucle χ . Les températures choisies sont 700 , 750 , 800 et 850°C.
- 2/ Le temps : Les temps de maintien sont identiques à ceux appliqués pour le recuit des flans Cu-Ni , et cela pour les mêmes raisons .

Les autres conditions de recuit sont analogues à celles des alliages Cu-Ni car on utilise le même dispositif de recuit .

VI-2-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE :

L'acier est complètement recristallisé à 700°C . La taille des grains est variable , de gros grains coexistent avec des grains fins . La structure est équiaxe , les contours des grains sont arrondis . On constate la présence des précipités $Cr_{23}C_6$ dispersés dans la matrice ferritique et dans les joints de grains sous forme de particules fines de couleur noir .

Pour les recuits effectués au dessous de 850°C , la structure est ferritique , la taille des grains a une distribution normale , il n'y a pas une grande dispersion .



Fig. 41: acier inox recuit à $T=700^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{mn}$ ($\times 200$)

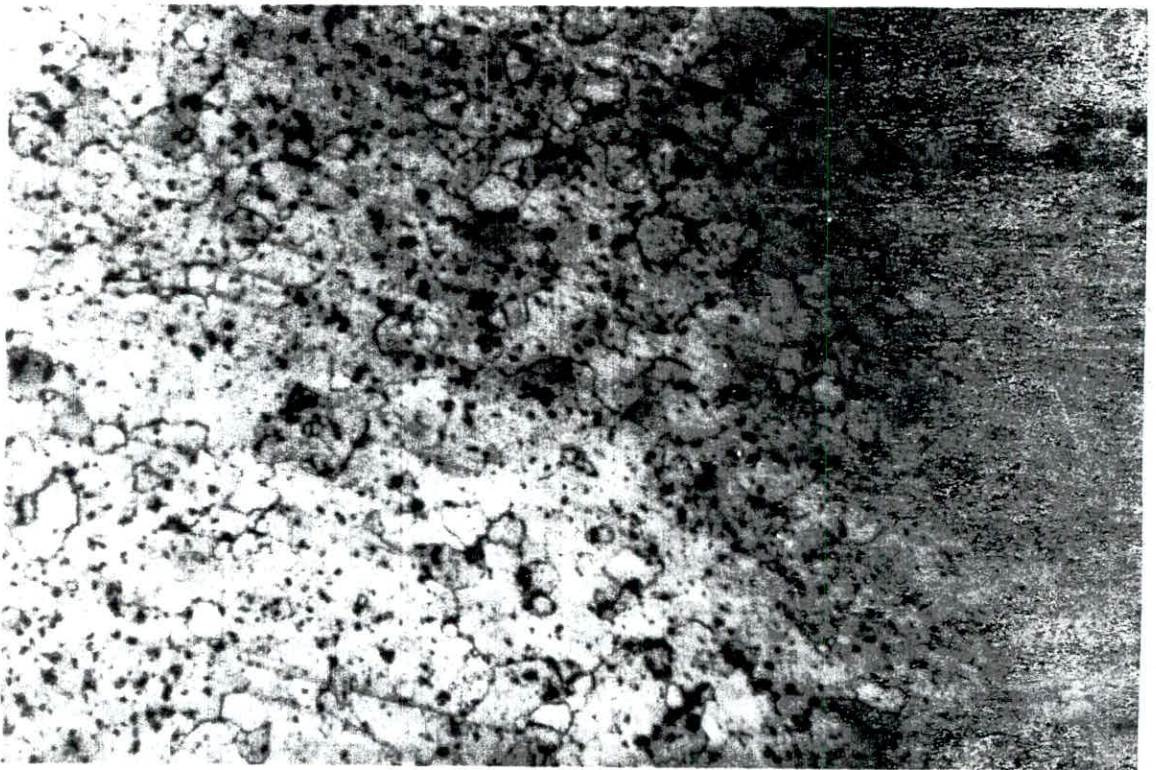


Fig. 42: acier inox recuit à $T=700^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{mn}$ ($\times 200$)

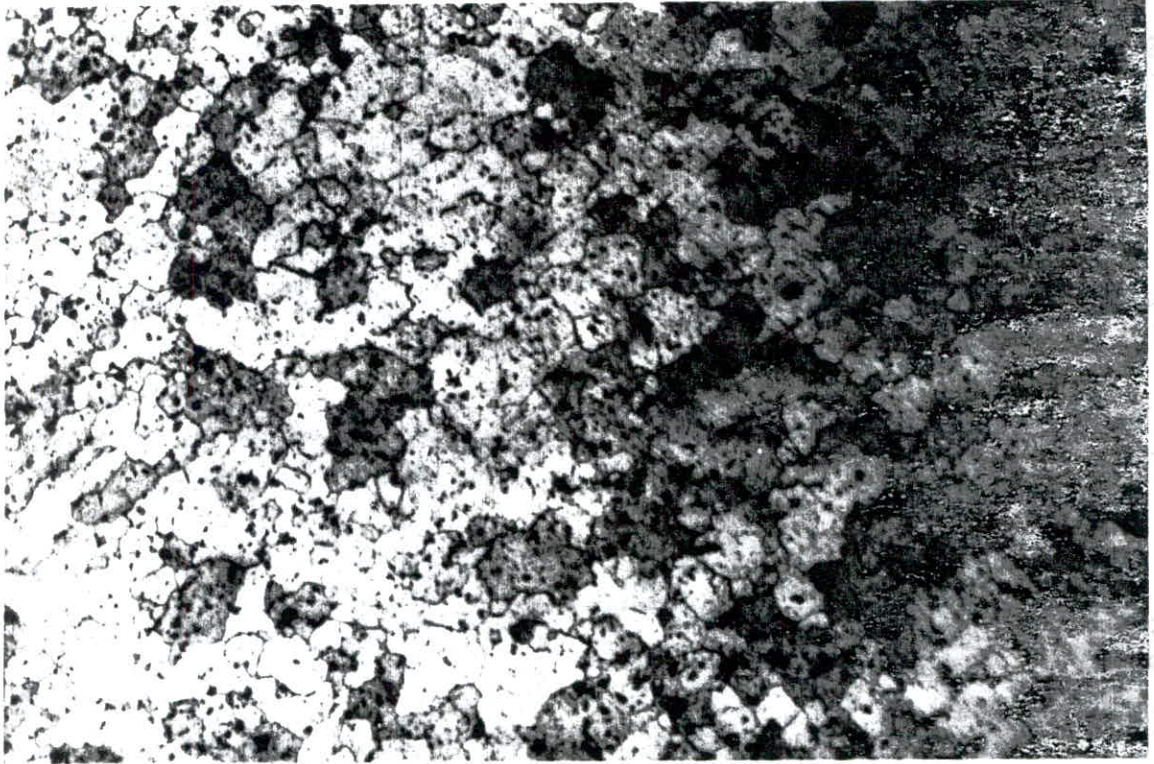


Fig. 43 : acier inox recuit à $T=750^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{mn}$ ($\times 250$)

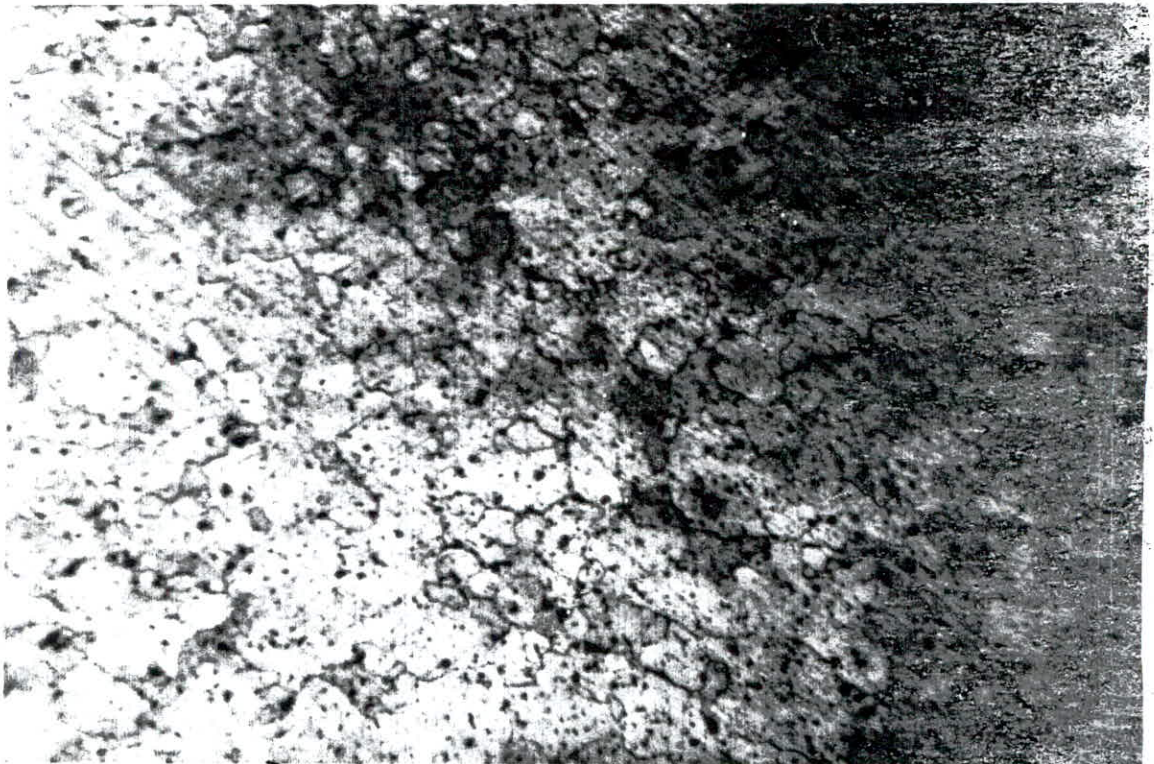


Fig. 44 : acier inox recuit à $T=750^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{mn}$

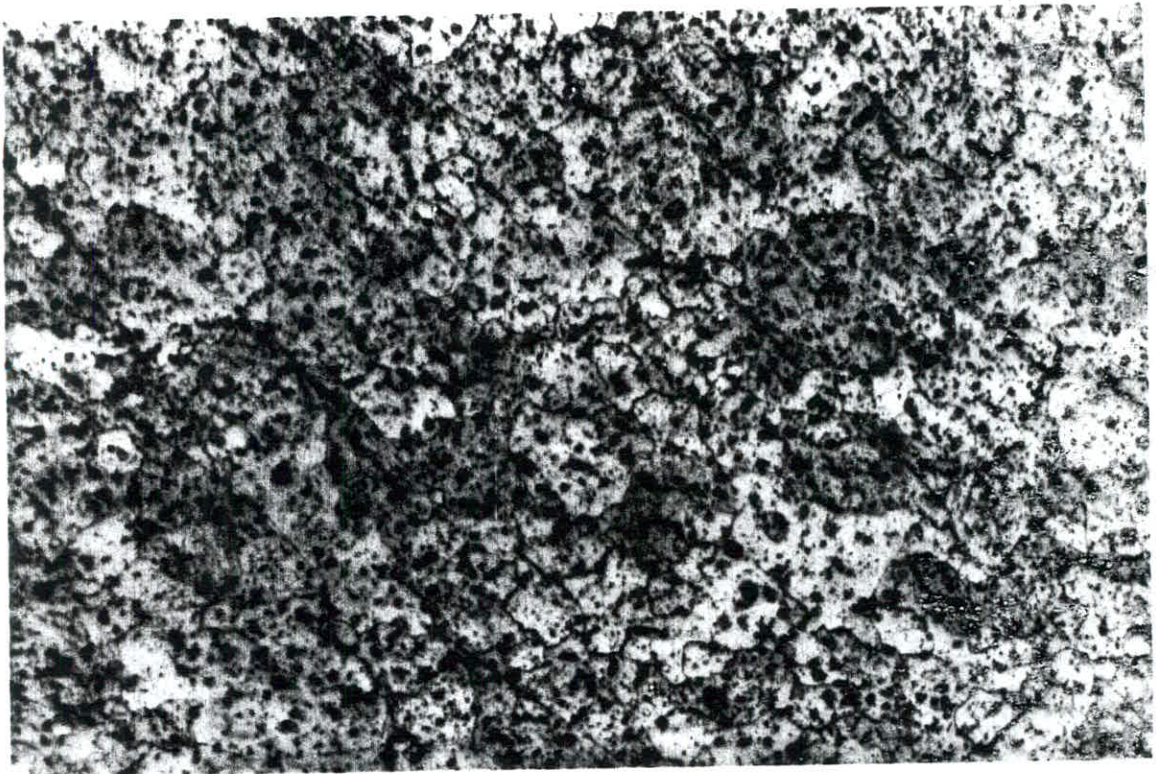


Fig 45 : acier inox recuit à $T=800^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{min}$ ($\times 200$)

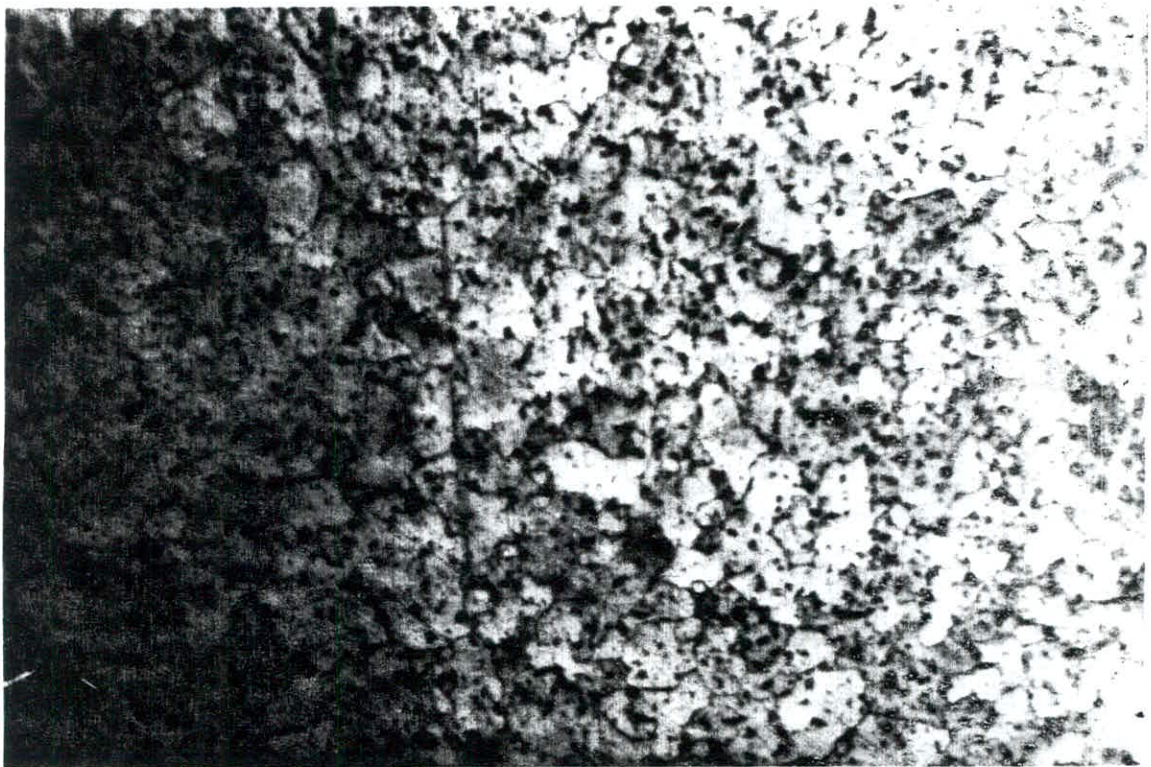


Fig 46 : acier inox recuit à $T=800^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{min}$ ($\times 200$)

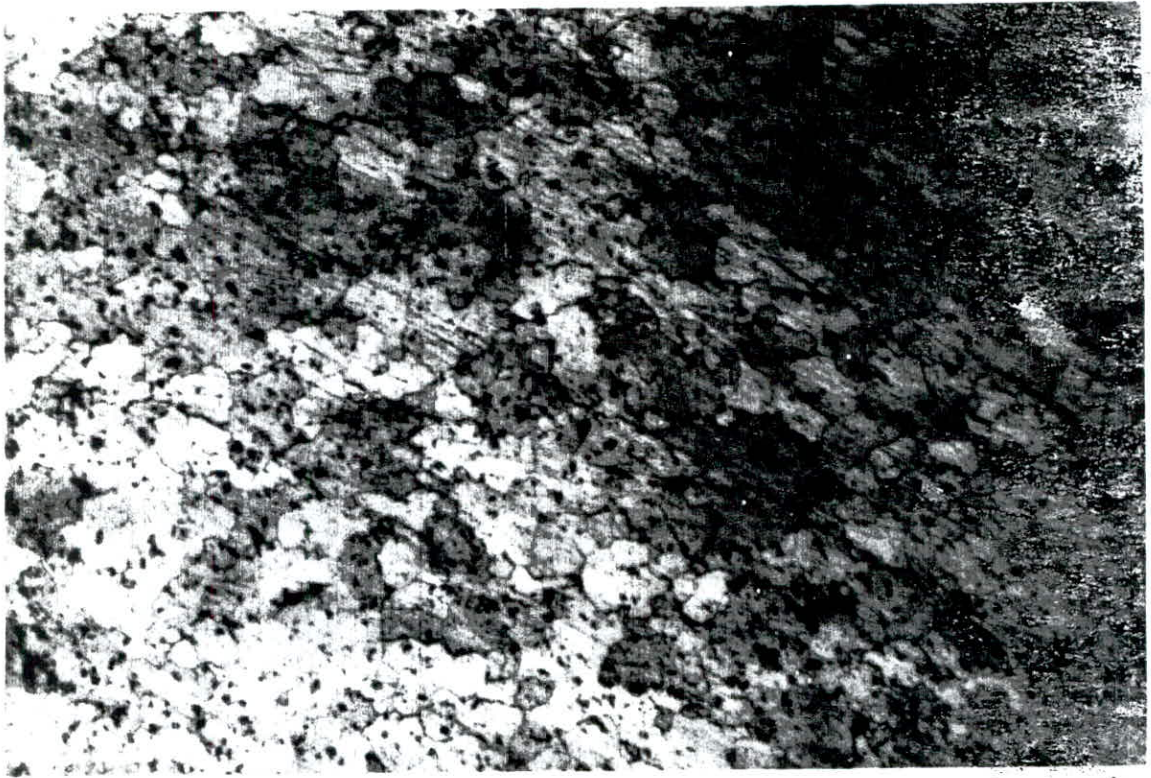


Fig 47: acier inox recuit à $T=850^{\circ}\text{C}$ et $t=5\text{min}$ ($\times 200$)



Fig 48: acier inox recuit à $T=850^{\circ}\text{C}$ et $t=30\text{min}$ ($\times 200$)

Par contre , pour le recuit effectué à 850°C , on constate la présence de grains particulièrement gros à côté d'amas de grains beaucoup plus fins (fig. 48) .

La cinétique de croissance est lente , elle est révélée par les courbes de variation des tailles des grains au cours du recuit (fig. 51) . La taille moyenne augmente régulièrement au cours des 20 premières minutes de maintien pour se stabiliser ensuite .

VI-2-2/ EVOLUTION DE LA MICRO-DURETE :

La courbe de la variation de la dureté de la ferrite au cours du recuit révèle l'existence de 2 étapes : la première étape correspond à un adoucissement dû à la chute de la dureté . Cette étape dure environ 20 minutes . La deuxième étape correspond à un durcissement . Ce comportement est dû à la précipitation des carbures et des nitrures . En comparant les différentes courbes , on peut remarquer que plus la température de recuit est élevée , plus l'effet de durcissement est important (fig. 39) .

VI-2-3/ EVOLUTION DE LA DURETE DE L'ACIER

Pendant les 5 premières minutes de recuit , la dureté diminue brutalement , puis la dureté décroît plus légèrement pendant le reste du temps .

On constate que plus la température de recuit est élevée , plus l'adoucissement s'accroît . Toutefois , cet accroissement est relativement faible (fig. 50) .

TABLEAU 9 : TAILLE DES GRAINS INOX (μm)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
700	22.1	26.3	31.2	37.2
750	31.2	31.2	37.2	37.2
800	37.2	37.2	44.2	44.2
850	44.2	44.2	52.6	52.6

TABLEAU 10 : ESSAIS DE MICRODURETE DE L'INOX (HV)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
700	164.3	163.0	157.3	167.0
750	165.2	163.0	158.3	162.7
800	166.0	165.0	161.0	167.2
850	175.7	170.0	167.3	174.3

TABLEAU 11 : ESSAIS DE DURETE DE L'INOX (HB)

$T^{\circ}\text{C}$ \ / \ $t(\text{mn})$	5	10	20	30
700	133.3	132.3	130.0	129.0
750	132.3	132.0	130.0	128.5
800	131.0	131.0	129.0	128.0
850	130.0	129.7	129.3	129.3

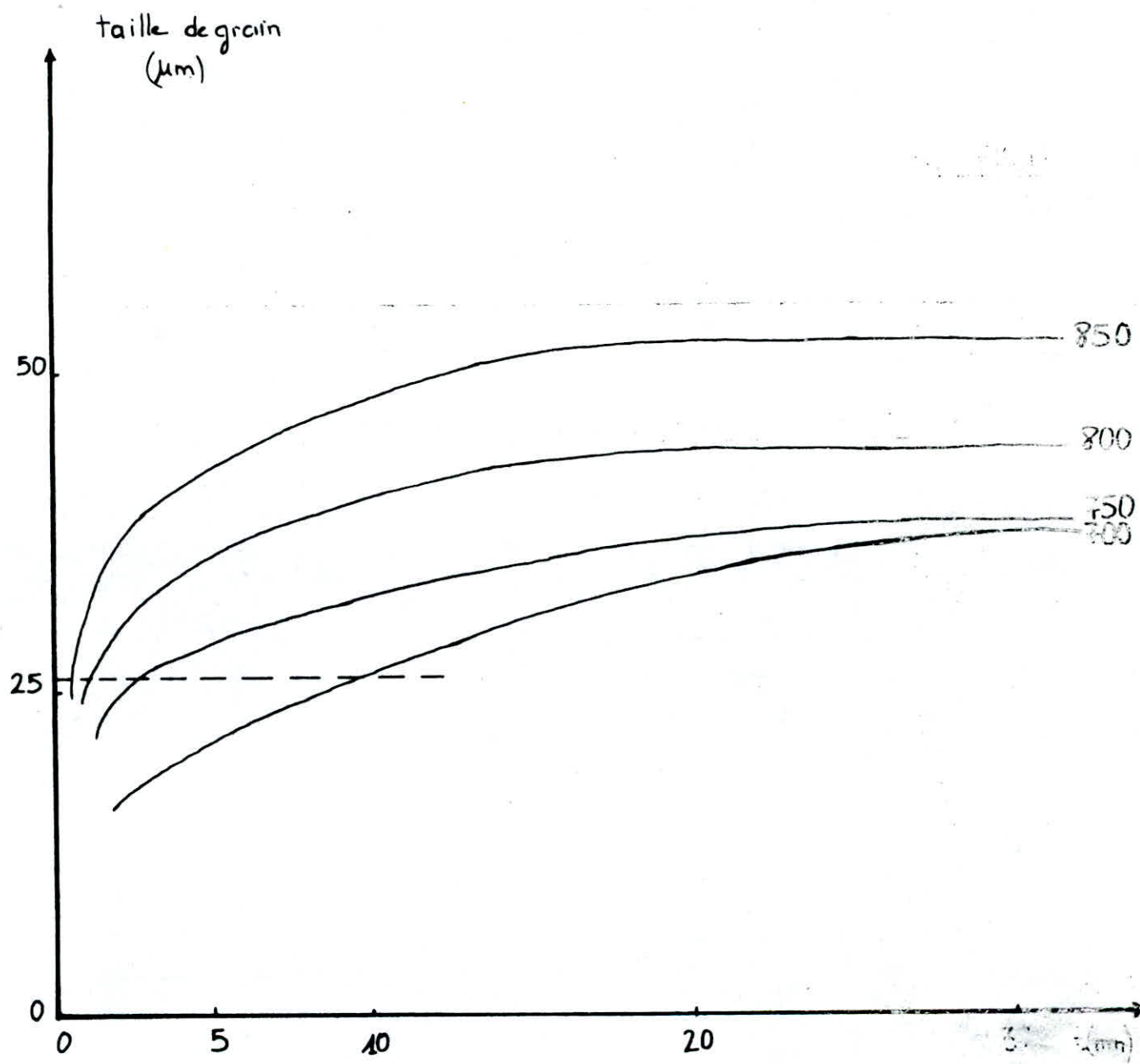


Fig. 51 - Evolution de la grosseur du grain de l'acier 28C17
au cours du recuit.

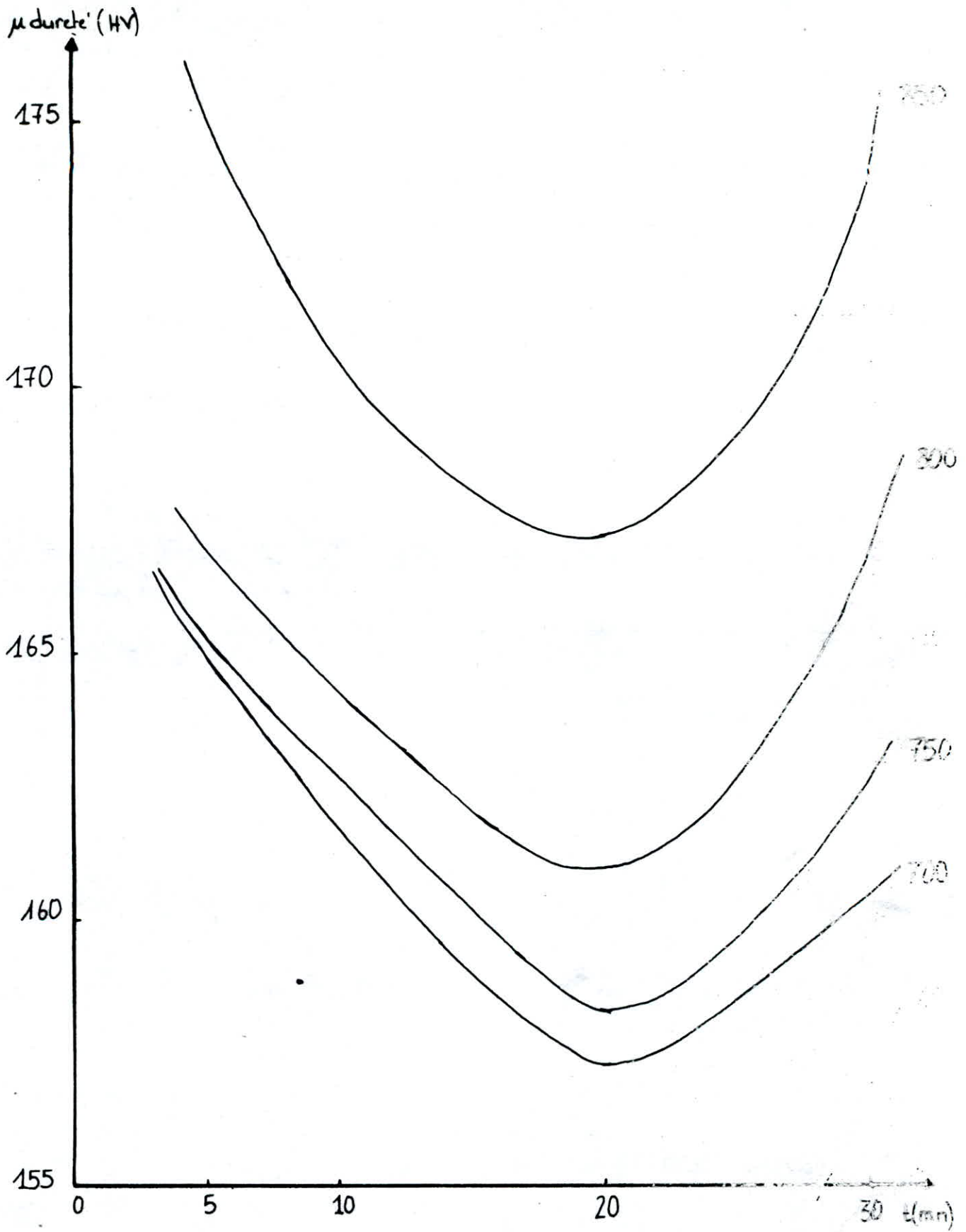


Fig.49 : Evolution de la μ dureté' de l'acier Z8C17 au cours du recuit.

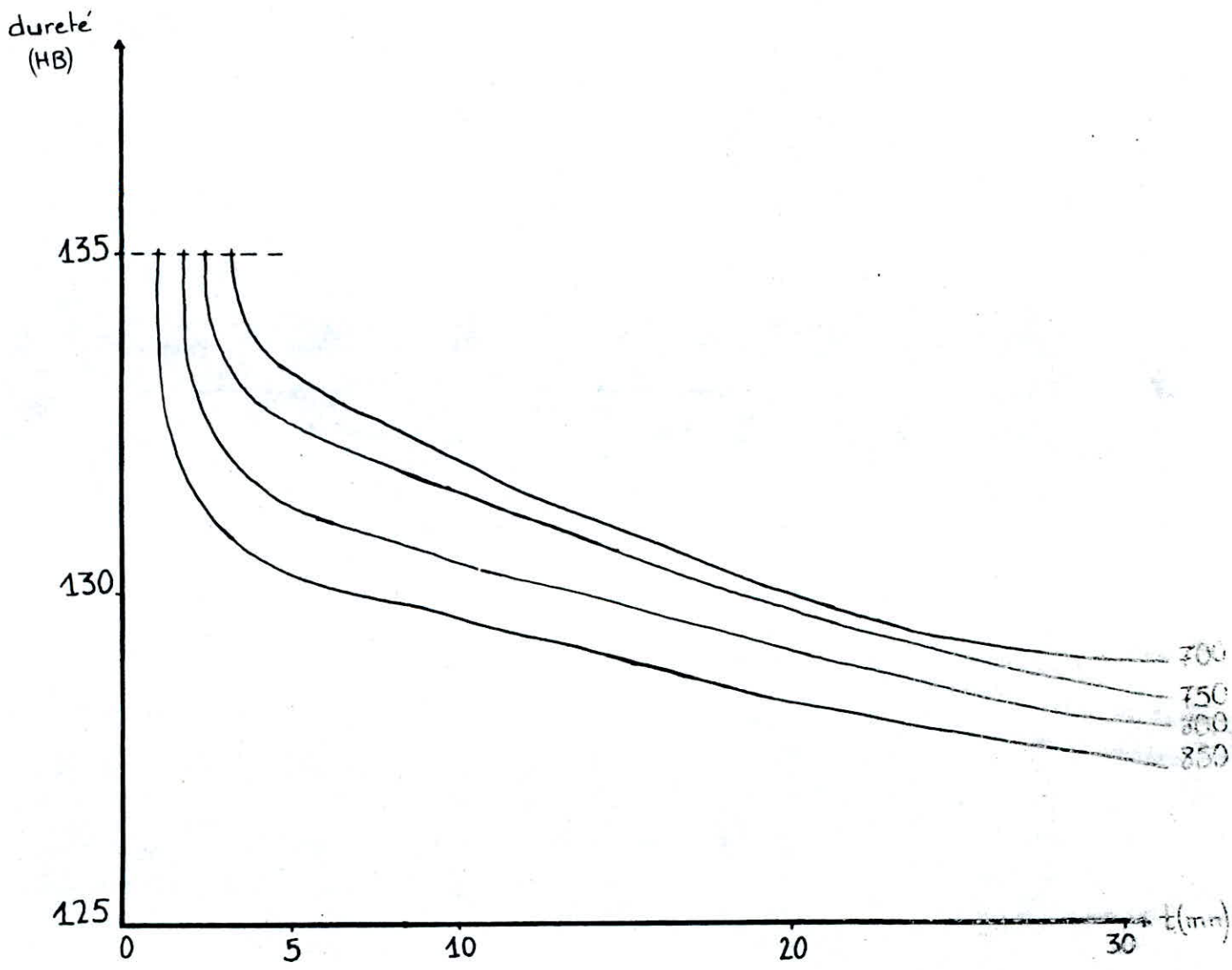


Fig. 50 : Evolution de la dureté des aciers inox au cours du recuit.

CHAPITRE VII :

INTERPRETATIONS

CHAPITRE VII
INTERPRETATIONS

VII-1 : COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE Cu-Ni AU COURS DU
TRAITEMENT DE RECUIT

VII-1-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE :

L'alliage Cu-Ni ne subit pas de transformation de phase dans tout le domaine de température de l'état solide .

un chauffage provoque le grossissement de grains de la phase .
Les résultats obtenus montrent une croissance régulière de la taille des grains .

La nouvelle structure caractérisée par des grains equiaxes et de forme polyédrique est différent de celle de l'état écroui .
Le processus de recristallisation est régi par le mécanisme de germination des croissances qui se produisent par diffusion dans l'état solide des atomes Cu et Ni des anciens grains vers une nouvelle disposition plus équilibrée sans changer la structure cristalline .

La croissance est d'abord homogène avec une distribution normale mais à partir de $T=860^{\circ}\text{C}$ et $t=20\text{mn}$ apparait le phénomène de la recristallisation secondaire caractérisée par la croissance exagérée de certains grains .

VII-1-2/ EVOLUTION DE LA DURETE

La dureté de la phase décroît lorsque la T° de chauffage augmente ou lors d'un séjour prolongé à une T° élevée .
la décroissance est d'abord rapide , puis devient presque linéaire (fig.38) . Ce phénomène est provoqué par l'élimination des défauts , et en particulier des dislocations par annihilation

et par montée . La chute de la dureté est due aussi à la relaxation des contraintes engendrées par l'écrouissage .

La dureté de l'alliage décroît pour 2 raisons :

- Premièrement , la chute de la dureté de la phase ,
- Deuxièmement , la formation et la croissance d'un nouveau grain plus équilibré (loi de HALL et PETCH) .

La décroissance a une allure exponentielle très rapide pendant les 10 premières minutes et plus lente après . L'adoucissement semble se stabiliser après 30 mn de séjour . On explique ces faits par l'importance des mécanismes de germination et de croissance , de la diffusion des défauts et de la relaxation des contraintes aux premiers stades du chauffage . Lorsque les grains sont formés et arrivent en contact , la croissance ralentit car la cinétique de croissance pendant le grossissement de grains est beaucoup plus faible que lors de la recristallisation des grains .

VII-1-3/ PROPOSITION D'UN TRAITEMENT THERMIQUE DE RECUIT :

Le traitement de recuit qui sera proposé est destiné à conférer aux flans bruts auxquels il sera appliqué une taille de grain et une dureté analogue à celle des flans importés, c'est surtout la taille moyenne des grains qui doit être obtenue , car celle-ci influe sur la plupart des propriétés mécaniques, entre autre la dureté .

la microdureté ne sera pas prise en compte pour le choix des conditions de recuit , car elle ne reflète pas vraiment les propriétés macroscopiques des flans , elle nous permet simplement de suivre l'évolution de la phase lors du recuit .

1. TAILLE DE GRAIN : L'analyse des courbes de la figure 40 montre que la taille moyenne des flans importés (37.5 μm) peut être obtenue dans les conditions de recuit suivantes :

$T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 11\text{ mn}$ ou $T = 940\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 8\text{ mn}$.

2. DURETE : La dureté des flans recuits (78.2 HB) peut être atteinte pour les conditions de recuit suivantes :

$T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 20\text{ mn}$, $T = 860\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 7.25\text{ mn}$

$T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 5\text{ mn}$, $T = 940\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 2\text{ mn}$.

VII-1-3-1 : Choix d'un traitement thermique : Pour obtenir des flans ayant des caractéristiques comparables à celles des flans recuits importés , on propose un recuit dans les conditions suivantes :

$T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 11\text{ mn}$.

Dans ce cas, et d'après nos résultats , la taille des grains est de 37.5 μm et la dureté des flans 75.8 HB ,

ou $T = 940\text{ }^\circ\text{C}$ et $t = 8\text{ mn}$.

Et dans ce cas , la taille des grains est de 37.5 μm et la dureté de 73 HB .

VII-2 : COMPORTEMENT DE L'ACIER FERRITIQUE AU COURS TRAITEMENT DE RECUIT

VII-2-1/ EVOLUTION DE LA MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE :

Dans le domaine des températures étudiées (700 à 850 $^\circ\text{C}$) la matrice ferritique ne subit pas de transformation de phase . Par contre , les carbures de chrome Cr C et les nitrures Cr N précipitent lors d'un maintien entre 700 et 850 $^\circ\text{C}$. Cette précipitation se faisant dans la matrice est d'autant plus importante

que la durée de maintien est élevée . La taille des grains ferritiques augmente d'abord rapidement pendant les dix premières minutes , puis s'atténue progressivement .

Les courbes de croissance ont une allure logarithmique (fig.51). La cinétique de croissance est lente car la présence des carbures et des nitrures gêne le mécanisme de diffusion des atomes lors du déplacement des joints de grains recristallisés .

VII-2-2/ EVOLUTION DE LA DURETE :

Le traitement de recuit de l'acier inox 28C17 engendre 3 phénomènes qui ont des effets contradictoires : la recristallisation et la précipitation de carbures . La dureté de la phase décroît pendant les 20 premières minutes de recuit à cause du réarrangement des dislocations et de la diminution des défauts ponctuels , ainsi que de l'élimination des contraintes engendrées par l'écrouissage , puis quand la précipitation de carbures devient très important (après 20 mn) , on observe un durcissement de la phase .

La précipitation est d'autant plus important que la température et le temps de maintien sont élevés . Cela explique que la dureté de la phase soit inversement proportionnelle à la température . Pour la dureté de l'acier , en plus de l'adoucissement de la phase , un adoucissement plus important est dû à la recristallisation et particulièrement au grossissement de grains (loi de HALL-PETCH) . Mais après 5 minutes de maintien , cet adoucissement est compensé par le durcissement dû à la précipitation de carbure Cr C . Ce qui fait que globalement la

dureté des flans diminue faiblement entre 5 et 30 minutes de maintien .

VII-2-3/ PROPOSITION D'UN TRAITEMENT DE RECUIT :

1 . TAILLE DE GRAINS : Pour atteindre la taille de grains des flans importés (26.3 μm) , d'après nos résultats , il faut appliquer l'un des traitements thermiques suivants :

$T = 700^\circ\text{C}$ et $t = 10 \text{ mn}$, $T = 750^\circ\text{C}$ et $t = 2.5 \text{ mn}$

$T = 800^\circ\text{C}$ et $t = 1 \text{ mn}$, $T = 850^\circ\text{C}$ et $t < 1 \text{ mn}$.

2 . DURETE : La dureté des flans importés est de 135 HB .

Les recuits suivants permettent d'obtenir des flans ayant cette dureté :

$T = 700^\circ\text{C}$ et $t = 3.2 \text{ mn}$, $T = 750^\circ\text{C}$ et $t = 2.4 \text{ mn}$

$T = 800^\circ\text{C}$ et $t = 2 \text{ mn}$, $T = 850^\circ\text{C}$ et $t = 1 \text{ mn}$.

3 . CHOIX D'UN TRAITEMENT THERMIQUE : Les traitements de recuit à $T=800^\circ\text{C}$ et $t=1 \text{ mn}$, $T=850^\circ\text{C}$ et $t<1 \text{ mn}$ sont à rejeter , car la dureté correspondante , d'après la figure 50 , est trop élevée . Les recuits suivants permettent d'obtenir la taille de grains des flans importés :

$T = 700^\circ\text{C}$ et $t = 3.2 \text{ mn}$

$T = 750^\circ\text{C}$ et $t = 3.4 \text{ mn}$

Les duretés des flans après ces recuits sont respectivement : 132 HB et 134.5 HB .

REMARQUES - Que ce soit pour les alliages Cu-Ni ou pour l'acier inox , on remarque qu'il n'y a pas une concordance exacte entre les caractéristiques des flans importés , et les flans qui ont subi nos recuits . Cela est dû au fait que les conditions de

recuit ne sont pas toutes exactement identiques (atmosphère de recuit , vitesse de refroidissement ...) , mais ce traitements nous rapprochent beaucoup des propriétés de flans importés .

-Une étude économique doit être réaliser pour déterminer lequel des deux traitements proposés pour chaque type d'alliage est le plus rentable .

VII-3 : ETUDE COMPARATIVE

La comparaison des comportements des deux alliages est résumée dans le tableau ci-dessous :

	ETATS BRUTS	
	Cu-Ni 75-25	Acier Z8C17
Dureté (HB)	179	204
udureté (HV)	194.3	256
	ETAT RECUIT (flans importés)	
Taille de grain (μm)	37.5	26.3
Dureté (HB)	78.2	135
udureté (HV)	93.3	177

CARACTERISTIQUES DES FLANS Cu-Ni APRES LES RECUITS PROPOSES

	T=900°C/t=11mn	T=940°C/t=8mn
Taille de grain (μm)	37.5	37.5
Dureté (HB)	75.8	73
udureté (HV)	86	85.8

**CARACTERISTIQUES DE FLANS EN ACIER
INOX APRES LE TRAITEMENTS PROPOSES**

	Après un recuit à $T=700^{\circ}\text{C}$ / $t=3.2\text{mn}$	Après un recuit à $T=750^{\circ}\text{C}$ / $t=2.4\text{mn}$
Taille de grains (μm)	26.3	26.3
Dureté (HB)	132	134.5
udureté (HV)	166.3	167.3

Il est évident que l'alliage Cu-Ni 75-25 présente de meilleurs aptitudes comme matériau monétaire , surtout de sa faible dureté après recuit . Mais l'acier inox peut toujours être utilisé , cependant la profondeur des reliefs du coin doit être abaissés pour lui assurer une plus longue durée de vie .

CONCLUSION

CONCLUSION

Cette étude a été proposée par la Banque d'Algérie . Elle vise comme objectifs :

- La caractérisation de l'alliage Cu-Ni 75-25 utilisé comme alliage monétaire pour la pièce de 1 DA .

- La caractérisation de l'acier ferritique de nuance normalisée 430 (norme ASTM) .

- L'étude du comportement lors des recuits de recristallisation de l'alliage Cu-Ni et de l'acier ferritique 430 .

- La comparaison du comportement des deux alliages .

Les travaux ont été effectués à l'Ecole Nationale Polytechnique , aux laboratoires de la Banque d'Algérie et de l'Entreprise B.O.A. de Bordj-Mnaïel .

Les résultats obtenus nous ont permis de caractériser la structure des deux alliages , de déterminer l'influence des conditions du recuit (température , temps) sur le grossissement du grain et sur la dureté .

Ces résultats nous ont permis aussi de proposer des conditions de traitements thermiques pour chaque alliage .

L'étude devra être complétée par l'utilisation des moyens plus adéquats , notamment : l'utilisation d'un four sous vide ou sous atmosphère contrôlée pour effectuer les traitements de recuit déterminée pour chaque type d'alliage , et étudier ainsi l'influence du recuit sur les autres caractéristiques exigées pour une pièce de monnaie, comme la brillance et la malléabilité.

ANNEXE

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION DE LA TAILLE DE GRAIN

INTRODUCTION

La grosseur des grains d'un matériau métallique peut être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation, parmi lesquelles nous citons :

- Nombre de grains par unité d'aire de la surface de l'éprouvette (n) ;
- L'aire moyenne du grain (a) ;
- La taille moyenne du grain ($d_m = \sqrt{a}$) ;
- La longueur moyenne du segment intercepté par le grain ou longueur moyenne d'intersection (\bar{l}) ;
- Indice conventionnel de la grosseur du grain (g) ;

L'intérêt de la détermination de la taille du grain est tout à fait évident, car les propriétés des métaux et alliages dépendent dans une large mesure de la structure, c'est à dire de l'agrégat polycristallin constitué par la juxtaposition de monocristaux, ainsi la taille, la forme, la distribution des grains et la présence de précipités et d'inclusions ont une influence considérable sur certaines propriétés du métal ou de l'alliage.

Les propriétés indépendantes de la structure du métal sont celles déterminées exclusivement par la nature des atomes et leur mode d'assemblage en un certain type de réseau cristallin.

Dans le tableau suivant, les propriétés sont classées en deux colonnes suivant qu'elles dépendent ou non de la structure du métal.

Tableau 1 : Relation entre les propriétés et la structure des métaux .

Propriétés	indépendantes de la structure	dépendantes de la structure
mécaniques	module d'élasticité densité	résistance à la traction plasticité
thermiques	dilatation thermique T° de fusion conductivité thermique chaleur spécifique	
électriques	résistivité	résistivité à basse T°
magnétiques	paramagnétiques et diamagnétiques	ferromagnétiques

On peut compléter ce tableau en disant qu'à l'exception du module d'élasticité , les propriétés mécaniques dépendent principalement de la structure .

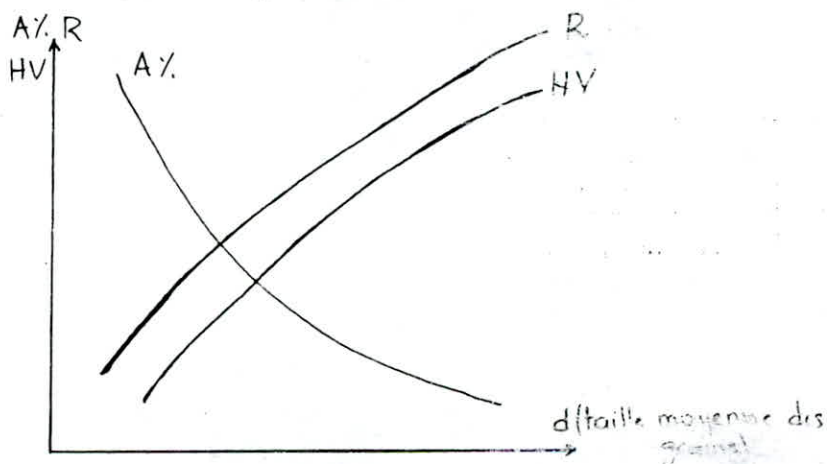


Figure 1 : Influence de la structure sur les propriétés mécaniques des métaux

I : PRINCIPE DE L'ESTIMATION DE LA GROSSEUR DES GRAINS

La détermination de la taille du grain est basée sur les méthodes statistiques , la technique consiste à appliquer ces méthodes sur des polies et attaquées ou non .

L'étude se fait sur un microscope métallographique, ou sur la photographie obtenue de la structure analysée.

Les techniques les plus utilisées sont :

- 1/ Méthode par comptage ou méthode de JEFFRIES ;
- 2/ Méthode par intersection ou méthode de HEYN ;
- 3/ Méthode par comparaison avec des images types .

1-1/ METHODE DE COMPTAGE :

On trace sur l'image de la structure un cercle de diamètre $d = 79.8 \text{ mm}$, donc d'une surface $A = 5000 \text{ mm}^2$, le grossissement de l'image est choisi de telle sorte que le nombre de grains soit d'au moins 50 .

Soit n_1 le nombre de grains complètement à l'intérieur du cercle, et n_2 le nombre de grains interceptés par la circonférence .

Le nombre total de grains contenu dans l'aire A est :

$$n_g = n_1 + n_2 / 2$$

L'aire moyenne d'un grain est donc : $a = S / n_g$.

S : surface réelle de l'éprouvette correspondant à l'aire du cercle .

soit g le grossissement utilisé ,

$$S = A / g^2 = 5000 / g^2$$

La taille moyenne d'un grain : $a = s/n = 5000/n_g g^2 = 1/2n (100/g)^2$

d'où $d_m = \sqrt{a} = (100/g) (1/\sqrt{2n_g})$ et $m = 1/a = 2 (g/100)n_g$.



Figure.2: Methode Par Comptage

La technique de JEFFRIES est la méthode la plus usuelle lorsqu'on cherche une simple estimation quantitative de la grosseur que ce soit dans le contrôle de production ou dans la recherche .

I-2/ METHODE PAR INTERSECTION :

Dans cette méthode , on trace une ligne droite ou circulaire sur la micrographie , on compte le nombre de grains traversés par cette ligne ou bien le nombre d'intersection entre cette ligne et les joints de grains .

I-2-1 : Cas des segments linéaires interceptés

On trace quatre segments de droite d'une longueur totale de 500 μm disposés comme l'indique la figure . Cette disposition permet de diminuer l'influence de l'anisotropie des grains , le grossissement choisi devra donner au moins 50 intersections par mesure .

Pour des résultats précis , il faut tenir compte des remarques suivantes :

- a/ lorsque la ligne de mesure se termine exactement à l'extrémité d'un grain , l'intersection est comptée 1/2 ;
- b/ lorsque la ligne coupe un point triple (point de jonction de 3 grains) , elle est comptée 3/2
- c/ lorsque un grain est traversé par un segment , il est compté une fois , même si affectant la forme d'un croissant , il est traversé deux fois par le segment considéré .

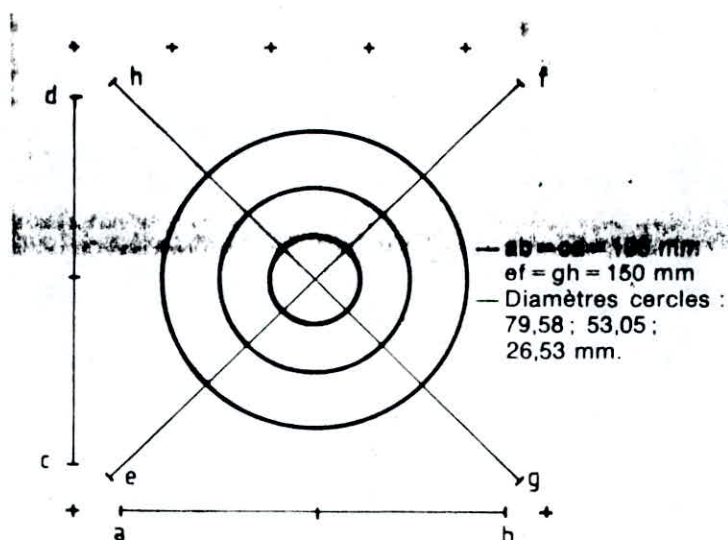


Figure 3: Méthode Par Intersection

1-2-2 : Cas des segments interceptés circulaires

La ligne de mesure est constituée soit par l'ensemble des trois cercles de longueur totale 500 mm , soit par le cercle de plus grand diamètre seulement (longueur 250 mm). (voir fig. 3) Dans le cas où le segment intercepté est circulaire , la méthode tend à donner un nombre d'intersections légèrement en défaut . Afin de compenser cette tendance , l'intersection correspondant à

un point triple est comme 2 intersections au lieu de 3/2 dans le cas du segment linéaire intercepté .

1-2-3 : Evaluation des résultats

En répétant plusieurs fois les mesures du nombre d'intersections sur des champs différents , il est possible de déduire la valeur moyenne du nombre d'intersections \bar{N} .

Soit L la longueur totale des segments de mesure , le nombre moyen de grains interceptés est :

$$\bar{N}_L = \bar{N} / L$$

La valeur moyenne du segment intercepté est :

$$\bar{L} = 1 / \bar{N}_L$$

Cette méthode peut s'appliquer à une structure non équiaxiale , mais dans ce cas , il faut déterminé le nombre d'intersections sur 3 coupes , une longitudinale , une transversale et une perpendiculaire .

1-3/ METHODE DE COMPARAISON AVEC DES IMAGES TYPES :

On dispose dans cette méthode d'une série d'images types représentant des grains de tailles différentes , mais connus avec précision , on essaie de coïncider notre micrographie avec une image type ou bien de la situer entre 2 images types et déduire la taille par interpolation .

Les images types sont repérées de 2 manières :

1-3-1 : Images types repérées en d_m

Ces images types donnent le grossissement et la taille de leur grains , et l'on peut déterminer grâce à ces informations la

taille des grains de notre structure .

Soient g_A et d_{m_A} respectivement le grossissement et la grosseur du grain de l'image type .

Soient g et d_m respectivement le grossissement et la grosseur du grain de notre image .

Donc ,
$$d_m = d_{m_A} \cdot g_A / g$$

I-3-2 : Images types repérées en indices conventionnels

L'indice conventionnel est un indice déduit de n (nombre de grains par mm de l'échantillon) , il peut être positif , négatif ou nul .

Les indices conventionnels AFNOR de grosseurs de grains G_A et G_B et l'indice conventionnel ASTM , N ont tous la même base mathématique .

On définit :
$$Z^* = \log (n_e A_e / A_r) ,$$

n_e : nombre de grains dénombrés dans une surface A_e de l'éprouvette .

A_e : une aire de référence de l'éprouvette .

$$\begin{array}{l} n_e \text{-----} \rightarrow A_e \\ X \text{-----} \rightarrow A_r \end{array} \quad \left(\begin{array}{l} X = n_e A_r / A_e , \\ \Rightarrow \end{array} \right)$$
 et on définit $Z^* = \log_2 X$.

donc , $Z^* = \log_2 (n_e / A_e) + \log_2 (A_r)$.

- Dans la norme AFNOR , $A_r = 1 \text{ mm}^2$, d'où $Z = \log_2 (n_e / A_e) + 0$.

On définit : $G^* = Z^* - 3 = \log_2 (n_e / A_e) - 3 = \log_2 n - 3$

$\Rightarrow \log_2 n = G^* + 3$, d'où : $n = 8.2^{G^*}$.

- Dans la norme ASTM , $A_r = 10^{-4} \text{ Sq in} = 0.064516 \text{ mm}^2$.

donc : $Z^* = \log_2 (n_e / A_e) + \log 0.064516$.

On définit : $N^* = Z^* + 1 = 3.36 \log (n_e / Ae) - 2.95420$

Les facteurs 1 et 3 sont ajoutés pour minimiser la différence entre G et N respectivement l'indice conventionnel dans la norme AFNOR et ASTM .

REMARQUE: Les indices conventionnels AFNOR G_A et G_B ... correspondent à un nombre de grains dénombrables dans une aire de 1 mm^2 sont par définition les valeurs de G^* résultant de la relation précédente arrondie suivant des règles propres à chaque série d'indices .

Exemple: L'indice G_A résulte de l'arrondissement à un nombre entier de la valeur de G^* .

L'indice G_B résulte de l'arrondissement à un nombre entier multiple de 0.5 . C'est avec cet indice qu'on repère les images types du cuivre et de ses alliages dans la norme AFNOR .

Il est évident que le type de détermination de la taille par la méthode de comparaison dépend de la définition sur laquelle est fondé le cliché de comparaison . En règle générale , la base de ces clichés est le paramètre \sqrt{a} .

Dans la série de clichés publiés par l'ASTM , la taille de grain a été déterminée par la méthode de JEFFRIES (donc sur la base de \sqrt{a}) . Naturellement , des clichés différents seront utilisés pour différents types de grains .

1. Grains non maclés (attaque sans relief)
2. Grains maclés (attaque sans relief)
3. Grains maclés (attaque contrastée)
4. Grains austénitiques (test de Mc. QUAID EHN)

Certaines règles empiriques sont à observer pour parvenir à des résultats précis .

a. cette technique dépend de l'estimation automatique par l'oeil de la moyenne des grains de différentes tailles . Il est conseillé de fonder cette estimation sur la première impression , car les questions ultérieures qu'on peut se poser à propos de l'importance des plus petits grains risquent de compromettre la sûreté de l'estimation .

b. Toutes les micrographies doivent être analysées assez rapidement pendant le même laps de temps . Si le temps est trop long , l'estimation de la taille des grains sera par défaut .

c. Le grossissement doit être choisi de façon que la comparaison se fasse avec de clichés types situés vers le milieu de la série.

REMARQUES : - Les images types ne sont valables que pour les grains equiaxes ; la méthode par intersection est la mieux adaptée au cas des grains allongés (après laminage , étirage , tréfilage ...) .

- Un grain maclé est compté comme un seul grain .

- Quelque soit la méthode utilisée , la précision est rarement meilleure que la demi-unité .

III : EVALUATION DES TROIS METHODES

Du point de vu physique, la taille de grain selon trois dimensions est celle qui a un lien direct avec les propriétés physiques du matériau. Cependant, la mesure de la taille du grain dans les 3 dimensions n'est pas réalisable dans la pratique ; il

nous reste donc à mesurer la taille de grain selon une ou deux dimensions , ce qui est respectivement réalisé dans la pratique par les méthodes de HEYN et JEFFRIES , précédemment étudiées .

La mesure de la taille de grain à 2 dimensions peut être considérée comme un compromis . D'ailleurs , beaucoup d'auteurs et de chercheurs semblent préférer définir la taille de grain par a . Mais , la méthode de HEYN (selon 1 dimension) conserve tout de même l'avantage d'être plus facile à utiliser , même si du fait de la plus grande dispersion sur \bar{L} , il faut pour atteindre la même précision changer la direction de la ligne interceptée un certain nombre de fois . Malgré cet inconvénient , la méthode de HEYN est plus rapide , et les considérations pratiques suivantes militent en sa faveur :

1. la mesure se fait de façon continue le long d'une direction , il y a donc moins de risque de "sauter" un grain que dans la technique de JEFFRIES ,
2. les calculs sont plus simples dans la technique de HEYN, cela peut être important dans le cas des mesures faites dans des conditions de production .

En ce qui concerne la méthode par comparaison , son efficacité est surtout vérifiée dans des conditions de production ; mais néanmoins peut toujours être utilisée dans la recherche avec autant de succès que pour les deux autres méthodes .

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- /1/ P.PASCAL ,
 " NOUVEAUX TRAITE DE CHIMIE MINERALE "
 EDITION MASSON (1963)
- /2/ L.PAULING ,
 " PROC. ROY. SOC. "
 LONDON (1949)
- /3/ N.KURNAKOV & S.ZEMCZUZYNY ,
 " Z. ANORG. CHEM. "
 (1907)
- /4/ W.GUERTER & G.TAMMAN ,
 " Z. ANORG. CHEM. "
 (1907)
- /5/ W.HUME ROTHERY & B.R.COLES ,
 " ADVANCE IN PHYSICS "
 (1954)
- /6/ B.ALLILI ,
 " CONTRIBUTION A L'ETUDE DU PARAMETRE DE
 RESEAU DE LA SOLUTION SOLIDE Cu-Ni "
 USTHE (1988)
- /7/ ALDER ,
 THESE
 ZURICH (1916)
- /8/ P.CHEVENAR ,
 " CHALEUR ET INDUSTRIE "
 (1923)
- /9/ W.Z.FRIEND ,
 " CORROSION HANDBOOK "
 NEW YORK (1948)
- /10/ J.W.HICKMAN & E.A.GULBRANSEN ,
 TRANS.AMER.INST.MIN.MET.
- /11/ S.W.CANN ,
 " EFFET DE FRAINAGE EXERCE PAR LES IMPURTES
 LORS DE LA MIGRATION DES POINTS DE GRAINS "
 (1962)
- /12/ K.LUCKES & H.P.STUHE ,
 " CONTRIBUTION DE LA THEORIE DES DES POINTS
 DE GRAINS EN PRESENCE D'IMPURETES "
 (1971)
- /13/ E.G.WEST ,
 " COPPER & ITS ALLOYS "
 NEW YORK (1982)

Références Bibliographiques

- /14/ J.BERNARD & J.PHILIBERT ,
" METALLURGIE GENERALE "
- /15/ P.COULOMB ,
" LES TEXTURES DANS LES METAUX CUBIQUES "
- /16/ J.BARRALIS & G.MAIDER ,
" METALLURGIE DES ALLIAGES FERREUX " (1983)
- /17/ A.DE SY & VIDTS ,
" METALLURGIE STRUCTURALE
THEORIE ET APPLIQUEE " (1962)
- /18/ " TECHNIQUES DE L'INGENIEUR M431,M231,M320 " (1989)

