

5/96

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

*Sujet:*

**INFLUENCE D'UNE SECONDE PHASE  
SUR LA CINETIQUE DE RECRISTALLISATION  
DES ALLIAGES D'ARGENT-CUIVRE**

Proposé et dirigé par:  
M<sup>r</sup> KASSER

Etudié par:  
Kamel OURARI

Membres du jury.

M<sup>r</sup> KHELFAGUI  
M<sup>r</sup> DJEGHLAL  
M<sup>r</sup> ABADLI

PROMOTION SEPTEMBRE 96.

E.N.P 10, Avenue Hassen Badi - EL HARRACH - ALGER

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

*Sujet:*

INFLUENCE D'UNE SECONDE PHASE  
SUR LA CINETIQUE DE RECRISTALLISATION  
DES ALLIAGES D'ARGENT-CUIVRE

Proposé et dirigé par:  
M<sup>r</sup> KASSER

Etudié par:  
Kamel OURARI

Membres du jury:

M<sup>r</sup> KHELFAOUI  
M<sup>r</sup> DJEGHLAL  
M<sup>r</sup> ABADLI

PROMOTION SEPTEMBRE 96.

E.N.P 10, Avenue Hassen Badi - EL-HARRACH - ALGER

# SOMMAIRE



	RESUME.....	1
	INTRODUCTION.....	2
<b>Chap 1</b>	<b>PHENOMENES LIES A LA SOLIDIFICATION.....</b>	<b>3</b>
1.1	Solidification d'un métal pur .....	3
1.1.1	Equilibre liquide - solide .....	3
1.1.2	Germination et croissance .....	4
1.2	Solidification des alliages .....	5
1.3	Structures de solidification .....	7
1.3.1	Structure générale d'une pièce solidifiée.....	7
1.3.2	Ségrégation .....	8
1.3.3	Traitements d'homogénéisation après recuits.....	9
<b>Chap 2</b>	<b>CHANGEMENTS STRUCTURAUX.....</b>	<b>10</b>
2.1	Energie stockée après déformation à froid .....	10
2.1.1	Mécanismes de stockage d'énergie.....	10
2.1.2	Variables affectant l'énergie stockée.....	11
2.2	Libération de l'énergie stockée.....	12
2.2.1	Changements des propriétés.....	13
2.2.2	Mécanismes de restauration.....	14
2.3	Mécanismes de germination en recristallisation .....	15
<b>Chap 3</b>	<b>CINETIQUE DE RECRISTALLISATION.....</b>	<b>17</b>
3.1	Théorie de la cinétique.....	17
3.2	Détermination expérimentale de N et G.....	20
3.3	L'influence de la pureté , la déformation , la taille des grains et la température sur G et N.....	20
3.3.1	Vitesse de croissance G.....	20
3.3.2	Vitesse de germination N.....	21
3.4	L'effet d'une seconde phase sur la recristallisation .....	22
3.5	Contrôle de la température de recristallisation et de la taille des grains recristallisés .....	24
<b>Chap 4</b>	<b>LE MATERIAU ETUDIE.....</b>	<b>26</b>
4.1	L'argent pur.....	26
4.1.1	Généralités.. ..	26

	4.1.2 Propriétés physiques et mécaniques.....	26
4.2	Cuivre.....	27
4.3	Alliages Argent - Cuivre.....	27
<b>Chap 5</b>	<b>PROCEDURE EXPERIMENTALE.....</b>	<b>29</b>
5.1	Mode opératoire.....	30
5.2	Préparation de l'argent pur à AGENOR.....	30
5.3	Elaboration des échantillons.....	31
	5.3.1 Description de la coulée.....	31
	5.3.2 Remarques importantes.....	32
5.4	Traitements d'homogénéisation .....	32
5.5	Déformation et recuit de recristallisation ....	33
5.6	Temps effectif .....	33
5.7	Préparations métallographiques.....	34
5.8	Méthodes d'estimation expérimentales.....	35
<b>Chap 6</b>	<b>RESULTATS ET INTERPRETATIONS.....</b>	<b>36</b>
6.1	Estimation de la phase (β) dans les quatre alliages.....	36
6.2	Observation des structures de référence.....	38
	6.2.1 Observations métallographiques.....	38
6.3	Observation d'une structure déformée.....	41
6.4	Observation des structures après recuits de recristallisation .....	42
	6.4.1 Les courbes de recristallisation .....	44
	6.4.2 Interprétation .....	46
	6.4.3 Evolution de la taille des grains recristallisés.....	49
	<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>55</b>
	<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>56</b>

## *DEDICACES.*

*A mes chers parents, en guise  
de reconnaissance pour leur sacrifice,  
à mes frères et soeurs,  
à tous mes amis,*

*je dédie ce travail*

## **REMERCIEMENTS**

*Au terme de cette étude, je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à tous ceux qui par leur aide et leur compétence ont contribué à la réalisation de ce travail.*

*Mes remerciements vont en particulier :*

*à mon promoteur, M<sup>r</sup> KASSER, pour ses précieux conseils et sa contribution à l'étude de ce projet,*

*à l'ensemble du personnel d'AGENOR, pour m'y avoir facilité l'accès et le travail, aux membres du jury qui ont pris la peine de juger la qualité de ce travail,*

*à mes cousins Hamou et Larbi et mon collègue Ali qui m'ont prêté main forte dans la réalisation de ce polycopié.*

## RESUME

Notre étude consiste à comparer les cinétiques de recristallisation des alliages Argent-Cuivre de compositions différentes en seconde phase ( $\beta$ ). Pour cela, on a élaboré des lingots d'alliages Ag-Cu de valeurs différentes en élément cuivre. Pour éliminer les structures brutes de solidification et avoir un état de référence, ceux-ci ont subi un laminage primaire à froid ( $\varepsilon = 0,3$ ), puis un recuit d'homogénéisation à  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant deux heures. Enfin, les lingots sont soumis à une déformation nominale ( $\varepsilon = 0,8$ ) par laminage à froid, puis à des recuits de recristallisation à la température constante de  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Par observations métallographiques, on suit l'évolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de chauffage pour chaque alliage et on mesure les tailles moyennes des grains des structures après recuits.

Cette étude a montré que l'augmentation de la phase ( $\beta$ ) s'accompagne d'un durcissement de l'alliage. En conséquence à cela, la cinétique de recristallisation des alliages devient assez complexe mais aussi intéressante à étudier. La variation de celle-ci avec la phase ( $\beta$ ) suit une forme parabolique.

## INTRODUCTION

Le mélange de l'argent avec le cuivre, élément d'addition, donne des alliages dont les propriétés physiques et mécaniques ne sont pas à contester. L'inaltérabilité procurée par l'argent et la bonne résistance mécanique obtenue par l'addition de faibles quantités de cuivre font que ces alliages soient assez nobles pour être utilisés en bijouterie.

L'élaboration de produits finis à base d'alliages Ag-Cu se fait souvent par une série de déformations à froid interrompues par des recuits de recristallisation. Ces derniers s'avèrent nécessaires pour la restauration des propriétés mécaniques originelles de l'alliage travaillé. Le contrôle de la cinétique de recristallisation des alliages Ag-Cu pendant les recuits est à la fois un enjeu de qualité et d'économie.

Dans notre étude, on s'est intéressé à la cinétique de recristallisation des alliages Ag-Cu dont la seule différence est leurs compositions en phase ( $\beta$ ). Tous les autres paramètres, tel que la température de recuit ... , sont maintenus constants pour tous les alliages.

Pour mener à bien le travail expérimental, une introduction théorique nous a été utile. On a alors donné un aperçu général sur les phénomènes qui se produisent pendant la solidification des alliages, les structures et les défauts de coulée qui en résultent et les traitements appliqués pour éliminer ces derniers. On a ensuite traité de l'état structural des métaux après déformation à froid et passé en détails les mécanismes par lesquels les réarrangements microstructuraux se produisent pendant les recuits.

Une étude non moins détaillée de la cinétique de recristallisation a été nécessaire pour comprendre les diverses variables qui gouvernent ce phénomène. La partie bibliographique se termine par un bref historique et généralités sur l'argent, le cuivre et les alliages qu'ils forment.



# 1 PHENOMENES LIES A LA SOLIDIFICATION

---

Au cours de leur élaboration, la majorité des matériaux passent de l'état liquide à l'état solide. Les phénomènes qui se produisent pendant la solidification, et qui dépendent dans une très large mesure des conditions dans lesquelles la transformation s'est produite, ont une influence marquée sur les propriétés finales des matériaux.

Les principaux paramètres qui dépendent des conditions de solidification sont la taille des grains formés et leurs orientation, la taille des particules de secondes phases et leur état de dispersion, et la distribution des éléments d'alliage dans la structure.

Suivant qu'on est en présence d'un métal pur ou d'un alliage, les phénomènes qui se produisent pendant la solidification diffèrent. Cette différence apparaît principalement dans la température de solidification, le mécanisme de germination et les microstructures développées.

## 1.1 SOLIDIFICATION D'UN METAL PUR

### 1.1.1 Equilibre liquide-solide

A la température de fusion,  $T_f$ , d'un métal pur, les phases liquide et solide sont en équilibre :



La solidification résulte du déplacement de l'équilibre décrit par l'équation (1.1) vers la droite. C'est une réaction exothermique : la chaleur latente de solidification doit être extraite du système pour que la transformation progresse.

Si la solidification se produit à une température  $T$  différente de  $T_f$ , la variation d'enthalpie libre par unité de volume du système s'exprime par :

$$\Delta G = -L(T_f - T) / T_f \quad (1.2)$$

$L$  étant la chaleur latente de solidification.

La *surfusion* est la différence de températures ( $T_f - T$ ).

## 1.1. 2. Germination et croissance

Pour que la solidification puisse se produire, il doit exister dans le liquide des germes de solide; la solidification résulte de la croissance de ceux-ci aux dépens du liquide.

On connaît deux formes de germination: la germination homogène et la germination hétérogène. Toutefois, plusieurs facteurs favorisent la deuxième forme et la rendent donc plus probable dans les cas pratiques.

**Germination homogène.** Dans un liquide en surfusion, des regroupements d'atomes sous forme d'amas peuvent constituer des germes solides stables. La stabilité d'un germe sphérique de rayon  $r$  s'exprime par le bilan énergétique suivant :

$$\Delta G = (4/3)\pi r^3 \Delta G_v + 4\pi r^2 \gamma_{s-l} \quad (1.3)$$

$\Delta G_v$  représente la variation d'enthalpie libre par unité de volume entre la phase liquide et la phase solide ( $\Delta G_v = G_s - G_l < 0$ ) et  $\gamma_{s-l}$ , terme positif, correspond à l'énergie surfacique de l'interface formée entre le liquide et le germe solide.

D'après la relation (1.3) et comme le montre la figure (1.1), un germe n'est stable que si son rayon atteint une valeur critique  $r^*$  :

$$r^* = (2 \cdot \gamma_{s-l} \cdot T_f) / L \Delta T \quad (1.4)$$

$\Delta T$  étant la surfusion ( $T_f - T$ ).

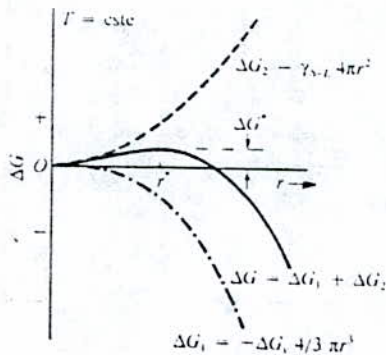


Fig 1.1 relation entre le rayon  $r$  d'un germe et la variation de l'énergie libre  $\Delta G$  du système L-S

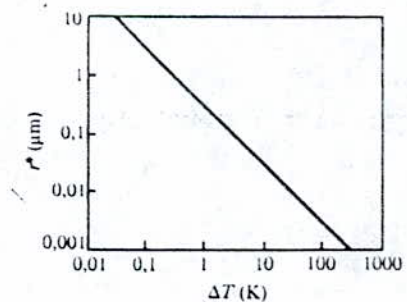


Fig 1.2 valeurs du rayon critique  $r^*$  des germes de cuivre en fonction de la surfusion  $\Delta T$ . [23]

Le rayon critique d'un germe est inversement proportionnel à la surfusion  $\Delta T$ . La figure (1.2) schématise cette relation dans le cas du cuivre; pour un rayon critique de  $0,01 \mu\text{m}$  correspond une surfusion de  $30^\circ\text{C}$  et à un rayon de  $1 \mu\text{m}$ , une surfusion de  $0,3^\circ\text{C}$ .

Dans les métaux, le degré critique de surfusion nécessaire à la germination homogène est de l'ordre de  $0,2T_f$ . A cette température, le germe a un rayon critique d'environ  $1 \mu\text{m}$  et contient approximativement 300 atomes [23].

**Germination hétérogène.** En pratique, la surfusion dépasse rarement quelques degrés avant que ne débute la solidification: il n'y a pas alors de germination homogène; elle se fait plutôt soit sur des particules d'impuretés, soit à la surface du moule. C'est à dire que c'est une germination hétérogène.

La forme d'un germe qui se forme à la surface d'un substrat est une calotte sphérique de rayon  $r^*$ . L'angle de contact entre le germe et le substrat dépend des propriétés de surface entre le liquide, le germe solide et le substrat. La figure (1.3) représente un tel germe. Quand le rayon du germe atteint la valeur critique  $r^*$ , il peut croître, et c'est le début de la solidification.

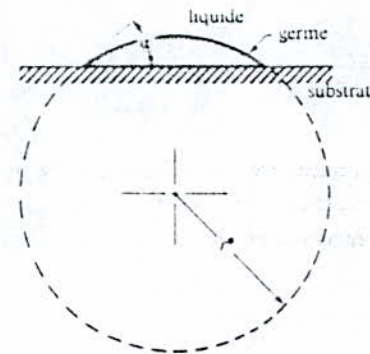


Figure 1.3 Germination hétérogène sur un substrat solide.  $\alpha$  est l'angle de contact entre le germe et le substrat.

La stabilité d'un germe dépend du rayon de courbure de l'interface liquide-solide et non du nombre total d'atomes du germe. Ainsi la formation d'une calotte sphérique de rayon  $r^*$  est plus probable que la formation d'un germe sphérique de même rayon; dans le second cas le nombre d'atomes du germe est plus grand. Ainsi, dans le cas du cuivre, pour la formation d'un amas de solide d'environ 300 atomes par germination homogène, le rayon critique du germe sera d'environ  $1\text{nm}$  et la surfusion estimée à  $300^\circ\text{K}$ . Par contre, si cet amas forme par germination hétérogène une calotte sphérique dont l'angle de contact avec le substrat est de  $15^\circ$ , le rayon de cette calotte sera de  $10\text{nm}$  et la surfusion ne sera plus que d'une dizaine de degrés [23].

## 1.2. SOLIDIFICATION DES ALLIAGES.

Ce que nous venons de décrire s'applique également aux alliages: avant que la solidification ne débute, il doit y avoir germination. Dans ce cas, cependant, la solidification doit s'accompagner d'une redistribution du soluté entre le solide et le liquide. Ce réarrangement, étant un déplacement d'ensemble des atomes du soluté, est gouverné par les mécanismes de diffusion.

En pratique, une solidification, telle que décrite par les diagrammes d'équilibre ne peut jamais se produire; le temps requis pour que les différentes phases solides s'uniformisent par diffusion du soluté serait excessivement long. On sait, par exemple, que la diffusion dans le solide à la température de fusion permet aux atomes du soluté de parcourir environ 1mm en un mois[23].

De façon raisonnable, on admet que dans le solide en cours de solidification la diffusion a un effet négligeable sur la distribution du soluté. Hypothèse vérifiée dans le cas des solutions de substitution ( $D_s = 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ ).

Dans de telles conditions de solidification, il y a des différences de concentrations dans le solide. Deux cas sont alors à considérer: la composition est toujours uniforme; la distribution du soluté dans le liquide se fait tant par diffusion que par convection. La composition du liquide varie à partir de l'interface; la distribution du soluté ne s'y fait que par diffusion.

**Diffusion et convection dans le liquide.** Pour un alliage A-B (figure 1.4) de composition  $C_0$  à l'état liquide, le chemin réel de solidification est la ligne (A-B-C). Par conséquent, sa composition varie de  $C_1$ , début de solidification, à  $C_f$ , fin de solidification et l'intervalle de solidification se trouve augmenté (jusqu'à  $\Phi_f$  au lieu de  $\Phi_s$ ).

La figure(1.5) représente la variation de la composition du solide entre le centre d'un grain ainsi solidifié et le point où la solidification s'est terminée, au joint de grain formé par la rencontre de deux grains. Il y a rejet de soluté du centre vers le bord du grain: c'est ce qu'on qualifie de *ségrégation*.

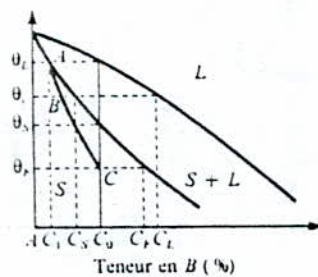


Fig 1.4 Évolution de la composition moyenne du solide en cours de solidification selon la ligne AC (cas où la composition du liquide est uniforme).

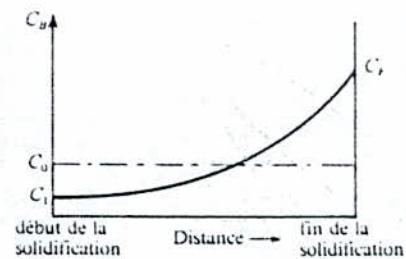


Fig 1.5 Variation de la composition du solide après solidification à partir du centre du grain (la composition du liquide est uniforme).

**Diffusion seule dans le liquide.** Dans ce cas-ci, à part la diffusion, il n'y a ni convection ni mélange dans le liquide. Tout comme dans le cas précédent, la composition des premiers

germes de solides est  $C_1$ . Cependant, en régime permanent, la composition moyenne du liquide reste égale à  $C_0$ , si l'on excepte une faible couche de diffusion où la concentration y est supérieure. La figure(1.6) représente la variation de concentration dans le liquide devant le front de solidification. Pour les vitesses usuelles de solidification, la couche de diffusion a une longueur de l'ordre de 0,1 à 1mm. la figure(1.7) représente la variation de la composition d'un grain ainsi solidifié.

Quand la solidification se poursuit de cette façon, et c'est le cas général, il se produit, en avant du front de solidification, une surfusion structurale: sur une distance en avant du front de solidification, la température réelle du liquide est inférieure à la température du liquidus.

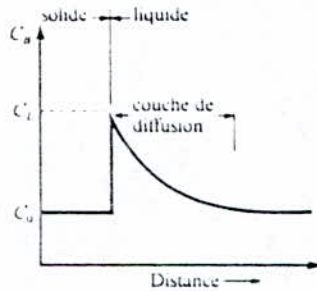


Fig 1.6 Variation de la concentration du soluté  $C_B$  dans le liquide devant le front de solidification

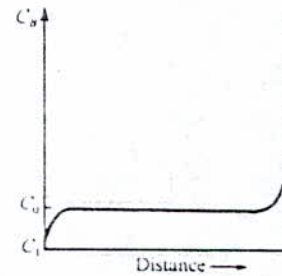


Fig 1.7 Variation de la composition entre le centre et le bord d'un grain (diffusion seule dans le liquide)

### 1.3. STRUCTURES DE SOLIDIFICATION

Le gradient de température à l'intérieur du liquide et, partant, la distance sur laquelle se produit la surfusion structurale ont une influence marquée sur la morphologie du métal solidifié.

La *croissance dendritique* est une conséquence directe de la surfusion structurale qui se produit pendant la croissance des germes solides. Dans ces conditions, l'interface de solidification devient instable et ne peut donc rester plane ou régulière. Des protubérances apparaissent à l'interface solide-liquide, croissent et donnent naissance à des *dendrites* de forme arborescente(figure 1.8). La croissance se fait plus rapidement le long de l'axe de la dendrite et qui est celui de la direction d'extraction de la chaleur. La longueur d'une dendrite en avant du front de solidification est presque égale à celle de la zone de surfusion structurale.

#### 1.3.1. Structure générale d'une pièce solidifiée

Une pièce brute de solidification présente en général trois zones distinctes dont la formation dépend des conditions de refroidissement: une zone de peau, une zone basaltique et une zone équiaxe (figure 1.9).

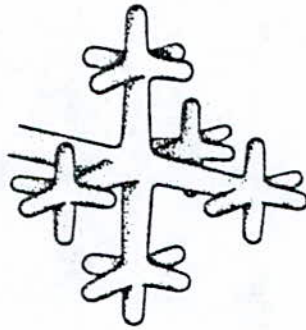


Fig 1.3 Schéma d'une dendrite .  
à partir de la branche primaire se  
développent des ramifications .

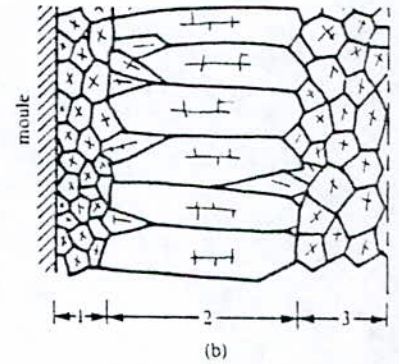
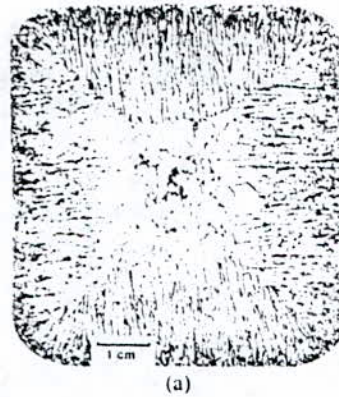


Fig 1.9 (a) photographie de la coupe transversale  
d'un lingot montrant les structures de solidification,  
(b) schéma des zones de solidification : 1. zone de  
peau ; 2. zone basaltique ; 3. zone équiaxe .

**Zone de peau:** le métal liquide, en contact avec les parois du moule dont la température est plus faible que celle du liquidus, se refroidit brusquement et la germination s'y fait rapidement. Il se forme alors un réseau de cristaux dendritiques orientés au hasard. Dans cette zone, la distance sur laquelle il y a surfusion structurale est faible et le gradient de température dans le liquide est élevé.

**Zone basaltique:** Une fois la zone de peau formée, le gradient de température dans le liquide diminue, et la distance de surfusion structurale augmente. La croissance dendritique des grains se poursuit, mais ceux dont les dendrites ont un axe parallèle au flux de chaleur croissent plus rapidement que les autres.

**Zone équiaxe :** En fin de solidification, l'évolution de la zone basaltique est limitée par la germination hétérogène de nombreux cristaux au sein du liquide restant en surfusion. Dans cette zone, les grains sont orientés au hasard, d'où le qualificatif d'équiaxe.

Dans une pièce de fonderie, toutes ces zones ne sont pas forcément présentes. Par exemple, la zone de peau peut s'étendre à tout le volume solidifié lorsque l'évacuation de chaleur à partir de la surface du moule est très rapide (moules métalliques) et que l'épaisseur de la pièce est faible.

### 1.3.2. Ségrégation

Comme nous l'avons déjà signalé, la distribution non uniforme du soluté au cours de la solidification d'un alliage est la cause de ségrégations. On distingue la *ségrégation majeure* et la *ségrégation mineure*

La ségrégation majeure est décelable à l'échelle de la pièce: le centre de la pièce se solidifie en dernier et est donc plus riche en soluté que les zones qui se sont solidifiées en premier. On comprend que dans ces conditions, les propriétés d'un métal peuvent varier de façon importante de la peau au coeur du lingot.

La ségrégation mineure se produit à l'échelle de la microstructure de solidification, c'est à dire à l'échelle des dendrites: la composition des grains varie de leur centre vers l'extérieur. Le dernier liquide à se solidifier, entre les branches des dendrites, est plus riche en soluté que les zones qui se sont solidifiées en premier lieu.

### 1.3.3. Traitements d'homogénéisation après coulée .

Les traitements d'homogénéisation, c'est à dire le maintien des pièces à hautes températures, ont pour but de diminuer les effets de la ségrégation en faisant diffuser les éléments ségrégués des zones riches vers d'autres plus pauvres. Cependant, ces traitements ont peu d'effets sur la ségrégation majeure: les distances sur lesquelles la diffusion doit se produire sont beaucoup trop grandes (plusieurs centimètres). Dans le cas de la ségrégation interdendritiques, l'homogénéisation n'a qu'un effet limité sur la redistribution des éléments en solution de substitution. Même si les distances de diffusion sont petites (quelques dixièmes de millimètres), les coefficients de diffusion très faibles empêchent une homogénéisation complète .

Les structures de solidification décrites plus haut sont profondément modifiées par les opérations subséquentes de mise en forme par déformation plastique et la structure dendritique disparaît alors complètement .

## 2 CHANGEMENTS STRUCTURAUX

---

La déformation à froid des métaux, comme processus de mise en forme, est largement utilisée en industrie, notamment pour les métaux non-ferreux .

Une mise en forme est dite effectuée à froid si elle ne s'accompagne pas de processus d'adoucissement, tel que la restauration, pendant la déformation. En général, toute déformation effectuée à une température inférieure à  $0,6T_f$  ( $T_f$  étant la température de fusion en °C ) est considérée comme déformation à froid .

Après déformation à froid, les propriétés mécaniques d'un matériau deviennent souvent médiocres. Il est par conséquent nécessaire de récupérer ces propriétés originelles pour pouvoir l'utiliser tel quel ou pour un écrouissage ultérieur. Ceci se fait par des recuits qui sont en fait des processus d'adoucissements matérialisés par des réarrangements structuraux dans le réseau cristallin .

Dans ce chapitre, on a traité de l'état structural des matériaux après écrouissage à froid et des changements qui s'y produisent pendant les recuits .

### 2.1. ENERGIE EMMAGASINEE

Lorsqu'un alliage est plastiquement déformé , différents défauts apparaissent dans le réseau cristallin . Ceux-ci , ajoutés aux contraintes élastiques, servent de mécanismes pour le stockage d'énergie . Entre 5 et 10% [23] de l'énergie totale de déformation demeure ainsi dans le métal sous forme de défauts, le reste étant dissipé sous forme de chaleur .

#### 2.1.1. Mécanismes de stockage d'énergie

**Contraintes élastiques.** Pour une déformation élastique  $e$ , le réseau cristallin aura un excès d'énergie, par unité de volume, estimé à  $e^2.E/2$  .  $E$  étant le module de Young du matériau.

Les expériences [21] montrent que l'énergie introduite par les champs élastiques ne représentent que 5 à 10% de l'énergie totale stockée .

**Défauts de réseau.** la déformation plastique produit les défauts cristallins suivants : dislocations, défauts d'empilements, lacunes, interstitiels, ...etc . Mais les défauts les plus importants produits pendant la déformation à froid , sont les dislocations et les lacunes . Les dislocations occupent, à elles seules, 80 à 90% de l'énergie emmagasinée: un matériau sévèrement écroui verra sa densité de dislocations passer de  $10^7$  à  $10^{11}$  par centimètre carré[21].



Des recherches montrent que si la mobilité des dislocations est faible à la température de déformation, celles-ci se répartissent alors au hasard dans toute la matrice. Par contre, si leur rencontre est possible par glissement (haute énergie de défaut d'empilement), elles formeront des *enchevêtrements*. Ce phénomène donnera lieu à des régions riches en dislocations et d'autres pauvres: *sous-grains*. Par conséquent, sous microscopie électronique (MET), les grains n'apparaîtront plus comme des monocristaux mais plutôt composés de sous-grains (figure 2.1.a).

En général, si l'enchevêtrement des dislocations n'apparaît pas après la déformation d'un métal, les recuits provoqueront sa formation, et un recuit additionnel pourra affiner la sous-structure et rendre les frontières des sous-grains plus clairs (figure 2.1.b).

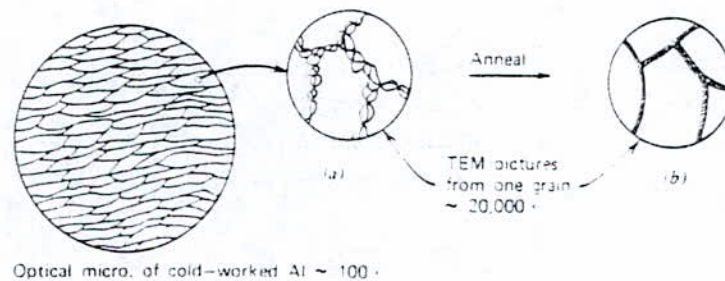


figure 2.1. représentation schématique d'une structure déformée dans l'Aluminium

### 2.1.2. Variables affectant l'énergie stockée .

On comprend l'importance de ces variables puisque plus l'énergie emmagasinée est importante, ce qui est d'ailleurs équivalent à une augmentation de l'énergie interne, mieux est l'aptitude du matériau aux recuits. Par conséquent, un apport thermique extérieur faible sera suffisant.

**La pureté.** L'addition d'atomes d'impuretés à un métal augmente l'énergie stockée à une déformation donnée. Apparemment ceux-ci empêchent le mouvement des dislocations et provoquent, par conséquent, leurs multiplication .

**La déformation .**Pour un même type de déformation, l'énergie emmagasinée varie dans le même sens avec la déformation. La figure(2.2) témoigne de l'influence de la déformation par traction sur la quantité d'énergie stockée dans une éprouvette en cuivre pur(99,999%).

**La taille des grains .**La quantité d'énergie stockée est inversement proportionnelle à la taille des grains. Les joints de grains, de présence importante, sont le siège d'interaction et multiplication de dislocations .

On a remarqué aussi que les déformations à basses températures favorisent des quantités importantes en énergie retenue.

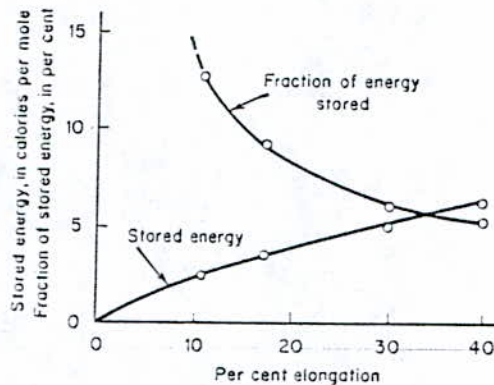


figure 2.2. Énergie emmagasinée dans une éprouvette de cuivre soumise à une série de tractions. (D'après les données de GORDON, P., trans.AIME, 203 1043 (1955) ). [16]

## 2.2. LIBERATION DE L'ENERGIE STOCKEE

Il existe diverses techniques expérimentales pour la mesure de la quantité d'énergie emmagasinée dans un métal. Quand on chauffe un métal déformé à froid, l'excès d'énergie se libère dès que la température est suffisante pour l'apparition des processus de relaxation. L'une de ces techniques consiste à chauffer, à vitesses égales, deux échantillons d'un même métal: l'un deux à l'état recuit et l'autre écroui. On mesure alors la différence de puissance,  $\Delta P$ , nécessaire au chauffage des deux spécimens.

Suivant cette méthode, on obtient plusieurs types de courbes (figure 2.3) qui montrent toutes un maximum (pic) correspondant à une libération importante d'énergie (sous forme de chaleur).

Des observations métallographiques accompagnant des échantillons soumis à ce recuit montrent un phénomène intéressant qui se produit au moment de l'apparition des pics d'énergie. Ces derniers s'accompagnent de la naissance d'une nouvelle structure, composée de grains équiaxes, au détriment de la matrice originale déformée.

Le phénomène qui se produit ainsi est une *recristallisation*.

L'énergie, relativement faible, libérée avant l'apparition des pics correspond à l'étape de *restauration* des propriétés physiques, essentiellement, du matériau écroui.

Il faut cependant, définir la troisième étape des recuits: *coalescence des grains*. Celle-ci se produit si le recuit se poursuit même après la fin de la recristallisation. Cette étape n'est plus l'énergie emmagasinée, mais c'est plutôt la tendance du métal à réduire son énergie surfacique en diminuant la surface totale des joints de grains.

Revenons aux courbes de la figure (2.3), on remarque les points significatifs suivants:

1- la fraction d'énergie libérée pendant la restauration est faible pour les courbes de type A et large pour le type C.

2- les courbes de type A sont souvent obtenues pour les métaux purs alors que celles de type B ou C correspondent aux alliages.

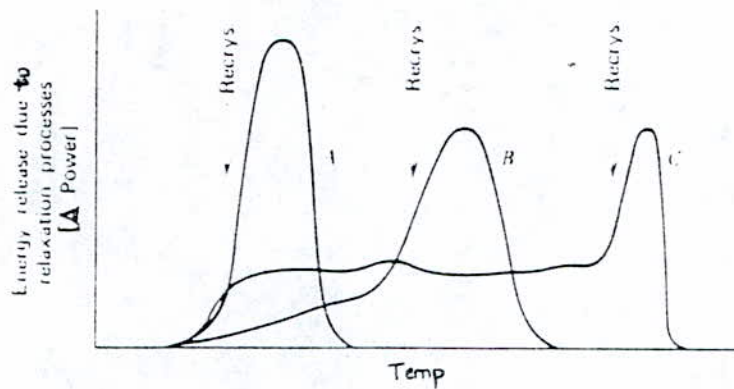


figure 2.3. trois types de courbes d'énergie libérée

Des études [21] montrent que par rapport à l'énergie totale libérée pendant le recuit, la fraction d'énergie libérée pendant l'étape de restauration varie de 0.03, pour les métaux de haute pureté, à des valeurs comme 0.7 pour certains alliages. Il est clair que l'addition d'éléments retarde la germination de grains recristallisés et ce, en permettant une libération non négligeable d'énergie durant la restauration.

### 2.2.1. Changements des propriétés.

Des changements importants en propriétés physiques et mécaniques s'opèrent pendant le recuit. Ceux-ci sont la conséquence directe des réarrangements structuraux, thermiquement activés, se produisant dans le matériau. La figure (2.4) illustre la variation de la résistivité électrique et de la dureté en fonction de la température de chauffage pour un échantillon polycristallin en Nickel.

On note que la résistivité initiale est presque entièrement rétablie avant la recristallisation. ceci est dû à la chute importante des concentrations en lacunes et interstices pendant l'étape de restauration. La dureté, par contre, subit un changement important ( 80% du changement total ) simultanément avec la recristallisation de la matrice. Cette variation témoigne de la diminution rapide de la densité de dislocations pendant la recristallisation.

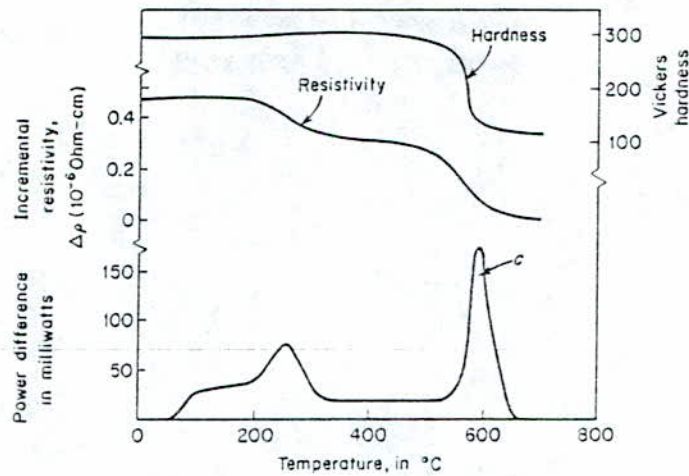


Figure 2.4 courbe de recuit anisotherme de Nickel écroui à froid. En haut on voit l'effet du recuit sur la résistivité électrique et la dureté du métal.[2]

### 2.2.2. Mécanismes de restauration

Diverses expériences [1,22] ont été faites pour pouvoir comprendre les mécanismes opérationnels durant l'étape de restauration .

Un sommaire est présenté dans le tableau (2.1). On distingue trois stades, suivant la température, par lesquels les mécanismes de restauration opèrent: ils nécessitent un mouvement de lacunes à basses températures, un mouvement de dislocations( sans montée ) aux températures intermédiaires et un mouvement de dislocations avec montée aux hautes températures.

TABLEAU 2.1 : Mécanismes de restauration

températures	mécanismes opérationnels
Basses	1-migration des défauts ponctuels vers les joints de grains et dislocations . 2-annihilation des défauts ponctuels .
Intermédiaires	1-enchevêtrement des dislocations . 2-annihilation des dislocations . 3-croissance des sous-grains .
Hautes	1-montée de dislocations . 2-coaléscence des sous-grains . 3-polygonisation .

**Croissance et coalescence des sous-grains .** Après écrouissage , la taille des sous-grains est de l'ordre de 0.1 à 1 $\mu$ m. Pendant le recuit, l'enchevêtrement des dislocations s'accroît davantage et, par conséquent, la densité de dislocations diminue encore à l'intérieur des sous-grains ( figure 2.1b). Vers la fin de la restauration, on observe la croissance des sous-grains [26].

Des études par microscopie électronique montrent que dans certains cas, les joints des sous-grains disparaissent. Par des processus qui ne sont pas encore clairs, la différence d'orientation entre deux sous-grains voisins disparaît.

**Polygonisation.** Ce phénomène a été découvert en utilisant les rayons X sur un échantillon monocristallin. Après pliage d'un monocristal, un excès de dislocations coins et positives est généré (figure 2.5a). Par recuit, celles-ci s'alignent les unes sur les autres par glissement et montée (figure 2.5b). La polygonisation n'est pas aussi bien définie pour les matériaux polycristallins. Cependant, on peut affirmer qu'en général, (a) elle exige un excès de dislocations coins, (b) elle ne se produit qu'aux hautes températures de restauration, et (c) elle produit des sous-grains dix fois plus grands que ceux produits par l'enchevêtrement des dislocations [21].



figure 2.5 (a) Excès de dislocations coins produits par pliage  
(b) L'alignement des dislocations après polygonisation

### 2.3. MECANISMES DE GERMINATION EN RECRISTALLISATION

la recristallisation, rappelons-le, est l'apparition d'une nouvelle structure composée de grains équiaxes au dépens de la matrice écrouie. La germination des nouveaux grains se fait dans des sites où se localisent de sévères déformations: les points triples, joints de grains, ...

Divers modèles ont été proposés pour expliquer le mécanisme de formation et croissance d'un germe à travers la matrice qui l'entoure. Ceux-ci s'accordent, cependant, sur deux points :

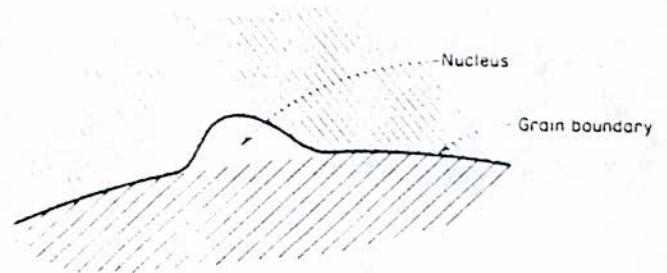
(a) une région d'une matrice peut devenir un germe et croître à condition que la taille de ce dernier dépasse une certaine valeur minimale. Pour exemple, nous citerons les travaux de Detert et Zieb [14] qui ont conclu que pour un métal déformé (densité de dislocations égale à  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$ ), la taille d'un germe doit dépasser  $150 \text{ \AA}$  en diamètre pour pouvoir croître

(b) Le germe doit être près d'un joint de grain de désorientation importante [30] pour faciliter sa croissance.

Deux mécanismes de germination, dépendant essentiellement du métal et de son degré de déformation, sont largement suivis. Comme nous l'avons déjà signalé, le métal déformé contient deux sortes d'interfaces: les joints de grains et les joints de sous-grains formés par déformation. La germination résulte de la croissance soudaine de l'un ou de l'autre de ces deux types d'interfaces.

Croissance soudaine des joints de grains. Ce mécanisme, valable pour les métaux polycristallins, est soutenu par les travaux de Bailey et Hirsch [6,7]. Ils proposent que si dans un métal écroui à froid, la densité de dislocations n'est pas la même des deux côtés d'un joint de grain, alors une portion du grain à densité faible migrera vers l'autre grain. Ce mouvement est concrétisé par le déplacement du joint de grain et formation d'un gonflement qui n'est rien d'autre que le germe de recristallisation (figure 2.6).

figure 2.6. mécanisme de germination par migration du joint de gains, d'après Bailey et Hirsch



Croissance des sous-joints. Pour ce mécanisme, plus probable pour les métaux monocristallins, on attribue deux interprétations :

La première, due à Cahn [11] et à Beck [8], propose qu'en raison de la polygonisation, il est possible qu'un sous-grain croisse à travers la matrice qui l'entoure. La deuxième, donnée par Hu [18], exploite le concept de coalescence des sous-grains pour la formation d'un germe assez grand pouvant croître: l'élimination d'un sous-joint se fait par rotation des deux sous-grains combinés comme montré à la figure (2.7).

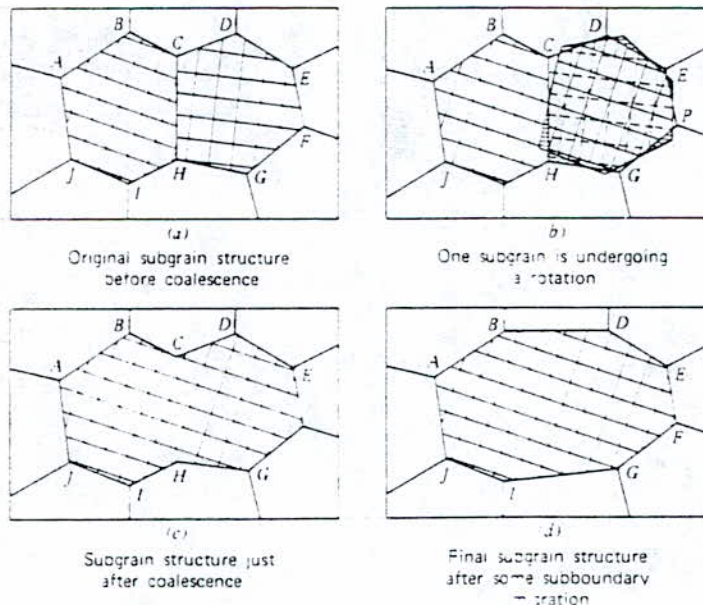


figure 2.7 représentation schématique de la coalescence des sous-grains par rotation. [d'après J.C.M.Li, J.Appl.phys.33, 2959, (1962)]. [20]

En conclusion, on peut affirmer que, généralement, pour les métaux de hautes énergies de défauts d'empilement, la germination se fait par le premier mécanisme pour de faibles déformations (inférieures à 0.4 ) et par le deuxième mécanisme: coalescence des sous-grains si la déformation est sévère. Alors que pour les métaux à basses énergies de défauts d'empilement, la germination se fait principalement par croissance des sous-grains dans le réseau polygonal (deuxième mécanisme ).

Après la formation des germes, c.a.d ayant atteints la taille critique, ceux-ci croissent dans la matrice . La croissance se produit sous l'action de la force créée par l'énergie de distorsion élastique emmagasinée sous forme de dislocations dans les cellules polygonales produites pendant la restauration .

### 3 CINETIQUE DE RECRISTALLISATION

---

Dans ce chapitre, nous allons traiter le phénomène de recristallisation non pas du point de vue mécanisme, mais plutôt du point de vue cinétique. En effet, il s'est avéré nécessaire de comprendre l'influence des paramètres extérieurs (temps et températures de recuit) et des paramètres intérieurs (déformation, taille des grains, présence de seconde phase, ...) sur l'évolution de ce phénomène pour que son contrôle éventuel soit possible.

Nous nous intéresserons tout particulièrement à l'effet de la présence d'une seconde phase, en général, sur l'aptitude d'un métal à la recristallisation.

La première approche quantitative de la recristallisation a été faite par Anderson et Mehl [24]. Ceux-ci ont suivi par microscopie optique l'évolution de la recristallisation d'un spécimen chauffé à des durées et températures différentes, puis estimé la fraction recristallisée comme fonction du temps de chauffage.

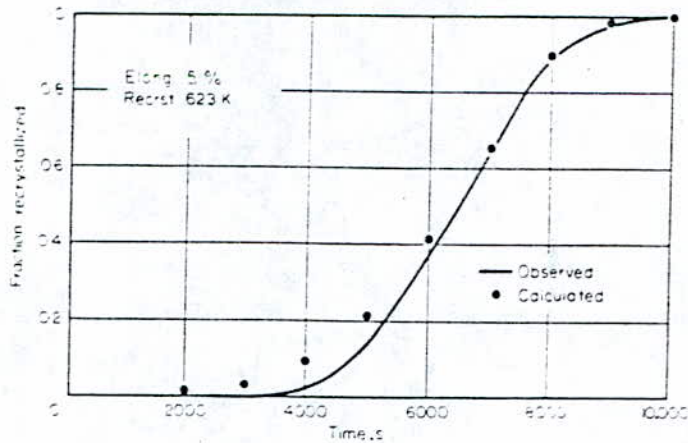
La courbe représentée dans la figure(3.1) donne la fraction recristallisée observée dans une éprouvette d'aluminium déformée par traction. On y distingue les points significatifs suivants :

- 1-Existence d'une période d'incubation
- 2-La vitesse de recristallisation, qui est le volume recristallisé par unité de temps, est faible au début, croit jusqu'à une valeur maximale puis subit une décroissance à l'approche de la recristallisation complète.

#### 3.1. THEORIE DE LA CINETIQUE

La recristallisation comme tant d'autres transformations de phases, est traitée formellement comme un processus de germination et croissance où les quantités fondamentales sont : la vitesse de germination  $N$  et la vitesse de croissance des germes  $G$ .





**figure 3.1** courbe théorique de recristallisation de l'aluminium comparée aux résultats expérimentaux [25]

Johnson et Mehl [25] ont dressé la première équation générale pour les changements de phases se produisant par germination et croissance et ce, en posant comme hypothèses :

- 1-La germination a lieu aléatoirement dans la matrice.
- 2-La vitesse de germination  $N$ , qui est le nombre de germes formés par unité de temps et de volume non transformé, reste constante.
- 3-La vitesse de croissance des germes,  $G$ , reste constante.
- 4-Les germes sont sphériques et susceptibles de collisions pendant leur croissance.

La fraction volumique recristallisée  $X_v$ , qui est une fonction du temps, est dérivée théoriquement et s'exprime comme suit :

$$X_v = f(t) = 1 - \exp(-1/3 \cdot \pi \cdot N \cdot G^3 \cdot t^4) \quad (3.1)$$

Cette équation donne des courbes approximatives à celle de la figure(3.1). Leurs formes exactes dépendent des valeurs de  $N$  et  $G$ .

D'après l'équation (3.1), On constate que la fraction volumique transformée est beaucoup plus sensible à  $G$  qu'à  $N$ .

Avrami [5] a introduit des corrections à l'équation (3.1). Il suggère que la vitesse de germination  $N$ , en plus des sites préférentiels de la germination  $\tilde{N}$  et de leurs fréquences  $\delta$ , décroît exponentiellement telle que :

$$N = \tilde{N} \delta \cdot \exp(-\delta \cdot t) \quad (3.2)$$

En introduisant l'expression (3.2) dans la théorie, Avrami a proposé une nouvelle forme générale de l'équation de recristallisation :

$$X_v = 1 - \exp(-\beta \cdot t^k) \quad (3.3)$$

Où  $\beta$  est une constante empirique propre à chaque matériau et  $k$  varie entre 3 et 4.

L'équation (3.3) est applicable à une recristallisation tridimensionnelle: les grains recristallisés sont petits par rapport aux autres dimensions du spécimen . Par contre , si  $k$  varie entre 2 et 3, l'équation est valable pour la recristallisation bidimensionnelle : germination dans des matériaux très minces .

### 3.2. DETERMINATION EXPERIMENTALE DE N ET G.

Beaucoup de chercheurs ont mesuré les valeurs de N et G pendant la recristallisation . Des travaux expérimentaux ont été effectués par Mehl & al sur l'aluminium . Ils ont alors constaté que la vitesse de germination croit exponentiellement avec le temps :

$$N = a. \exp( b. t ) \quad (3.4)$$

résultat surprenant puisqu'il contredit la décroissance de N dans l'équation d'Avrami .

Quant à G, déduit par  $dD/dt$  : D étant l'évolution du diamètre des grains recristallisés en fonction du temps de chauffage, il est constant et ne dépend donc pas du temps .

Tenant compte de ces nouvelles données expérimentales, les nouvelles courbes théoriques sont très similaires à celles obtenues expérimentalement pour l'aluminium : voire fig (3.1).

### 3.3. INFLUENCE DE LA PURETE , LA DEFORMATION , TAILLE DES GRAINS ET LA TEMPERATURE SUR N et G.

Certains décrivaient la cinétique de recristallisation par une simple équation empirique de forme :

$$X_v = A \exp (-Q_r/RT ) \quad (3.5)$$

Où A est une constante expérimentale et  $Q_r$  est l'énergie d'activation de recristallisation .

L'équation (3.5) donnait peu d'explications aux mécanismes atomiques responsables de la taille finale des grains recristallisés. Ceci est dû à la dualité qui existe entre le stade de germination et celui de la croissance des germes. Si des germes se forment rapidement et croissent lentement, la recristallisation s'accomplit avant que ceux-ci puissent croître et par conséquent, la structure finale sera fine. Le contraire se produit si la vitesse de germination est faible par rapport à celle de la croissance .

On voit donc l'intérêt d'étudier l'influence des paramètres cités ci-dessus sur les valeurs de G et N .

#### 3.3.1. vitesse de croissance G .

La vitesse de croissance d'un grain recristallisé est décrite par le déplacement de l'interface séparant celui-ci de la matrice déformée :

$$G = D_b.E_s / ( KT.\lambda ) \quad (3.6)$$

Où  $D_b$  est le coefficient d'auto-diffusion du joint de grain .

$E_s$  représente l'énergie emmagasinée par unité de mole de la matrice déformée .

$K$  constante de boltzman .

$\lambda$  épaisseur du joint de grain .

$T$  température ( $^{\circ}k$ ) .

L'effet des différentes variables sur la cinétique de croissance se déduit directement de l'équation (3.6) .

D'après celle-ci , la vitesse de croissance augmente avec la quantité d'énergie emmagasinée. Par conséquent, la croissance est rapide dans les structures sévèrement déformées ou composées de grains fins (écrouis). Ces effets sont illustrés dans la figure (3.2) : l'augmentation faible de  $G$  pour des déformations supérieures à 15% s'explique par une faible variation de l'énergie emmagasinée au delà de 15% en déformation .

Toujours dans la figure (3.2a), la forte diminution de la période d'incubation aux grandes déformations indique que la germination s'y fait plus rapidement .

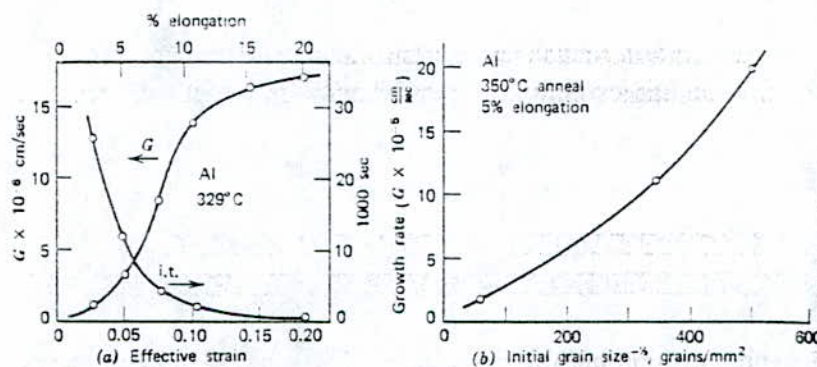


figure 3.2 . variation de la vitesse de croissance ,  $G$ , en fonction de (a) la déformation et (b) la taille du grain initial pendant le recuit de l'aluminium [24]

Quant à l'effet de la température, la cinétique de croissance suit une équation d'Arrhenius:

$$G = G_0 \cdot \exp ( -Q_g / RT ) \quad (3.7)$$

Cette forme de  $G$  est déduite de l'équation (3.6), en tenant compte du fait que  $D_b$  s'exprime en fonction de la température. Les mesures de  $Q_g$  correspondent à l'énergie d'activation pour la diffusion du joint de grain . Les mesures ne sont exactes que pour les métaux purs. En présence d'impuretés , les valeurs trouvées sont supérieures à  $Q_g$  . D'après l'équation (3.7), la vitesse de croissance augmente avec l'élévation de la température et diminue en présence d'impuretés (augmentation de la valeur mesurée de  $Q_g$ ) .

### 3.3.2. Vitesse de germination $N$

Des études ont montré que la vitesse de germination augmente avec la déformation. Ceci est illustré par la figure (3.3) qui montre aussi l'existence d'une *déformation critique* au dessous de laquelle il n'y a pas de germination; pas de recristallisation .

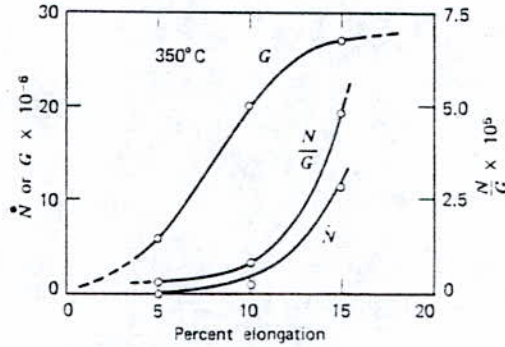


figure 3.3. variation de  $G$  et  $N$  en fonction de la déformation dans l'aluminium chauffé à  $350^{\circ}\text{C}$  [24]

L'effet de la taille des grains est beaucoup plus prononcé . On a constaté que les structures à grains fins favorisent une germination rapide. Les joints de grains fins sont le siège de sévères déformations locales et, par conséquent, des sites préférentiels à la germination .

L'effet de la pureté sur  $N$  ne semble pas avoir été bien étudié. Par contre, puisque les impuretés augmentent la quantité d'énergie emmagasinée pour une déformation fixée, on suspecte une croissance de la vitesse de germination en présence d'impuretés .

La dépendance de la germination envers la température s'exprime aussi, comme pour  $G$ , par une équation d'Arrhenius :

$$N = N_0 \cdot \exp \left( -\frac{Q_n}{RT} \right) \quad (3.8)$$

$Q_n$  étant l'énergie d'activation à la germination .

Des études[1] montrent que les énergies d'activation  $Q_g$  et  $Q_n$  sont sensiblement égales pour des déformations supérieures à 5% .

On déduit aisément que l'énergie d'activation à la recristallisation,  $Q_r$  , n'est autre que la somme de  $Q_g$  et  $Q_n$  .

### 3.4. L'EFFET D'UNE SECONDE PHASE SUR LA RECRISTALLISATION

Dans l'étude précédente, on a traité d'impuretés tous les atomes étrangers qui entrent en solution solide avec le métal .

L'atome impurité crée un champs élastique dans le réseau, et pour une meilleure stabilité, il migre vers les joints de grains . Les mouvements de ceux-ci sont perturbés par la présence de tels atomes .

L'effet inhibiteur sur la recristallisation est beaucoup plus apparent avec de faibles concentrations en soluté. La figure (3.4) montre bien cet effet pour l'aluminium .

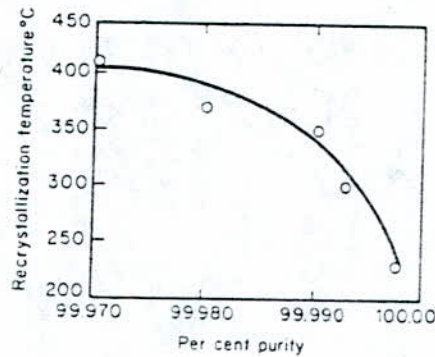


figure 3.4 . l'effet des impuretés sur la température de recristallisation de l'aluminium laminé à froid jusqu'à 80% puis chauffé pendant 30 minutes [29]

Maintenant, qu'en est-il de la présence d'une seconde phase sur la cinétique de recristallisation ?

Il est connu que la présence d'impuretés sous de telles formes empêche la croissance normale des grains. On va exposer brièvement la théorie de Zener [4] qui traite de l'interaction entre les particules de seconde phase et les joints de grains .

La figure (3.5) est une représentation schématique d'une particule sphérique de seconde phase dans un joint de grain . Le mouvement de celui-ci est perturbé par la rencontre de tels obstacles, comme indiqué à la fig 3.5b. La particule exerce une force de traction sur le joint de grain qui se trouve , par conséquent , retenu au voisinage immédiat de celle-ci .

La force de traction est en fait la composante horizontale de la tension interfaciale  $\delta$  (verticale à la surface de la particule) et s'exprime par :

$$f = 2\pi.r.\delta.\cos\theta.\sin\theta \quad (3.9)$$

Où

$\delta$  est la tension interfaciale sur la ligne circulaire de contact entre la particule et le joint de grain .

$r$  est le rayon de la particule .

la force  $f$  est maximale pour  $\theta = 45^\circ$  . on obtient alors :

$$f = \pi.r.\delta \quad (3.10)$$

L'équation (3.10) résume l'impact des particules de seconde phase sur le mouvement des joints de grains. On voit que la force  $f$  est directement proportionnelle au rayon des

particules. Puisque le volume de chaque particule varie cubiquement avec son rayon, l'effet d'une seconde phase sur le mouvement du joint de grain est d'autant plus important que les particules sont petites et abondantes.

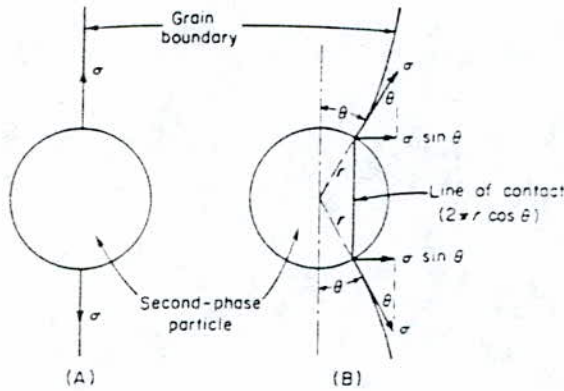


figure 3.5 . l'interaction entre un joint de grain et une particule de seconde phase

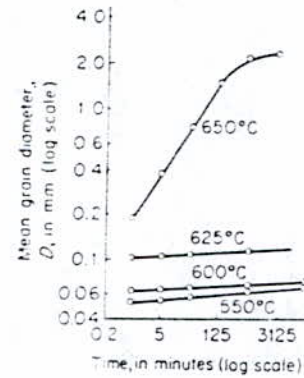


figure 3.6 influence d'une seconde phase sur la croissance des grains d'un alliage Al-Mn (1.1%Mn) [9]

Souvent, aux hautes températures, les particules ont tendance à se dissoudre dans la matrice. Alors qu'à des températures moindres, elles ont plutôt tendance à coalescer et ce, en formant un petit nombre de particules de grosses tailles. Ces deux tendances font que l'effet inhibiteur des particules sur la croissance des grains diminue considérablement. Un excellent exemple est donné dans la figure (3.6) où on voit l'évolution de la taille des grains en fonction du temps et des températures différentes pour un alliage d'aluminium. Pour des températures inférieures à 650°C, la croissance des grains est sévèrement retardée à cause de la présence des particules ( $MnAl_6$ ).

### 3.5. CONTROLE DE LA TEMPERATURE DE RECRISTALLISATION ET DE LA TAILLE DES GRAINS RECRISTALLISES

Du point de vue pratique, il est nécessaire de contrôler la température de recristallisation et de la taille des grains recristallisés. Pour estimer l'influence des variables de recristallisation sur ces deux paramètres, on se servira de l'équation de Johnson-Mehl.

La température de recristallisation,  $T_{rec}$ , est définie comme étant la température à laquelle un matériau déformée se recristallise entièrement en une heure.

De l'équation (3.1), on déduit le temps nécessaire pour une recristallisation à 95%.

$$t_{95} = [ 2.85/(N.G^3) ]^{1/4} \quad (3.11)$$

Puisque  $N$  et  $G$  varient dans le même sens que la température de chauffage, on déduit que  $t_{95}$  varie inversement avec celle-ci comme le montre la figure (3.7). On peut ainsi déterminer  $T_{rec}$ . L'augmentation de  $N$  et  $G$  fait diminuer  $t_{95}$  et par conséquent, la valeur de  $T_{rec}$  diminue aussi. En d'autres termes: *la température de recristallisation varie inversement avec  $N$  et  $G$ .*

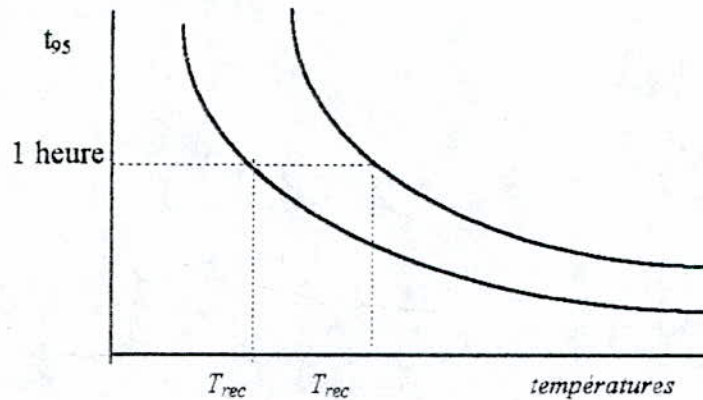


figure 3.7. définition de la température de recristallisation

*taille du grain recristallisé:* utilisant toujours l'équation (3.1), on obtient le diamètre du grain recristallisé :

$$d = A. [ G / N ]^{1/4} \quad (3.12)$$

A étant une constante .

Connaissant l'influence des différentes variables sur les deux termes  $N$  et  $G$ , traitée au chapitre 3, on peut estimer  $T_{rec}$  et  $d$ .

On résume donc, l'aptitude générale d'un matériau à la recristallisation comme suit:

- 1-Les déformations importantes conduisent à des grains fins (recristallisés) et abaissent la température de recristallisation .
- 2-Les structures initiales fines diminuent la température et la taille des grains de recristallisation .
- 3-L'addition d'impuretés augmente la température  $T_{rec}$  et , pour une déformation fixe, diminue la taille du grain  $d$  .

## 4 LE MATERIAU ETUDIE

---

Le matériau qui fait l'objet de notre étude est un alliage d'argent-cuivre. L'argent étant le métal de base et le cuivre reste l'élément d'addition. Nous allons donner les principales propriétés de ces deux éléments ainsi que celles des alliages qu'ils forment.

### 4.1. L'ARGENT PUR

#### 4.1.1. Généralités.

L'argent est l'un des métaux les plus anciennement connus. Dès la première dynastie égyptienne, vers 3500 avant J-C, sa rareté et son inaltérabilité le faisaient employer comme monnaie d'échange, sa valeur étant supérieure à celle de l'or.

Même disséminé sur toute la surface de la terre, l'argent reste un élément très rare puisqu'il ne vient qu'au 63<sup>e</sup> rang dans l'ordre d'abondance des éléments de l'écorce terrestre.

Les trois quarts de sa production dans le monde sont absorbés par le fond monétaire international. Le reste est consommé dans la bijouterie, surfaces sensibles, miroiterie, argenterie, industries chimiques et mécaniques, contacts, prothèses dentaire, ...etc. .

Sa faible dureté limite considérablement son emploi sous forme massive. On le trouve alors sous forme d'alliages. L'accroissement de sa résistance mécanique est souvent obtenue par addition de cuivre.

#### 4.1.2. Propriétés physiques et mécaniques .

L'argent cristallise dans un réseau de mailles cubiques à faces centrées . Sa densité est estimée à  $10.50 \text{ g/cm}^3$  et sa température de fusion est de  $962 \text{ }^\circ\text{C}$  . De tous les métaux, il est le meilleur conducteur électrique et thermique. Sa résistivité électrique à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  est de  $1.643 \text{ } \mu\text{hm/cm}$ : elle est égale à 95% environ de celle du cuivre .

Pendant la fusion, l'argent ne s'oxyde pas en présence d'air ou d'oxygène, mais il absorbe 22 fois son volume en oxygène qu'il rejette lors de son refroidissement: c'est le phénomène de rochage. Du côté propriétés mécaniques, il est relativement mou. Sa dureté est très nettement inférieure à celle du fer, elle est sensiblement proche de celle de l'or et du cuivre. Sa dureté brinell, comparée à 100 pour le fer, n'est que de l'ordre de 12. Celle-ci est



notablement augmentée par l'addition de petites quantités d'autres métaux, notamment le cuivre.

Toutes ces propriétés font que l'argent ait une bonne aptitude pour le travail à chaud ou à froid . Il occupe la 3<sup>e</sup> place [15], après le plomb et l'or, dans l'ordre de la tendance des métaux à se recristalliser dynamiquement.

## 4.2. LE CUIVRE.

Le cuivre est un des éléments les plus répons dans la nature. Il est le plus important dans la métallurgie des non-ferreux. Son réseau cristallin est cubique à faces centrées . La densité du cuivre obtenu par électrolyse est de 8,937 .

Il est extrêmement ductile et malléable, aussi bien à froid qu'à chaud. Sa dureté brinell à l'état recuit est de 53 (contre 12 de l'argent). Lorsqu'il est chauffé en contact de l'air ou d'oxygène, il s'oxyde et forme un mélange de deux oxydes,  $\text{CuO}$  -  $\text{Cu}_2\text{O}$ , en proportions variables suivant la pression et la température.

## 4.3. ALLIAGES D'ARGENT-CUIVRE.

L'addition de faibles quantités de cuivre dans l'argent peut donner des solutions solides de substitution. La solubilité du cuivre dépend de la température: elle est pratiquement nulle aux températures ambiantes et atteint 8,8% à 779 °C. On comprend donc que pendant le refroidissement d'un mélange Ag-Cu, du cuivre se ségrege sous forme d'une seconde phase: c'est la définition même des systèmes à solubilité limitée.

Le diagramme de phases du système Argent-Cuivre, montré à la figure (4.1), reste le meilleur outil pour comprendre les propriétés des mélanges Ag-Cu et les transformations microstructurales qui s'y produisent.

La figure (4.1) nous montre un diagramme comportant un pallier eutectique (8.8 à 92%) . La composition eutectique s'établit à 28,1% Cu - 779,4 °C .

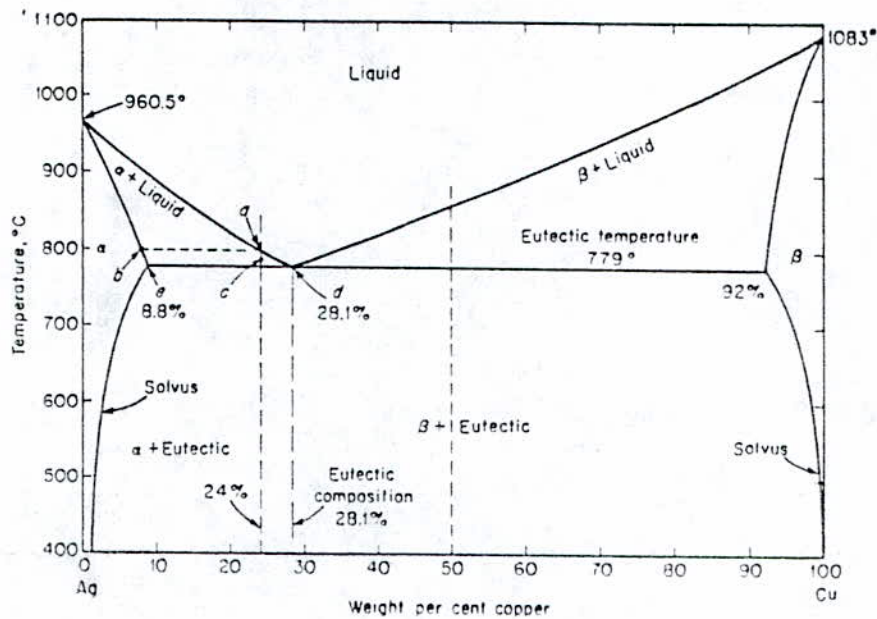


figure 4.1 diagramme de phases du système Argent - Cuivre

On remarque que les alliages de compositions inférieures à 3,8% en cuivre sont monophasés ( $\alpha$ ) tant que leurs températures sont au dessus du "solvus". Pendant le refroidissement au dessous de la ligne du solvus, ces mélanges deviennent sursaturés et par conséquent, des particules de seconde phase ( $\beta$ ) précipitent. Ceci signifie que ces alliages sont susceptibles de durcissement par vieillissement.

On cite les compositions des principaux alliages d'argent - cuivre :

- 1) Ag 92% - Cu 7,5% : c'est un alliage classique des monnaies anglaises.
- 2) Ag 90% - Cu 10% : alliages des monnaies américaines.

Ces deux alliages sont très utilisés dans l'industrie électrique car la conductibilité de l'argent est peu altérée.

Dans notre étude, on s'intéresse au comportement des alliages Ag-Cu de différentes compositions en phase ( $\beta$ ), tout en restant dans le domaine [ 0 à 9% Cu ] pour éviter la phase eutectique.

Note: les données citées sur les généralités de l'argent et du cuivre, peuvent avoir fait l'objet de changements à cause de la non-récence du document [3] utilisé.

## 5 PROCEDURE EXPERIMENTALE

---

L'objectif de notre travail est d'atteindre un résultat par lequel on pourrait juger l'influence de la présence du cuivre sous forme de particules de seconde phase, sur le comportement des alliages Argent-Cuivre pendant la recristallisation .

La procédure expérimentale consiste à suivre l'évolution de la fraction recristallisée,  $X_v$ , en fonction du temps de recuit de différents alliages puis à tracer les courbes de recristallisation correspondantes .

Pour mieux valider l'étude, les résultats obtenus seront explicités par d'autres graphes : l'évolution de la taille des grains ainsi que la dureté en fonction de la fraction volumique en particules de seconde phase .

Les alliages Ag-Cu qui concernent notre étude, et compte tenu de leur diagramme de phases montré à la figure (4.1), se situent pratiquement avant le pallier eutectique . La composition massique en cuivre ne dépasse pas 10%. Nous exposons ci-dessous l'enchaînement des processus métallurgiques suivis pour mener à terme cette étude .

## 5.1. MODE OPÉRATOIRE.

Nos matières de base sont les poudres d'argent et de cuivre qui nous ont été livrées par le laboratoire de transformation des métaux précieux, AGENOR.

Notre travail consiste alors à :

- 1- L'élaboration des échantillons-alliages par la méthode conventionnelle: fusion des deux poudres et coulée dans une lingotière métallique .
- 2- Une déformation préliminaire des échantillons par laminage qui a pour but de casser la structure brute de solidification .
- 3- Un chauffage d'homogénéisation pour éliminer les ségrégations atomiques dues à la solidification. Les structures de référence sont obtenues de ce traitement.
- 4- Une déformation finale et de même importance pour tous les échantillons.
- 5- Des recuits de recristallisation à une température fixe pour les différentes classes d'échantillons alliages . On récupère ainsi les valeurs des fractions volumiques recristallisées en fonction du temps de chauffage .
- 6- Les mesures de duretés et des tailles de grains des échantillons de référence ainsi que ceux de travail.

La suite du travail consiste à tracer les courbes de recristallisation des alliages étudiés , ainsi que d'autres graphes jugés importants pour une bonne interprétation.

- 7- interprétation des résultats .

## 5.2 . PREPARATION DE L'ARGENT PUR A AGENOR

A AGENOR, on utilise la méthode de Moebius [2] pour la production des poudres d'argent , ainsi que de l'or d'ailleurs . Elle consiste à récupérer de l'argent pur qui se dépose sur des cathodes plongées dans un bain électrolytique .

Pour cela, la cellule électrolytique est composée de  $n$  anodes en argent brut arrangées verticalement en intercalaire entre  $(n+1)$  cathodes. Ces dernières, qui sont le siège de réduction des ions  $Ag^+$  , sont faites en graphite ou en acier inoxydable .

L'électrolyte est un mélange de nitrate d'argent,  $AgNO_3$  , et de l'acide sulfurique  $H_2SO_4$  . L'opération d'affinage est accélérée par l'envoi de jets d'air dans le bain. Ceci empêche l'épaississement de la double couche cathode - électrolyte et permet un dépôt continu et homogène de l'argent. En plus des jets d'air, un racleur en polychlorure de vinyle (PVC) essuie les surfaces des cathodes pour décaper les cristaux d'argent et contribuer ainsi à l'accélération de la production .

Les poudres ainsi recueillies sont à 99,99% pures. L'étape finale consiste à rincer les poudres obtenues avec de l'eau pour leur enlever toute trace d'acide. Le séchage de celles-ci se fait par chauffage au four pendant 24 heures.

Le cuivre, quant à lui, n'est pas produit à AGENOR, il provient d'une unité extérieure de filage du cuivre. Il n'empêche que sa pureté soit appréciable pour les besoins en bijouterie.

### 5.3. ELABORATION DES ECHANTILLONS

Nous avons élaboré 3 échantillons représentant les alliages sur lesquels se fera l'étude. Comme nous l'avons signalé au début, nous nous intéressons aux alliages dont la composition en cuivre ne dépasse pas 10% en masse.

Pour cela, nous avons choisi les compositions suivantes pour les trois alliages :

- 1- Un échantillon en argent pur.
- 2- Un alliage de composition : 94% Ag et 6% Cu.
- 3- Un alliage de composition : 90% Ag et 10% Cu

Pour la coulée des alliages, au début, on avait conçu des moules en plâtre. Après essai de ceux-ci avec de l'aluminium, les résultats se sont avérés médiocres. En effet, on a constaté que dès que le métal liquide entre en contact avec les parois du moule, il s'ensuit un bouillonnement de celui-ci. Ce qui remplissait, par conséquent, le lingot de bulles de gaz et de porosités.

On a été donc contraint d'utiliser une lingotière métallique (en acier) qu'on a conçue au département de génie mécanique. Sa forme est prismatique, de section rectangulaire ( 10 . 12mm ) et de hauteur 50mm .

#### 5.3.1. Description de la coulée .

Compte tenu du diagramme de phases Ag-Cu, le four est réglé de façon à ce que sa température soit de 150°C supérieure à celle de fusion de chaque alliage à couler . De là, on utilise les températures de coulée suivantes :

- 1110°C pour l'échantillon en argent pur .
- 1070°C pour l'alliage de composition 94% Ag - 6% Cu .
- 1050°C pour l'alliage à 90% Ag - 10% Cu .

L'étape de fusion consiste à mettre d'abord le creuset contenant la poudre d'argent dans le four . Après 15 minutes, on y verse la poudre de cuivre tout en remuant avec une tige en céramique pour disperser celle-ci dans le bain. Après 30 secondes, on effectue la coulée dans la matrice métallique .

Dans de bonnes conditions de coulée, on observe l'existence de deux phases dans le creuset:

- l'alliage liquide Ag-Cu
- une fine phase solide qui surnage la phase liquide et qui contient probablement des déchets solides tels que les oxydes de fer (en très faibles quantités)

#### 5.3.2. Remarques importantes

Les étapes de fusion et coulée se sont avérées très délicates. Parfois, il a fallu plusieurs essais sur un même alliage, pour pouvoir obtenir un lingot sans porosités et autres défauts. On a donc constaté les phénomènes suivants avant la coulée :

- 1- La poudre de cuivre versée dans le bain d'argent, même dispersée avec la tige en céramique (opération techniquement difficile), s'oxyde rapidement et forme un liquide gris qui surnage le bain .
- 2- La quantité de cuivre oxydé est importante si le temps et la température de coulée sont importants .
- 3- Lors de la coulée de l'alliage, on constate un dégagement important de gaz au moment du contact du bain avec les parois de la matrice. Comme cette dernière possède un pouvoir refroidissant important, le bain dispersé par la montée des gaz se solidifie très rapidement. On obtient alors des pores le long de l'axe du lingot .

Ces phénomènes sont dus aux caractéristiques à la fois de l'argent, du cuivre et de la matrice métallique. Comme mentionné dans le chapitre 4, l'argent absorbe beaucoup d'oxygène aux hautes températures. Il n'est pas donc étonnant de voir les particules de cuivre s'oxyder même finement dispersées dans le bain. Après la coulée, l'oxygène dissout, s'échappe du lingot en solidification .

On pense qu'il existe pour chaque alliage, une *température optimale de coulée* à laquelle le volume d'oxygène dissout est minimal et, par conséquent, une faible oxydation du cuivre aussi .

Notons enfin que la couleur de l'alliage à 10% de cuivre est différente de celle de l'argent pur. On remarque une tendance notable à la teinte rouge du cuivre .

#### 5.4. TRAITEMENTS D'HOMOGENEISATION.

Pour casser la structure de solidification et minimiser les phénomènes de ségrégation, les lingots bruts de coulée sont soumis aux traitements suivants :

- 1- Une déformation mécanique par laminage, effectué à AGENOR . Les lingots subissent une déformation nominale fixée à  $\epsilon = 0,3$  .
- 2- Un recuit d'homogénéisation d'une durée de deux heures à 750 °c .

Le choix de la valeur de déformation, de la température et du temps de chauffage est tel qu'on puisse travailler avec les données d'un alliage Ag - 5% Cu déjà étudié[2] . Celui-ci a, en fait, subi les traitements cités ci-dessus .

A la fin de ces traitements, on prélevé un échantillon de chaque alliage pour observer les structures de référence et les comparer avec les structures finales recristallisées .

## 5.5. DEFORMATION ET RECUIV DE RECRISTALLISATION

Le seul paramètre variable qu'on désire étudier, comme indiqué par le thème même de notre sujet, est la fraction volumique des particules de cuivre dispersées dans la matrice d'argent. Comme les variables de recristallisation sont nombreuses et dépendantes les unes des autres, il est nécessaire de maintenir celles-ci constantes autant que possible dans les alliages étudiés. Les lingots doivent par conséquent, subir la même déformation et des recuits à la même température.

**Déformation des lingots.** Elle est effectuée par laminage à froid à AGENOR. La valeur de la déformation, qui est une quantité intégrale estimée par  $\varepsilon = \ln (H_0/H)$  où  $H_0$  et  $H$  sont les hauteurs initiale et finale du lingot laminé, est fixée à 0,8. On voit que celle-ci est importante. Il a donc fallu effectuer un laminage à plusieurs passes afin d'éviter le chauffage important des échantillons.

**Recuit de recristallisation.** La température de recuit est fixée à 750 °c. Pour tracer la courbe de recristallisation d'un alliage chauffé à 750 °c, on procède pratiquement par chauffage de plusieurs échantillons de celui-ci à la même température mais pendant des temps différents.

Les durées de chauffage doivent être estimées de façon à détecter les premiers stades de croissance des germes recristallisés ainsi que la fin de la recristallisation.

## 5.6. LE TEMPS EFFECTIF.

Les équations de recristallisation décrites au chapitre 3 supposent, comme hypothèse de base, que le recuit est isotherme. C'est à dire que la température de l'échantillon est maintenue fixe et égale à celle du four. Pratiquement, on a constaté des échantillons complètement recristallisés pendant la période de chauffage; ie avant d'atteindre la température de maintien isotherme. Ce qui rend les équations citées ci-dessus inefficaces. Pour tenir compte des fractions recristallisées pendant le chauffage, Whittaker [19] a défini un paramètre de temps compensé par la température,  $W$ .

Si une fraction recristallisée  $X_v$  est obtenue pour un temps réel  $\tau$ , mais à des températures variables  $T_i$  (période de chauffage de l'échantillon), le temps effectif  $W$  nécessaire pour obtenir la même fraction recristallisée à une température constante (température de maintien isotherme) est donné par la relation de Whittaker.

$$W = \sum_{i=1}^n \frac{\exp(-Q_{rex} / R.T_i)}{\exp(-Q_{rex} / R.T)} \delta t \quad (5.1)$$

- Où  $Q_{rex}$  est l'énergie d'activation pour la recristallisation  
 $T$  : la température de maintien isotherme (  $T^\circ$  du four )  
 $T_i$  : températures successives de la courbe de chauffage de l'échantillon .

D'après l'équation (5.1), la notion du temps effectif reste valable même après l'atteinte de la température de maintien isotherme .

Cette notion est de grande importance pour les recuits à hautes températures. On l'utilisera dans notre étude pour le tracé des courbes de recristallisation. Les valeurs des temps effectifs seront déduites des temps réels à partir d'une table préparée par des travaux précédents [27] sur l'alliage d'argent à 5% de cuivre.

## 5.7. PREPARATIONS METALLOGRAPHIQUES

Les observations métallographiques ne sont possibles que par une bonne préparation des surfaces à observer. Ces dernières sont soumises à des polissages, souvent, mécaniques puis attaquées par des substances acides pour révéler les hétérogénéités microstructurales telles que : les joints de grains, macles, ... etc.

Pour nos alliages d'argent, on appliqué un polissage mécanique puis une attaque électrochimique.

### Polissage.

On utilise les papiers abrasifs de finesse progressive suivante : 120 - 320 - 800 - 1200. Les surfaces deviennent lisses et brillantes en terminant le polissage sur un tapis imbibé d'une patte diamantée dont la taille des particules en suspension est de 1 $\mu$ m.

A cause du caractère noble et de la ductilité importante de ces alliages, le polissage devait être court et léger. On doit éviter des pertes importantes par abrasion .

### Attaque électrochimique.

C'est une attaque à courant imposé. Le principe repose sur la mise à l'anode de l'échantillon . la cathode étant insoluble. Pour que la révélation de la structure soit possible, il faut qu'il y ait dissolution plus ou moins homogène de la surface du métal .

Pour nos travaux, on a utilisé de l'acide citrique comme réactif d'attaque et une plaque d'aluminium comme cathode. La concentration de la solution est fixée à 100g/l[31].

Quant au générateur, on règle la tension à 6V et le courant à 100 mA.

Dans ces conditions, l'attaque pendant 2 minutes révèle clairement, du moins pour l'argent pur, les joints de grains et les interfaces macles-matrice des échantillons.

Cependant, pour les 3 autres alliages, la qualité de l'attaque s'avère affectée par la présence des particules de cuivre. On pense que celles-ci ainsi que les régions qui les entourent, se dissolvent plus rapidement que le reste de la matrice. Les joints de grains se trouvent, par conséquent, moins attaqués .

Il a donc fallu chercher une bonne combinaison entre le courant, la tension et le temps d'attaque. Les meilleures données qu'on a atteintes sont :

- Pour l'argent pur : 100mA , 6V , 2 minutes.
- L'alliage à 6% Cu : 100mA , 6V , 1 minute .
- L'alliage à 10%Cu : 100mA , 8V , 25 secondes .



## 5.8. METHODES D'ESTIMATION EXPERIMENTALES

On utilisera les méthodes décrites ci-dessous pour l'estimation des fractions volumiques recristallisées ainsi que la taille moyenne des grains d'une structure .

### Calcul des fractions volumiques d'une phase .

La phase peut être des particules de seconde phase ou des grains recristallisés dans une matrice écrouie, ...etc. L'essentiel est qu'elle se distingue du reste de la matrice . Le principe consiste à projeter la structure métallographique observée sur une grille de 100 noeuds. Le nombre de coïncidences de ceux-ci avec la phase étudiée nous donne sa fraction volumique .

### Calcul de la taille moyenne des grains .

Toujours, par projection de la structure sur un écran sur lequel est tracé un segment de longueur L fixée, on calcule la taille moyenne des grains par :

$$d (\mu\text{m}) = 1000.L / N.G \quad (5.2)$$

Où L : est la longueur du segment (mm)

N : nombre de grains interceptés sur le segment .

G : le grossissement utilisé pour l'observation de la structure .

Il est évident que ces méthodes ne sont pas très exactes à cause de leur caractère statistique, mais il n'empêche que les approximations soient assez bonnes si on effectue plusieurs essais pour une même structure. Pour nos travaux, à chaque structure, on compte 600 points au minimum pour que l'erreur ne dépasse pas  $\pm 5\%$  .



**Figure 6.1.** *particules de seconde phase  $\beta$  dans un échantillon de référence pour l'alliage Ag - 10%Cu . L'échantillon est déformé par laminage ( $\epsilon = 0,3$ ) puis homogénéisé pendant 2 heures à 750 °C ( $G = 500$ ).*

La quantification de la phase ( $\beta$ ) par la méthode décrite au chapitre 5, nous a fourni les valeurs moyennes suivantes :

- l'alliage Ag - 6% Cu : la phase  $\beta$  = 4% en volume .
- l'alliage Ag - 5% Cu : la phase  $\beta$  = 5,1 % .
- l'alliage Ag - 10 % Cu : la phase  $\beta$  = 8,9 % .

Pour comprendre les difficultés pratiques rencontrées pendant l'élaboration des lingots, il suffit de comparer entre les fractions massiques initiales en cuivre et les fractions volumiques en phase  $\beta$  après solidification. Il faut savoir que dans des conditions de coulée et de solidification idéales, c.a.d pas de pertes en cuivre par oxydation et un refroidissement très lent, la valeur de la fraction volumique de ( $\beta$ ) est théoriquement supérieure à sa valeur correspondante en fraction massique .

Puisque nos résultats ci-dessus indiquent le contraire, ceci s'explique nécessairement par :

- 1- La perte importante en cuivre par oxydation de celui-ci pendant la coulée .
- 2- La présence du cuivre sous forme de solution solide dans la matrice d'argent et ce, malgré leurs solubilités nulles aux températures ambiantes. le refroidissement à l'air est considéré comme relativement rapide .

## 6.2. OBSERVATION DES STRUCTURES DE REFERENCE

On traite de structures de référence les états microstructuraux des 4 alliages à la fin du recuit d'homogénéisation. De chacun des alliages, on a donc prélevé un échantillon sur lequel se feront des observations métallographiques, des mesures de la taille moyenne des grains et des tests de dureté de la structure. On récupère ainsi des résultats primaires qui seront les données de base du travail ultérieur .

### 6.2.1. Observations métallographiques .

La figure (6.2) représente la structure de référence de l'échantillon en argent pur. Au milieu de la figure, on distingue un gros grain traversé par des macles et entouré d'autres grains de tailles inférieures. Des observations sur d'autres plages montrent le même aspect: des grains de tailles voisines entourant, parfois, un grain plus gros et des lamelles de macles traversant la matrice de part et d'autre .

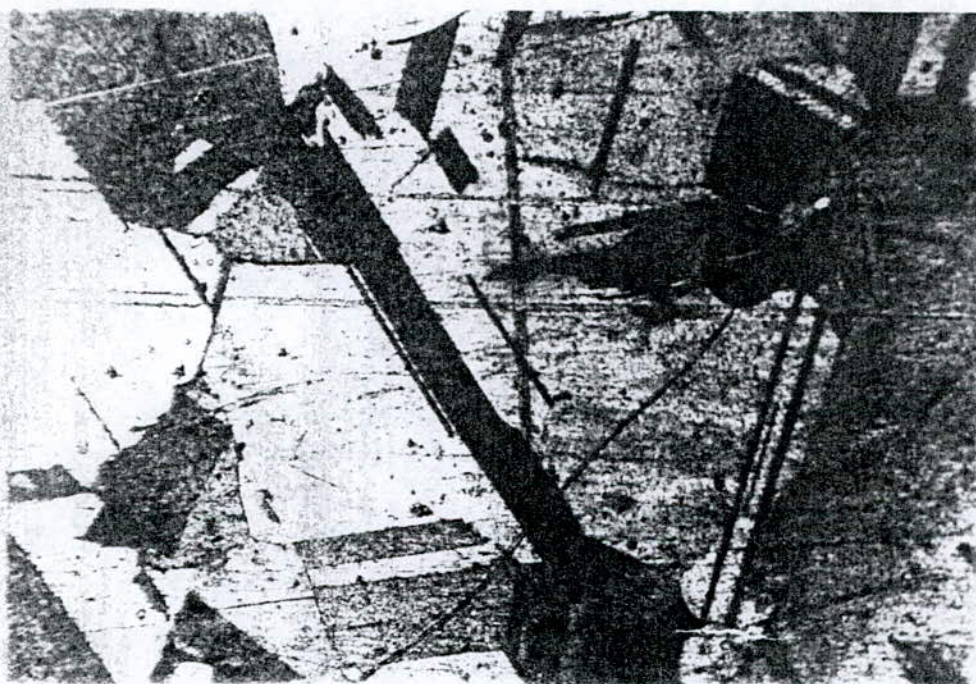


figure 6.2 structure de référence de l'argent pur . Au milieu de la figure , on voit le grain coalescé . Les macles de recuit sont les bandes droites ( $G = 100$ ).

Les phénomènes constatés indiquent clairement que le temps de chauffage, qui est de 2 heures, est de loin suffisant pour la recristallisation totale de l'échantillon observé. En effet, l'apparition de gros grains au dépens des autres n'est autre que le début de la croissance exagérée: étape qui survient lors d'un recuit poursuivi après la fin de la recristallisation . La présence des macles de recuit, qui se forment pendant la recristallisation et surtout lors de la croissance des grains, est une propriété des métaux de structure CFC dont l'énergie de défaut d'empilement n'est pas trop forte[10], comme c'est le cas pour l'argent et ses

alliages. Ces macles apparaissent sous forme de lamelles qui peuvent traverser les grains et dont les limites avec la matrice sont des interfaces cohérentes (111) coïncidant avec le plan de la macle .

L'observation des autres alliages montre des structures beaucoup plus fines. Dans chaque alliage pris séparément, on a constaté des grains sensiblement de même taille. Ceci indique que la croissance exagérée ne s'y est pas produite .

Par contre, lorsqu'on compare les structures des 3 alliages, on remarque que celle-ci deviennent légèrement plus fines pour des accroissements en phase ( $\beta$ ). Par la méthode décrite au chapitre 5, on a calculé la taille moyenne des grains pour chaque alliage. L'évolution de celle-ci est représentée dans le tableau ci-dessous .

TABLEAU 6.1 Estimation des tailles moyennes des grains pour les 4 alliages.

Alliage	0% $\beta$	4% $\beta$	5,1%	8,9% $\beta$
taille moyenne des grains ( $\mu\text{m}$ )	141	64,3	57	51,7

Les données du tableau ci-dessus sont représentées graphiquement par la figure (6.3). On y voit clairement que la taille des grains de l'échantillon d'argent pur est nettement plus importante que celles trouvées pour les autres échantillons -alliages.

Dans l'argent pur, la croissance des grains est relativement rapide et certains de ces derniers ont pu coalescer. La taille moyenne des grains serait alors forcément importante .

Pour les trois autres alliages, c'est le contraire qui se produit. La présence des particules de la phase ( $\beta$ ), comme prévu par la théorie de Zener exposée au chapitre 3, empêche le mouvement des joints de grains recristallisés. La croissance de ceux-ci se trouve alors ralentie, contrairement à la cinétique de germination qui, même faible ( faible écrouissage ), reste non perturbée. En conséquence, la recristallisation s'accomplit lentement et la structure finale sera composée de grains fins .

On constate aussi que les tailles des grains des 3 alliages ne sont pas très différentes. Il y a tout de même une légère décroissance de celle-ci avec l'augmentation de la phase ( $\beta$ ). Ceci trouve encore explication dans la théorie de Zener: les particules en nombres plus importants affectent davantage la vitesse de croissance des grains .

Ces observations microstructurales sont plus significatives si on arrive à les traduire en termes de comportements mécaniques des l'alliages correspondants. On a donc effectué des tests de dureté pour l'argent pur et les deux alliages à 4% $\beta$  et 8,9% $\beta$  .

## 6 RESULTATS ET INTERPRETATION

---

Le travail expérimental nous a fourni des résultats numériques que nous rassemblons dans ce chapitre. Nous présenterons ceux-ci plus explicitement sous formes de graphes. La fiabilité de ces résultats dépend de l'existence d'une interprétation pouvant relier les phénomènes observés, et puis quantifiés, aux processus microstructuraux qui en sont la cause.

Avant d'exposer les résultats obtenus, il est nécessaire de rappeler que le seul paramètre variable dans les 4 alliages est la fraction volumique en phase  $\beta$ .

Nous résumons les paramètres de travail comme suit :

- déformation initiale estimée à  $\varepsilon = 0,3$ .
- recuit d'homogénéisation à  $750\text{ }^\circ\text{C}$  pendant 2 heures.
- déformation finale des 4 alliages :  $\varepsilon = 0,8$ .
- recuit de recristallisation à  $750\text{ }^\circ\text{C}$ .

### 6.1. ESTIMATION DE LA PHASE $\beta$ DANS LES QUATRE ALLIAGES

La figure (6.1) représente la répartition des particules de cuivre à travers la matrice d'argent (fond blanc) pour l'alliage Ag -10%Cu. Celles-ci, généralement de formes sphériques, sont fines et de tailles voisines. On retrouve le même aspect dans les deux autres alliages. Toutefois, le nombre de particules par unité de surface est plus important pour l'alliage à 10% de cuivre.

L'estimation de la fraction volumique en phase  $\beta$  de chaque alliage, s'avère nécessaire pour mener à bien notre étude. La connaissance des fractions massiques initiales en cuivre ne reflète pas l'importance en phase  $\beta$  dans les 4 alliages.

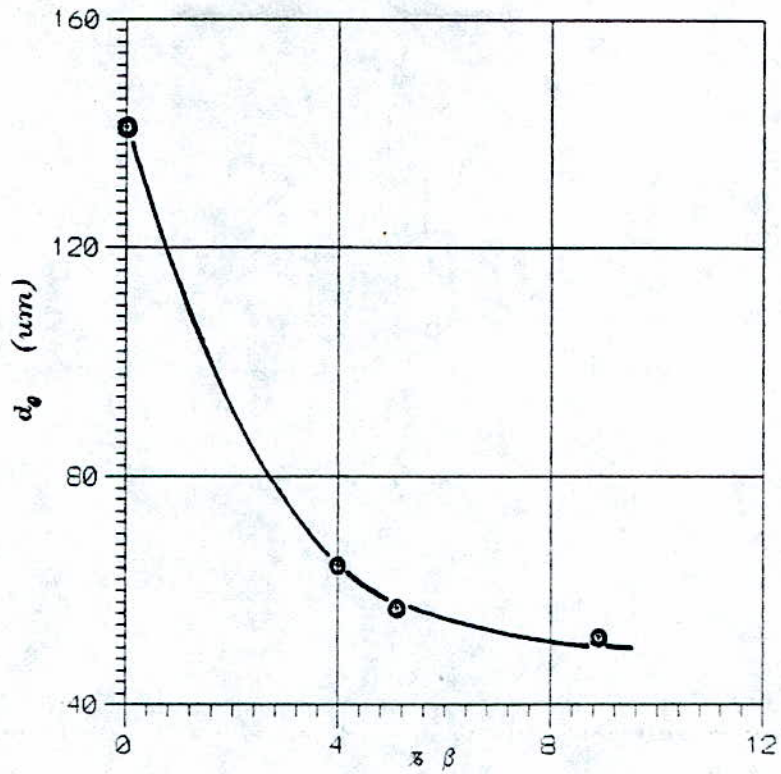


Figure (6.3) : Evolution de la taille des grains en fonction de la fraction volumique de la phase  $\beta$  dans les alliages de référence.

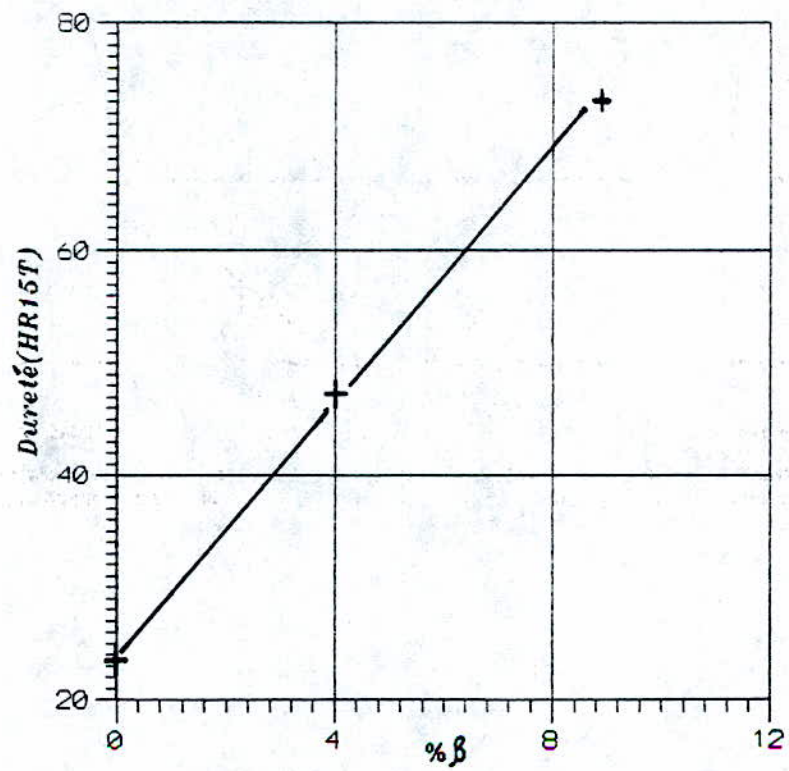


Figure (6.4) : La dureté des alliages de référence en fonction de leurs compositions en phase ( $\beta$ ).

Les résultats obtenus, représentés par la figure (6.4), indiquent que la dureté d'un alliage augmente avec la fraction volumique des particules ( $\beta$ ). Toutefois, la croissance de la dureté des 2 alliages par rapport à celle de l'argent pur est due, non seulement à la présence des particules ( $\beta$ ), mais aussi à la taille des grains. Il est connu que les structures fines sont plus dures que celles à gros grains .

Par contre, la dureté supérieure de l'alliage à 8.9% $\beta$  par rapport à celui à (4%  $\beta$  ) est principalement due à la seconde phase. Les mouvements de dislocations, qui se traduisent par des déformations plastiques, sont perturbés dès qu'il y a interaction avec des particules de précipités. La ductilité est par conséquent affectée par la présence de telles particules .

### 6.3. OBSERVATION D'UNE STRUCTURE DEFORMEE.

La figure (6.5) représente la structure observée dans un échantillon d'argent après une déformation par laminage à froid ( $\epsilon = 0,8$  ). A cause de la déformation très importante, les grains paraissent très allongés dans le sens du laminage. Les macles subsistent, mais ne sont plus droites et d'orientations quelconques. Elles sont plutôt orientées dans le sens du laminage .



**figure 6.5** *structure d'un échantillon d'argent pur déformé par laminage à froid,  $\epsilon = 0,8$ . ( $G = 100$ ).*

Les structures allongées qui résultent de telles déformations facilitent les travaux ultérieurs, notamment l'estimation des fractions volumiques recristallisées. En effet, à cause de la forme equiaxes des nouveaux grains recristallisés, ceux-ci se distinguent aisément des grains écrouis allongés .

La structure des autres alliages déformés, présente le même aspect. Mais les macles ne sont pas aussi bien décelables que dans l'argent pur .

#### 6.4 . OBSERVATION DES STRUCTURES APRES RECUITS DE RECRISTALLISATION.

Après les traitements préliminaires, les alliages ont subi une déformation nominale,  $\epsilon = 0.8$ , suivie de recuits de recristallisation à 750 °C. Afin de suivre l'évolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de chauffage d'un alliage, des échantillons de celui-ci sont maintenus dans le four pendant différentes périodes .

Les observations métallographiques nous ont fourni des données sur :

- la fraction recristallisée correspondant au temps de maintien de chaque échantillon
- la taille moyenne des grains dans chaque échantillon .

Signalons aussi que pour tenir compte des fractions recristallisées pendant la période de chauffage, on a introduit la notion du temps effectif décrite au chap.5. A chaque temps de maintien mesuré, correspond un temps effectif équivalent calculé à partir de l'eq.(5.1).

On résume ci-dessous, la variation de la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit pour les 4 matériaux .

##### Argent pur .

La taille moyenne des grains de la structure de référence est de  $d_0 = 141 \mu\text{m}$

temps réel de maintien $t_{\text{rec}}(\text{s})$	$X_v(\%)$	temps effectifs $t_{\text{eff}}(\text{s})$
60	7,31	$1,63 \cdot 10^{-5}$
180	30,1	0,515
240	68,4	2,533
270	81,25	4,533
360	96	14,140

La taille moyenne des grains de l'échantillon recristallisé à 96% est  $d_{\text{rec}}=113 \mu\text{m}$

##### L'alliage Ag-Cu à 4% B .

La structure de référence a pour taille de grains :  $d_0 = 64 \mu\text{m}$

Les résultats obtenus pour cet alliage sont :



$t_{rec}(s)$	$X_v(\%)$	$t_{eff}(s)$
120	8,1	0,026
240	14	2,533
420	49	23,993
510	84	42,496
660	95	56,301

La structure recristallisée présente des grains de taille  $d_{rec} = 31 \mu m$ .

L'alliage Ag-Cu à 5,1%  $\beta$

$t_{rec}(s)$	$X_v(\%)$	$t_{eff}(s)$
300	12,5	6,930
320	35	9,153
350	50	12,843
420	95	23,993

La taille initiale des grains  $d_0 = 57 \mu m$

La taille moyenne des grains recristallisés  $d_{rec} = 24 \mu m$ .

L'alliage Ag-Cu à 8,9%  $\beta$ .

$t_{rec}(s)$	$X_v(\%)$	$t_{eff}(s)$
20	12,5	$3,5 \cdot 10^{-14}$
40	22,5	$1,19 \cdot 10^{-9}$
60	75	$1,63 \cdot 10^{-5}$
120	90	0,026
140	95	6,930

La taille initiale des grains de référence  $d_0 = 51 \mu m$ .

La taille moyennes des grains recristallisés est  $d_{rec} = 7 \mu m$ .

Des données des tableaux ci-dessus et des observations métallographiques, on a noté que:  
1- Les temps effectifs, qui seraient les temps mesurés si le recuit à 750 °C était réellement isotherme, sont des valeurs très faibles. Notamment pour l'alliage de 8,9%  $\beta$  où pour une fraction recristallisée de 12,5%, le temps effectif correspondant est de  $3,5 \cdot 10^{-14}$  secondes ( $t_{rec} = 20s$ ). Le temps d'incubation peut être par conséquent considéré comme nul: la germination y est quasi-instantanée à 750°C.

On pense qu'on peut se fier à ces résultats si on en juge par l'importance de la déformation ( $\epsilon = 0,8$ ) et de la température de recuit subies par ces alliages et par leur tendance à la recristallisation rapide rapporté par Glover [15].

2- L'observation métallographique des 4 structures recristallisées révèle une augmentation de la taille des grains à partir de la surface écrouie jusqu'au coeur des échantillons. Cette distribution hétérogène des tailles de grains est due à la répartition non uniforme de la déformation entre les surfaces soumises au laminage et le coeur de l'échantillon.

Étant donné la valeur intégrale moyenne de la déformation, il n'est pas étonnant de trouver des déformations supérieures à 0.8 près des surfaces de contact avec les cylindres et d'autres bien inférieures à 0.8 au coeur. La vitesse de germination sera alors plus importante aux bords d'un échantillon, plutôt qu'au centre de celui-ci. De même pour la finesse de la structure.

3- Si, pour chaque alliage, on compare la taille moyenne des grains de la structure de référence avec celle obtenue après recristallisation, on verra que la première est nettement supérieure. Ceci s'explique par :

- La faible déformation préliminaire,  $\varepsilon = 0,3$  . Il y aura donc peu de sites de germination et la structure finale sera composée de grains relativement gros. Le contraire se produit après une déformation  $\varepsilon = 0,8$  .

- différence des Temps de maintien à 750°C. Le recuit d'homogénéisation pendant 2 heures a permis, non seulement la recristallisation complète des structures, mais aussi la croissance des grains recristallisés. notamment pour l'argent pur où on observe une croissance exagérée des grains. Alors que pour les recuits de recristallisation, les temps de maintien sont faibles et ne permettent qu'une recristallisation primaire (pas de croissance des grains recristallisés).

#### 6.4.1. Les courbes de recristallisation

La représentation graphique des fractions recristallisées en fonction du temps reste le meilleur outil de comparaison entre les cinétiques de recristallisation des 4 alliages .

Pour expliquer l'allure des courbes représentées sur la figure (6.6), on doit rappeler la forme usuelle des courbes de recristallisation. On décompose celle-ci en 3 stades :

1<sup>er</sup> stade : caractérisé par une germination rapide dès la fin de la période d'incubation .

La vitesse de croissance y est rapide.

2<sup>me</sup> stade : La cinétique de recristallisation atteint un maximum. Dans cette partie, la courbe est plus ou moins droite. La vitesse de croissance des germes est maximale .

3<sup>me</sup> stade : La recristallisation subit une décroissance et correspond à la collision mutuelle des grains recristallisés. La vitesse de croissance y est très réduite et se limite à la croissance primaire des grains recristallisés .

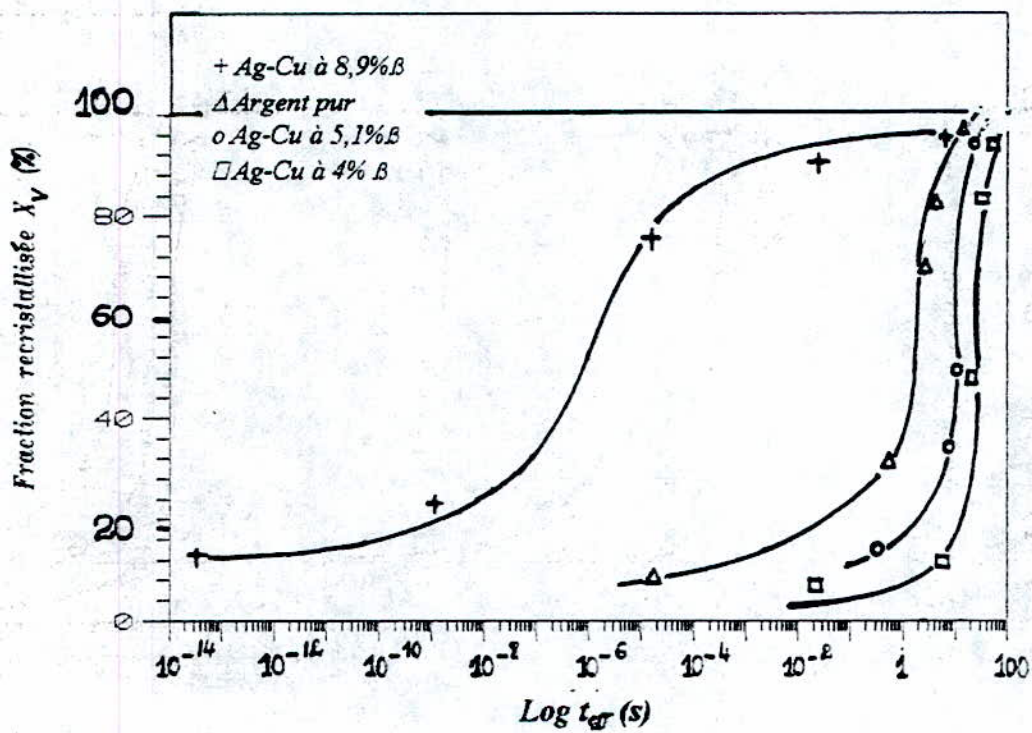


Figure (6.6) Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de maintien des quatre alliages à 750 °C

on comprend que le volume recristallisé dans chacun des trois stades dépend des cinétiques de germination et de croissance qui s'y produisent .

D'après les courbes de la figure (6.6), on constate que :

- Par rapport à l'argent pur, la recristallisation de l'alliage à 8,9% $\beta$  est beaucoup plus rapide, elle est moins rapide pour l'alliage à 5,1% $\beta$  et encore moins rapide pour 4% $\beta$  .
- Dans les alliages contenant du cuivre, la recristallisation est d'autant plus rapide que la fraction volumique en phase  $\beta$  est plus importante.
- La fraction recristallisée par germination est très importante pour l'alliage à 8,9%  $\beta$  .

## 6.4.2. INTERPRÉTATION .

A première vue, on ne peut pas déduire directement l'effet de la seconde phase sur la cinétique de recristallisation dans les 4 alliages. En effet, par rapport à l'argent pur, celle-ci a retardé la recristallisation des 2 alliages à 4% $\beta$  et à 5,1% $\beta$ . En revanche elle a accéléré la recristallisation de l'alliage 8,9% $\beta$  .

Tels comportements trouvent leur signification si on traite la recristallisation en termes de vitesse de germination,  $N$ , et de vitesse de croissance des germes,  $G$ .

En fait, les particules de la phase  $\beta$  agissent dans deux sens :

- 1) Elles perturbent les mouvements de joints de grains recristallisés et réduisent ainsi la cinétique de croissance,  $G$ , comme discuté dans la théorie de Zener exposée au chap 3.
- 2) D'une manière indirecte, elles favorisent une germination rapide dans les structures sévèrement déformées. Les déformations importantes induisent, en présence de particules de précipités, des déformations locales beaucoup plus importantes que la moyenne mesurée à l'échelle macroscopique. Ces dernières sont des sites favoriables pour la germination. En d'autres termes, la cinétique de germination  $N$  est importante.

Ces deux effets agissent de façon opposée sur la cinétique de recristallisation. Alors que le premier la ralentit, le second a tendance à l'accélérer. La cinétique globale dépendra de la prédominance de l'un ou de l'autre de ces deux phénomènes. On a jugé utile de les traiter séparément pour que l'interprétation soit simple .

Le premier effet étant traité au chapitre 3, il reste à montrer le mécanisme par lequel ces particules provoquent des déformations locales qui sont responsables de la germination rapide. Ce concept repose sur la distribution hétérogène de la déformation dans les alliages biphasés. Des observations sur la tendance à la recristallisation et des prises de micro-duretés des structures en Laiton [17] et en alliages d'Al-Mg [13] déformés, ont montré que la phase ductile est beaucoup plus déformée que la phase dure. Cette dernière n'étant déformée qu'à ses zones périphériques; en contact avec la première phase .

Pour expliquer cette hétérogénéité, on utilise la théorie du durcissement par précipitation . Les mouvements de dislocations, qui se traduisent par les déformations plastiques, sont sévèrement perturbés par la rencontre des particules de précipités. D'après Orowan [28], le

passage d'une dislocation sur une particule ne se fait qu'en laissant à celle-ci un segment de dislocation en forme d'anneau. Ce dernier crée un champ de contraintes additionnel qui rend le passage d'autres dislocations encore plus difficiles; ie peu probable. Par conséquent, on assiste à une accumulation de celles-ci autour de l'obstacle: ce qui n'est autre que la formation de zones locales très déformées où la germination s'y produira .

Certains pensent[30] que le passage des dislocations est d'autant plus difficile lorsque les particules sont cohérentes avec la matrice. Le champ de contraintes résultant y est plus important. Comme la phase  $\beta$  et la matrice d'argent ont le même système cristallin, il est probable qu'il y ait cohérence entre elles. Si c'est le cas, cela ne fera qu'accroître les déformations locales et donc, les sites de germination aussi .

Maintenant on peut simplifier l'interprétation des courbes comme suit :

- *comparaison par rapport à l'argent pur.*

Même si les périodes d'incubation des 3 alliages: argent pur, Ag-Cu 4% $\beta$  et Ag-Cu 5.1% $\beta$ , ne sont pas très différentes, l'argent reste le premier à se recristalliser parce que la cinétique de croissance des germes s'y fait sans obstacles . Alors que c'est le contraire pour les deux autres alliages: malgré un nombre important de sites de germination, la croissance des germes reste difficile à cause des obstacles que forment les particules  $\beta$  .

Par contre, la recristallisation de l'argent pur est moins rapide que celle de l'alliage à 8.9% $\beta$ . Ceci est dû à la fraction importante en phase  $\beta$ . Les particules de celle-ci, étant en nombre important, créent une multitude de sites de germination pendant l'écroutissage de l'alliage. dès la mise au four, on assiste à une germination quasi-instantanée. Ainsi, un tiers de la structure se recristallise par simple germination comme montré sur la figure (6.6). Même si la croissance des germes est sévèrement ralentie par les particules, elle reste suffisante pour que ceux-ci se mettent en contact puisqu'ils sont très proches les uns des autres .

- *Comparaison entre les trois alliages contenant la phase  $\beta$*

De l'aspect général et particulier des courbes de la figure (6.6), nous laissons affirmer que:

- \* La recristallisation devient plus rapide d'un alliage à un autre de composition supérieure en phase  $\beta$  .
- \* La germination dans un alliage est d'autant plus rapide que sa composition en phase  $\beta$  est plus importante .

De ces constatations, on voit que la recristallisation des 3 alliages est plutôt gouvernée par la cinétique de germination que par la croissance des germes. Le fait que l'augmentation de la phase  $\beta$  favorise une recristallisation plus rapide, démontre que cette dernière est plus sensible au phénomène de germination autour des particules  $\beta$  qu'à l'effet de ces mêmes particules sur la croissance des germes.

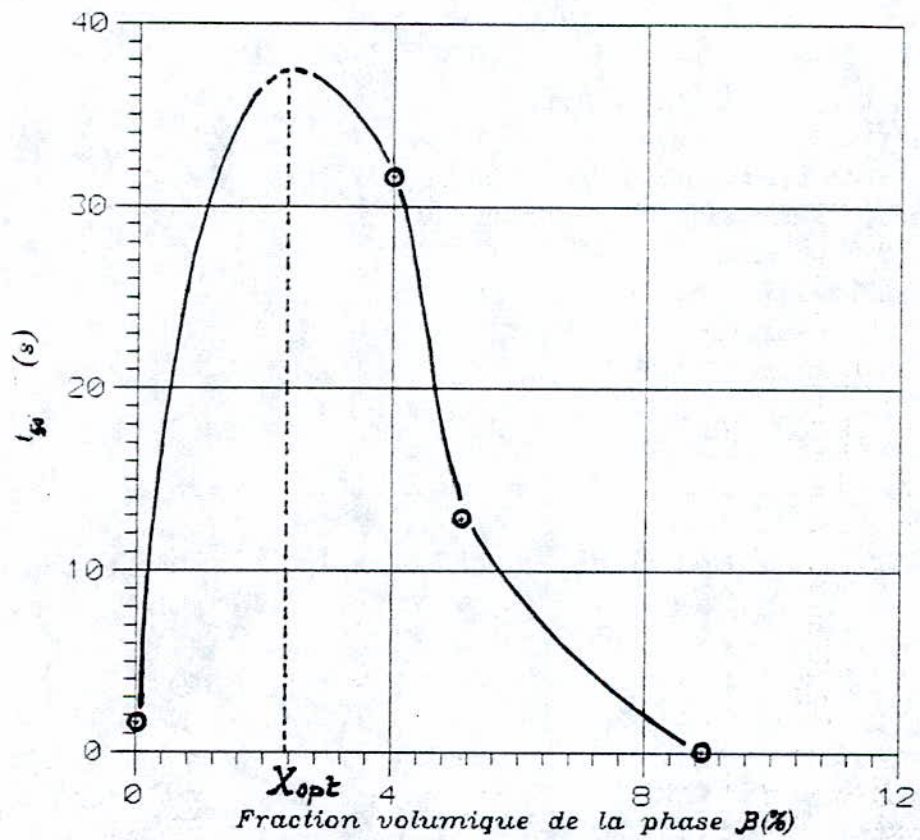


Figure (6.7) : Temps effectifs correspondants a 50% de recristallisation en fonction de la fraction volumique de la phase  $\beta$  contenue dans dans les 4 alliages

La courbe de recristallisation de l'alliage à 8.9% $\beta$ , de par son aspect particulier, explicite le caractère prédominant de la germination. La présence en nombre considérable de particules  $\beta$ , et compte tenu des déformations locales importantes qui en résultent, provoque une germination instantanée et rapide. Même si l'effet d'obstacles que forment les particules  $\beta$  est aussi important pour cet alliage, il reste sans influence notable sur la cinétique de recristallisation puisqu'il suffit d'une faible croissance des germes pour que celle-ci s'accomplisse.

Les alliages à 4% et 5.1% $\beta$  présentent des cinétiques de recristallisation proches. Toutefois, la germination est relativement plus rapide pour le second alliage. Les formes voisines des 2 courbes expriment que l'effet global de la germination et de la croissance est presque le même pour les 2 alliages. En d'autres termes, la germination relativement faible pour la composition 4% $\beta$ , s'accompagne d'une croissance relativement rapide. Le contraire se produit pour l'alliage de composition 5.1% $\beta$ .

Des deux comparaisons faites ci-dessus, on est amené à constater qu'il y a inhibition de la recristallisation en présence de faibles fractions de la seconde phase et accélération de celle-ci pour des fractions plus importantes. Ce résultat nous laisse penser qu'il existe une fraction volumique optimale en phase  $\beta$ , pour laquelle l'effet inhibiteur est maximal. Au delà de cette valeur, l'effet accélérateur devient plus important et peut être prédominant, comme c'est le cas de l'alliage à 8.9% $\beta$ .

L'estimation de la valeur optimale de la phase  $\beta$  se fait par le tracé de la courbe représentant les temps  $t_{50}$  en fonction des fractions volumiques de celle-ci dans les différents alliages.  $t_{50}$  étant les temps nécessaires pour que la fraction recristallisée soit de 50%.

La figure (6.7) montre la courbe  $t_{50} = f(\% \beta)$  pour les quatre alliages. La valeur optimale de la fraction volumique en phase ( $\beta$ ), qui correspond en fait à la valeur maximale de  $t_{50}$ , se situe probablement avant 4%. Si cette valeur est  $X_{opt} (\leq 4\%)$ , alors la cinétique de recristallisation sera décroissante à partir de l'argent pur jusqu'à atteindre un minimum pour  $X_{opt} \%(\beta)$ . A partir de cette dernière, l'effet de la germination prend de l'importance et rend la recristallisation de plus en plus rapide.

*En résumé, les déformations importantes font que l'effet inhibiteur auquel sont vouées les particules de seconde phase, se trouve piégé par l'effet de germination que ces mêmes particules ont induit dans la matrice.*

### 6.4.3. Evolution de la taille des grains recristallisés.

Les tailles de grains des structures recristallisées sont les premières conséquences des cinétiques de germination et de croissance discutées ci-dessus. La figure (6.8) représente l'évolution de la taille des grains recristallisés en fonction de la fraction volumique de la

phase  $\beta$  dans les quatre alliages. A titre de comparaison, on y a tracé la courbe de la figure (6.3) relative aux structures de référence.

Malgré le caractère opposé des deux effets que présentent les particules  $\beta$  envers la cinétique de recristallisation, il reste que ceux-ci oeuvrent dans le même sens quant à l'évolution de la taille des grains. La germination rapide et le retard de la croissance des grains tendent, ensemble, à affiner la structure finale. La figure (6.8) montre bien ce comportement, notamment entre les grains de l'argent pur et ceux des trois autres alliages. La taille des premiers est en moyenne 4 fois plus importante que celles des grains des autres alliages.

La structure à gros grains de l'argent pur est le résultat d'une recristallisation caractérisée par une faible germination et une croissance rapide des germes. La structure de référence à gros grains justifie le peu de sites de germination qui y sont induits.

Pour les trois autres alliages, c'est tout le contraire qui se produit. On assiste à une germination très importante qui est due, d'une part, aux structures initiales fines et, d'autre part, aux sévères déformations locales provoquées à la suite de l'action des particules  $\beta$  sur la matrice  $\alpha$  qui les entoure. Vient ensuite l'étape de croissance des germes qui est aussi entravée par la rencontre de ces mêmes particules  $\beta$ .

Le concours de ces deux événements conduit à une structure recristallisée composée de grains fins.

Il reste à expliquer la différence des tailles de grains entre les trois alliages, même si elle est beaucoup moins importante que celle observée par rapport à l'argent pur. Le fait que la structure devienne plus fine par l'augmentation de la phase  $\beta$  reste acceptable; Le degré d'affinage est d'autant plus important que ces particules sont plus nombreuses. Autrement dit, l'augmentation de la phase  $\beta$  fait que la cinétique de germination soit plus importante et celle-ci procure naturellement des grains plus fins à la structure.

La contribution de la croissance faible des grains sur l'affinage de la structure existe, mais reste moins importante que celle de la germination rapide. Autrement, si sa contribution était importante, on aurait assisté à une recristallisation de moins en moins rapide qui accompagnerait l'augmentation de la phase  $\beta$ .

Pour avoir une appréciation plus convaincante de l'effet des particules de la seconde phase sur les tailles de grains, des photos représentant les structures recristallisées des quatre alliages sont montrées sur les figures (6.9), (6.10) et (6.11). On y voit notamment la différence importante des tailles de grains de l'argent pur par rapport à celles de l'alliage à 8,9% $\beta$  ou l'alliage à 4% $\beta$ . Par contre, les structures de ces deux alliages paraissent voisines.

On peut remarquer aussi, la présence abondante des macles de recuit dans la structure de l'argent pur, comme c'est le cas à l'état de référence. Quant à la structure de l'alliage à 8,9% $\beta$ , on y distingue clairement la distribution hétérogène des particules  $\beta$ . Celles-ci se trouvent presque entièrement dans les joints de grains. Il semble qu'elles y sont plus stables.



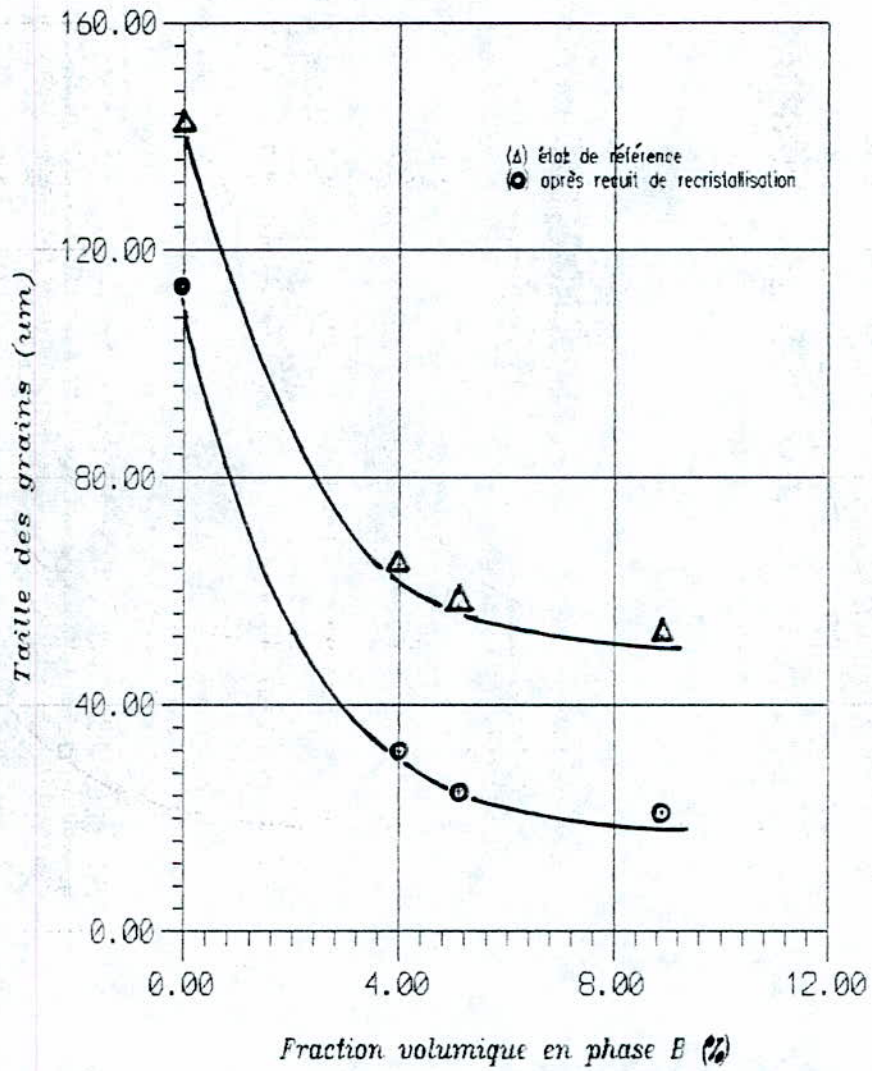


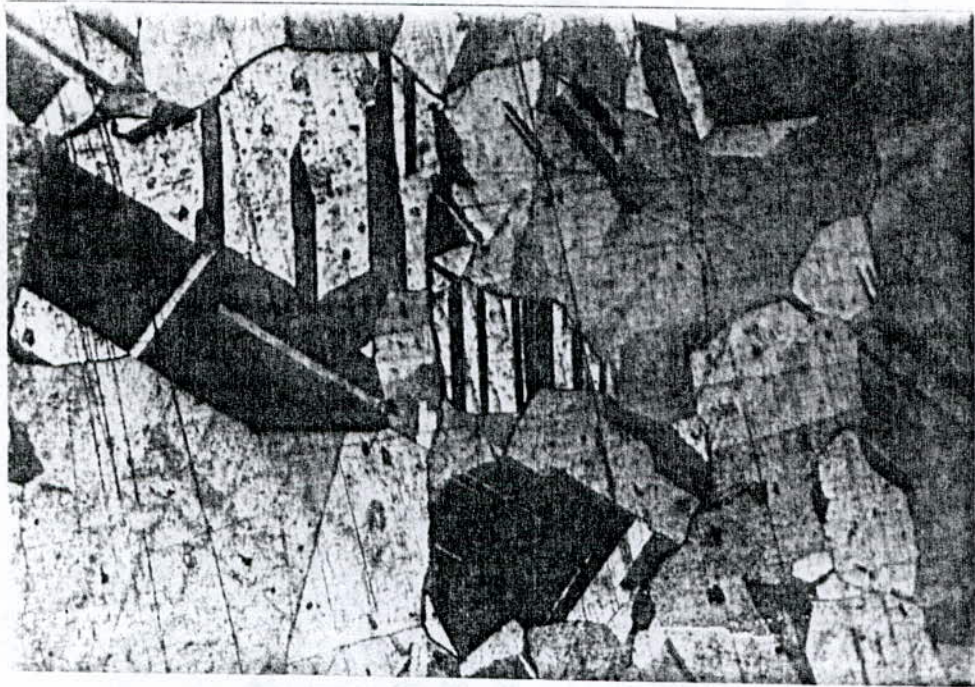
Figure (6.8) : Evolution de la taille des grains des quatres alliages Ag-Cu en fonction de leurs compositions en phase (β)

*Comparaison entre les tailles de grains de référence avec celles des structures recristallisées .*

La comparaison de ces structures renforce d'avantage l'idée de l'effet affinant de la phase dispersée. De la figure (6.8), on voit que les tailles des grains de référence sont en moyenne le double de celles des grains de recristallisation. Certaines conditions favorables à la croissance des grains se sont offertes aux échantillons de référence. On peut citer notamment, la cinétique de germination faible à cause de la faible déformation subie par les alliages. Ce qui ne laisse aux particules  $\beta$  qu'un seul moyen de s'opposer à la croissance; c'est l'effet d'obstacle qu'elles forment face au déplacement des joints de grains recristallisés .

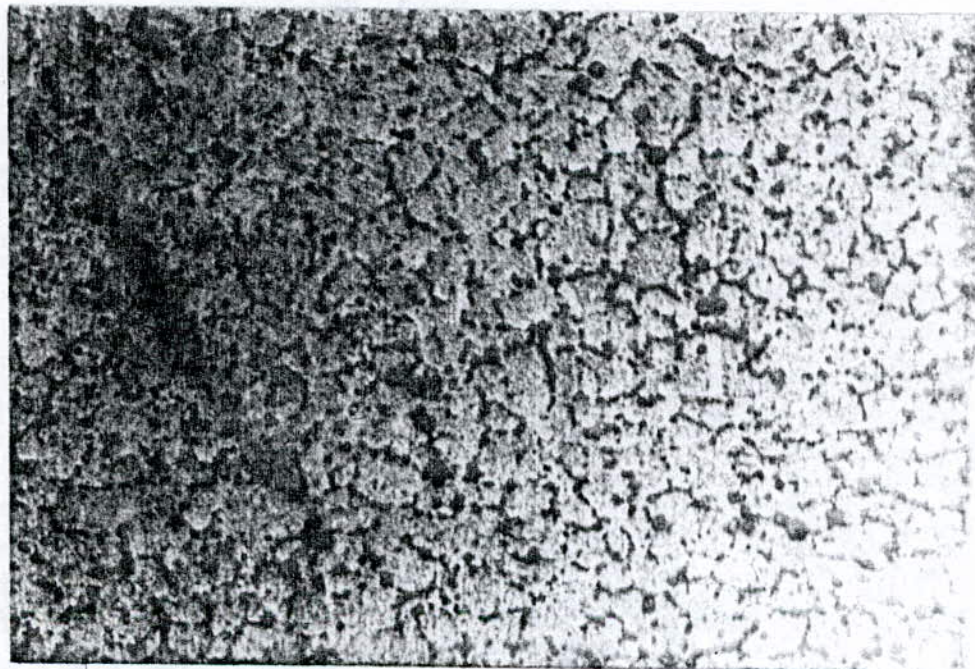
L'autre facteur qui favorise la croissance est le temps de maintien à 750°C. Un maintien de 2 heures semble assez long pour une simple recristallisation. Même en présence des particules  $\beta$ , Les grains subissent une croissance continue sous l'effet de la force motrice qui tend à réduire l'énergie des joints de grains. On a d'ailleurs observé la coalescence des grains de l'argent pur .

Contrairement à l'état de référence, les conditions de croissance ne sont nullement présentes pour les structures déformées , du moins pour les trois alliages. A cause de la déformation importante ( $\epsilon = 0,8$ ) effectuée sur les échantillons, les particules  $\beta$  contrôlent la structure pendant tous les stades de recristallisation . Elles ont d'abord , par création de déformations locales , provoqué une multitude de sites de germination conduisant donc à une structure fine dès le début, puis ont empêché toute tentative de croissance des grains par leur effet de barrière au mouvement des joints de grains. Ajoutons à cela, le temps de maintien qui était très faible .



△ figure 6.9 . structure à gros grains de l'échantillon d'argent pur ,  
obtenue après déformation ( $\epsilon = 0,8$ ) et recuit de recristallisation  
à 750 °C .  $d_{rec} = 113 \mu m$  . (  $G = 100$  )

▽ figure 6.10 . structure à grains fins de l'alliage Ag-Cu à 8,9% $\beta$   
obtenue dans les mêmes conditions de travail que l'argent pur  
 $d_{rec} = 7 \mu m$  . (  $G = 500$  ) .





**figure 6.11.** *structure à grains fins de l'alliage Ag-Cu à 4% $\beta$ , obtenue après les mêmes traitements que pour l'argent pur ( $\epsilon = 0,8$  et recuit à 750 °c).  $d_{rec} = 31,7 \mu m$  , ( $G = 500$ ).*

## CONCLUSION GENERALE.

Le travail expérimental entrepris dans ce projet nous a d'abord initié aux travaux de fonderie et des difficultés qui en résultent, puis aux investigations métallographiques des changements microstructuraux des alliages Argent - cuivre.

La coulée des lingots nous a permis de mieux apprécier certains phénomènes liés à la solidification. On a vu notamment, la délicatesse dont il fallait faire preuve pour éviter l'oxydation du cuivre lors de son mélange avec le bain d'argent chargé en oxygène dissout. On a remarqué aussi l'inconvénient de l'utilisation des matrices métalliques pour la coulée des lingots de faibles sections. De ces difficultés on n'a fait qu'affirmer d'avantage la nécessité de travailler à une température optimale de coulée .

L'effet des particules dispersées de la seconde phase ( $\beta$ ) sur la cinétique de recristallisation des alliages Argent-Cuivre, s'exprime en termes de cinétiques de germination et de croissance des germes recristallisés .

A basses valeurs de déformations, les particules ( $\beta$ ) ne présentent qu'un effet retardataire sur la cinétique de recristallisation. Elles constituent des obstacles au déplacement des joints de grains recristallisés et ralentissent donc la croissance de ces derniers.

Aux déformations importantes, celles-ci induisent un second effet qui, force est de constater, s'oppose sévèrement au premier effet qu'elles ont créées. La présence de telles particules provoque des déformations locales importantes qui seront le siège d'une germination instantanée et rapide lors du recuit .

L'augmentation de la fraction volumique en phase ( $\beta$ ) provoque, non seulement, une germination plus rapide, mais aussi une inhibition plus importante à la croissance des germes recristallisés. De ce fait, la cinétique de recristallisation dépend de la prédominance de l'un ou de l'autre des deux effets .

On a constaté une recristallisation de plus en plus lente avec l'augmentation de la phase ( $\beta$ ) jusqu'à une valeur optimale, fort probablement inférieure à 4%, où le retard y est maximal. Au delà de cette valeur, la germination prend de plus en plus d'importance sur la croissance et accélère donc la recristallisation des alliages Ag-Cu. La détermination exacte de la valeur optimale citée ci-dessus aurait été possible si on avait étudié les alliages de compositions entre 0 et 4%. Ceci peut faire l'objet d'une étude ultérieure.

Quant aux structures recristallisées, les particules de seconde phase présentent un seul effet sur la taille des grains. Une germination rapide suivie d'une croissance faible ne conduisent qu'à des grains fins. La taille des grains de l'argent pur est en moyenne 15 fois plus importante que celle des grains de l'alliage à 8.9% $\beta$ . Ceci montre, si besoin est, l'importance des particules ( $\beta$ ) sur la microstructure des alliages Argent-Cuivre .

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.

- [1] American Society of Metals , *recry. grain grow. and text.*, city , (1966) .
- [2] Ammen C.N , *recovery and refining of metals* , Ed Chapman & Hall , London , New york , (1969) .
- [3] Anonyme , *traité de chimie minérale* , tome 3 , (1959) .
- [4] As quoted by Smith , C.S , *trans. AIME* , 175 15 , (1948) .
- [5] Avrami , M. (1939) , *j. chem. phys.* , 7 , 1103 , 9 , 177 , (1941) .
- [6] Baily , J.E and Hirsh , *proc. soc* , A267 , 11 , P.B (1962) .
- [7] Baily , J.E , *Electron microscopy and the strength of crystals* . Ed . , (1963) .
- [8] Beck , P.A , *J. App. phys.* 20 633 , (1949) .
- [9] Beck , P.A , Holzworth , M.L. , and sperry , P. , *trans. AIME* , 180 163 , (1949) .
- [10] Benard , *Metallurgie generale* , 2<sup>e</sup> Ed . p.230
- [11] Cahn , R.W , *Proc. phys. soc.* , London , 63A 323 , (1950) .
- [12] Clarebrough , H.M. , Hargreaves , M.E , and West , G.W , *Proc. roy. soc.* , London. 232A 252 (1955) .
- [13] Clarebrough , L.M. , *Aust. j. scient. res.* , 3 , 72 , (1950) .
- [14] Detert , K. , and Zeib. J. , *trans. AIME* , 233 51 (1965) .
- [15] Glover , G. , Ph.D thesis , University of Sheffield , (1969) .
- [16] Gordan , P. *trans. AIME* , 203 1043 , (1955) .
- [17] Honeycombe , R.W.K and Boas , W , *Aust. J. res.* , 1 . 70 , (1948) .
- [18] Hu , Hsun , *recovery and recryst. of metals* , *AIME conference series* , pp 311 - 362 , interscience publishers , New york (1963) .
- [19] Whittaker , H.J. , Ph.D thesis , University of sheffield , (1973) .
- [20] Li , J.C.M. , *j. appl. phys.* 33 , 2959 , (1962) .
- [21] Verhoeven , J.D. , *fundamentals of phys. metall.* pp 327 - 334 , (1975) .
- [22] Byrne , J.G. , *rec. recr. and growth of metals* , Macmilan , New york , (1965) .
- [23] J.M. Dor , J.P. Bai , J. Mass. , *des matériaux* , 2<sup>e</sup> Ed , pp 134-159 , (1985) .
- [24] Johnson , W. and Mehl , R. F. , *trans. AIME* , 161, 140 , (1945) .
- [25] Johnson , W. and Mehl , R. F. , *trans. AIME* , 135, 416 , (1939) .
- [26] Himmel , L. , Ed. , *recovery and recrystall. of metals* , Gordan and Breach , New york , p331 , (1963) .
- [27] Messaoud , F. , thèse de PFE: *chang. structu. d'un lingot Ag-Cu* , ENP , (1995) .
- [28] Orowan , E. , *dislocations in metals* , p 69 , AIME publication , (1954) .
- [29] Perryman , E.C.W , *ASM seminar , creep and recovery* , p111 , (1957) .
- [30] Robert . E. R-Hill , *physi. metall. principles* , pp 292, 371 , 2<sup>e</sup> Ed , (1973) .
- [31] Smithless C.J. , 196 - *metals reference book* , Ed Butterworth & co. , tome 1 , London , pp 359 - 360 .